

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

## Методы определения пентаоксида ванадия

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets.  
Methods for the determination of  
vanadium pentoxideГОСТ  
23581.21-81  
(СТ СЭВ  
1202-78)Взамен  
ГОСТ 12752-67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1193 срок действия установлен

с 01.01.1982 г.

до 01.07.1987 г. 97н

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

ИУС 2-87н

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения пентаоксида ванадия при массовой доле от 0,02 до 1%, фотометрический — от 0,05 до 1%, титриметрический — от 0,2 до 1% и атомно-абсорбционный — от 0,02 до 1%.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1202-78.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0-80.

## 2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного комплекса ванадия (V) с н-бензоилфенилгидроксиламином (БФГА), экстракции его хлороформом и измерении оптической плотности раствора.

Соотношение титана и ванадия не должно превышать 5:1.

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

## 2.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 650°C;

тиглы платиновые по ГОСТ 6563-75;

калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172-76;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, разбавленную 1:1, 1:3, 1:9;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;  
 смесь кислот: к 1 дм<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:3, приливают 333 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают;  
 кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;  
 кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 2:1;  
 кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>;  
 н-бензоилфенилгидроксиламин (БФГА), раствор 1 г/дм<sup>3</sup>. Раствор годен в течение одной недели при хранении в темной посуде;  
 хлороформ технический по ГОСТ 20015—74 или медицинский;  
 ванадия пятиокись, ос. ч;

стандартные растворы пятиокиси ванадия:

раствор А: 2,0000 г пятиокиси ванадия, предварительно прокаленной при 500°C, растворяют в 60 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и нагревают до появления паров серниго ангидрида. Охлаждают, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и вновь нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают серной кислотой, разбавленной 1:9, до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 2 мг пятиокиси ванадия;

раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,2 мг пятиокиси ванадия. Раствор Б применяют свежеприготовленным.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г при массовой доле пятиокиси ванадия до 0,2% или 0,25 г при массовой доле пятиокиси ванадия свыше 0,2% помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 45 см<sup>3</sup> смеси кислот и медленно нагревают под часовым стеклом до растворения навески. После охлаждения обмывают стенки стакана водой, приливают 30 см<sup>3</sup> воды и кипятят. Если навеска не растворилась полностью, раствор фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 5-6 раз горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°C. Тигель охлаждают, остаток смачивают водой, прибавляют четыре-пять капель серной кислоты, разбавленной 1:1,5 — 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 400—500°C, охлаждают, прибавляют 1 г пироксернистого калия и сплавляют при 600—650°C. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан с основным раствором и выщелачивают плавл при нагревании. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Раствор выпарива-

ют до объема 60—70 см<sup>3</sup>, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

2.2.2. Аликвоту раствора в зависимости от массовой доли пятиокси ванадия (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, выпаривают до объема 10 см<sup>3</sup>, окисляют 1—2 каплями раствора марганцовокислого калия и, спустя 1 мин, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>. Стакан обмывают 20 см<sup>3</sup> того же раствора соляной кислоты, добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора БФГА и встряхивают в течение 1 мин. Органическую фазу фиолетового цвета фильтруют через сухой фильтр (вату) в сухую колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Колбу закрывают пробкой.

Таблица 1

Массовая доля пятиокси ванадия, %	Аликвота раствора, см <sup>3</sup>
От 0,02 до 0,04	50
Св. 0,04 „ 0,5	25
„ 0,5 „ 1	10

Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на фотоэлектроколориметре с областью светопропускания 530—550 нм или спектрофотометре при длине волны 530 нм. В качестве раствора сравнения применяют хлороформ.

Для внесения поправки на массу ванадия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу пятиокси ванадия по градуировочному графику.

2.2.3. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятиокси ванадия Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2 мг пятиокси ванадия, приливают 45 см<sup>3</sup> смеси кислот, нагревают до кипения. После охлаждения приливают 30 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Растворы переливают в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают. Из каждой колбы отбирают пипеткой по 25 см<sup>3</sup> раствора в стаканы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>, добавляют 1—2 капли раствора марганцовокислого калия, спустя 1 мин — 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.2.2.

Контрольный опыт для градуировочного графика получают, как указано выше, без добавления стандартного раствора пятиокси ванадия.

По найденному значению оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности растворов контрольного опыта и соответствующим им массам пятиокиси ванадия строят градуировочный график.

### 2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю пятиокиси ванадия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot 1000}$$

где  $m_1$  — масса пятиокиси ванадия, найденная по градуировочному графику, мг;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвоте раствора, г;

$K$  — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси ванадия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r}$$

где  $W_r$  — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля пятиокиси ванадия, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05	0,004
Св. 0,05 . 0,1	0,01
" 0,1 . 0,25	0,02
" 0,25 . 0,5	0,05
" 0,5 . 1	0,07

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиево-вольфрамового комплекса и фотометрировании окрашенного раствора. Мешающие компоненты отделяют сплавлением навески с окислительно-щелочным плавнем и выщелачиванием образовавшегося ванадата натрия водой.

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

##### 3.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°C;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;  
 натрия перекись;  
 смесь для сплавления; готовят перед употреблением следующим образом: перемешивают порошкообразную перекись натрия с безводным углекислым натрием в массовом соотношении 1:1;  
 кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1;  
 кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, разбавленную 1:2;  
 кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:9;  
 кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;  
 калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;  
 натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>;  
 водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 1 и 3%-ные растворы (свежеприготовленные);  
 натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>;  
 ванадия пятиокись, ос. ч.;  
 стандартные растворы пятиокиси ванадия:  
 раствор А и раствор Б готовят, как указано в п. 2.1;  
 метиловый оранжевый (пара-диметиламино-азобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—79, раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

### 3.2 Проведение анализа

3.2.1. Масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша в зависимости от массовой доли пятиокиси ванадия указана в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля пятиокиси ванадия, %	Масса навески пробн. г
От 0,05 до 0,1	1
Св. 0,1 . 0,2	0,5
. 0,2 . 0,4	0,25
. 0,4 . 1	0,1

3.2.2. Навеску помещают в железный тигель, в который затем насыпают 6—8 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают железной крышкой и сплавляют в муфельной печи при 650—700°C в течение 3—5 мин. Тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, приливают 50—70 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают до полного разложения плава. Тигель и крышку извлекают из стакана и обмывают горячей водой. Если раствор окрашен в зеленый цвет, приливают по каплям 3%-ный раствор перекиси водорода до полного обесцвечивания раствора и кипятят в течение 5—7 мин. Затем раствор охлаждают, переливают вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, до-

ливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через плотный сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первую порцию фильтрата.

3.2.3. Аликвоту фильтрата  $50 \text{ см}^3$  переливают в стакан вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , нейтрализуют по индикатору метиловому оранжевому соляной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора и приливают ее в избыток 2—3  $\text{см}^3$ . Раствор выпаривают досуха, к сухому остатку приливают 3  $\text{см}^3$  соляной кислоты, разбавленной 1:1, 5—7  $\text{см}^3$  воды и нагревают до растворения сухого остатка. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , и промывают фильтр 3—5 раз водой.

3.2.4. К раствору, объем которого должен быть 30—40  $\text{см}^3$ , приливают 0,5  $\text{см}^3$  1%-ного раствора перекиси водорода и перемешивают. Затем при перемешивании, по каплям прибавляют раствор марганцовокислого калия до появления исчезающей окраски, через 3—5 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до полного обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. К раствору прибавляют 2  $\text{см}^3$  фосфорной кислоты, перемешивают, прибавляют при перемешивании 1  $\text{см}^3$  раствора вольфраматовокислого натрия, доливают до метки водой и снова перемешивают.

3.2.5. Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на фотоэлектроколориметре с областью светопропускания 400—430 нм или спектрофотометре при длине волны 400 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Для внесения поправки на массу ванадия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу пятиоксида ванадия по градуировочному графику.

3.2.6. Для построения градуировочного графика в железные тигли насыпают 6—8 г смеси для сплавления, закрывают железными крышками и сплавляют в муфельной печи при 650—700°C в течение 3—5 мин. Тигли с крышками помещают в стаканы вместимостью по 250—300  $\text{см}^3$ , приливают 50—70  $\text{см}^3$  горячей воды и нагревают до полного разложения плава. Тигли и крышки извлекают из стаканов и обмывают горячей водой. В стаканы приливают 2, 3, 4, 5, 6  $\text{см}^3$  стандартного раствора пятиоксида ванадия Б, что соответствует 0,4; 0,6; 0,8; 1; 1,2 мг пятиоксида ванадия. Затем растворы охлаждают, переливают вместе с осадками в мерные колбы вместимостью по 200  $\text{см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания осадков растворы фильтруют через плотные сухие фильтры в сухие стаканы, отбрасывая первые порции фильтратов. Аликвоты фильтратов объемом 50  $\text{см}^3$  переносят

пилеткой в стаканы вместимостью 100 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в пп. 3.2.3—3.2.5.

Контрольный опыт для градуировочного графика получают, как указано выше, без добавления стандартного раствора пятиокиси ванадия.

По найденному значению оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им массам пятиокиси ванадия строят градуировочный график.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю пятиокиси ванадия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют, как указано в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

## 4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислении четырехвалентного ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием и последующем титровании раствором двойной серноокислой соли закиси железа и аммония.

### 4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

#### 4.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°C;

потенциометрическую установку любого типа с электродами платиново-вольфрамовый или платиново-насыщенный каломельный;

натрия перекись;

мочевину по ГОСТ 6691—77;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1, 1:9, 1:19;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 25 г/дм<sup>3</sup>;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 35 г/дм<sup>3</sup>;

ванадия пятиокись, ос. ч;

стандартные растворы пятиокиси ванадия:

раствор А готовят, как указано в п. 2.1;

раствор Б: 50 см<sup>3</sup> раствора А отбирают пилеткой в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,2 мг пятиокиси ванадия;

соль закиси железа и аммония, двойную сернистую (соль Мора), растворы 2 г/дм<sup>3</sup> и 40 г/дм<sup>3</sup>: навеску сернистого железа (II)-аммония растворяют в 300 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:19. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят этой же кислотой до метки и перемешивают;

фенилантралиловую кислоту, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>: 1 г фенилантралиловой кислоты растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды при кипячении и добавляют 1,5 г углекислого натрия.

#### 4.1.2. Определение массовой концентрации (C) соли Мора

В железный или никелевый тигель вносят 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 650—700°С в течение 5 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 70—80 см<sup>3</sup> теплой воды, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до разложения плава. Затем тигель извлекают, обмывают горячей водой и 2—3 раза серной кислотой, разбавленной 1:19. К раствору прибавляют 15—20 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятиокиси ванадия В, осторожно прибавляют 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, затем продолжают, как указано в п. 4.2.2.

Массовую концентрацию (C) соли Мора по пятиокиси ванадия в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где  $m$  — масса пятиокиси ванадия в аликвоте стандартного раствора, г;

$V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

#### 4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—0,5 г помещают в железный или никелевый тигель, перемешивают с 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 650—700°С в течение 5 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 70—80 см<sup>3</sup> теплой воды, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до разложения плава. Затем тигель извлекают, обмывают горячей водой и 2—3 раза серной кислотой, разбавленной 1:19. К раствору осторожно прибавляют 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают и выпаривают до объема 100—120 см<sup>3</sup>.

4.2.2. К охлажденному до комнатной температуры раствору добавляют раствор марганцовокислого калия до получения розовой окраски. Из бюретки добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соли Мора с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup> и вновь добавляют раствор марганцовокислого калия до получения розовой окраски, не исчезающей в течение 2—3 мин. Затем приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до исчезновения розовой окраски, прибавляют



2 г мочевины, перемешивают и оставляют на 1 мин. Приливают 60 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—10 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, охлаждают и титруют раствором соли Мора с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup> до скачка потенциала (в случае потенциометрического варианта) или до перехода вишневой окраски раствора, получающейся при добавлении 6 капель фенилантраниловой кислоты, в зеленую — в случае визуального варианта.

При потенциометрическом варианте фосфорную кислоту можно не приливать.

#### 4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю пятиоксида ванадия ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V \cdot K \cdot 100}{m},$$

где  $C$  — массовая концентрация соли Мора по пятиокиси ванадия, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г;

$K$  — коэффициент пересчета массовой доли пятиоксида ванадия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_f},$$

где  $W_f$  — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

4.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

### 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении поглощения излучения спектральных ламп с полым катодом атомами ванадия при длине волны 318,4 нм.

Для атомизации растворов используют пламя закись азота — ацетилен.

#### 5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

##### 5.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1050°C;

спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для ванадия;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75;

закись азота газообразную;

натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до температуры 350—400°C и прокачивают при указанной температуре в течение 1,5 ч;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

смесь для сплавления; готовят следующим образом: перемешивают обезвоженный тетраборнокислый натрий с безводным углекислым натрием в массовом соотношении 2 : 1;

калий пиросульфидный по ГОСТ 7172—76;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 1, 1 : 50;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77 и разбавленную 1 : 85;

кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>;

алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759—75, раствор 220 г/дм<sup>3</sup>;

ванадий металлический;

ванадия пятиокись ос. ч;

стандартные растворы ванадия:

раствор А: 1,0000 г пятиоксида ванадия, предварительно прокаленной при температуре 500°C (или 0,5041 г ванадия) растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1 : 85, и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 1 мг пятиоксида ванадия;

раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,1 мг пятиоксида ванадия. Раствор Б применяют свежеприготовленный.

## 5.2. Проведение анализа

5.2.1. Масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша в зависимости от массовой доли пятиоксида ванадия указана в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля пятиоксида ванадия, %	Масса навески, г	Масса смеси для сплавления, г	Масса V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> в фотометрируемом растворе, мг	Объем раствора HCl для выщелачивания, см <sup>3</sup>
От 0,02 до 0,4	0,5	4,5	0,1—2	30
Св. 0,4	0,2	3	0,8—2	20

5.2.2. При разложении сплавлением в платиновый тигель помещают навеску, смешивают ее с соответствующим количеством сме-

си для сплавления (см. табл. 4), накрывают тигель платиновой крышкой и сплавляют при 950—1050°C в течение 15—20 мин. После охлаждения переносят тигель с плавом в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют соляную кислоту, разбавленную 1:1 (см. табл. 4), и нагревают до полного растворения плава. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия, доливают раствор водой до метки и перемешивают.

5.2.3. При кислотном разложении навеску пробы (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и медленно нагревают до растворения навески. Приливают 1—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают досуха. Прибавляют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают еще раз досуха.

К полученному остатку приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения и фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50, и 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°C.

Тигель охлаждают, остаток смачивают водой, прибавляют четыре-пять капель серной кислоты, разбавленной 1:1, 5—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 400—500°C, охлаждают, прибавляют 1 г пироксернокислого калия и сплавляют при 600—650°C.

После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан с основным раствором и выщелачивают плав при нагревании. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Раствор выпаривают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия, доливают водой до метки и перемешивают.

5.2.4. Раствор, полученный по пп. 5.2.2 или 5.2.3, распыляют в пламени закись азота - ацетилен атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию ванадия при длине волны 318,4 нм.

Каждый раствор фотометрируют дважды и для расчета берут среднее из двух значений абсорбции.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Для внесения в результат анализа поправки на массу ванадия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции исследуемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта, полученного па-

параллельно с пробами, находят массу пятиоксида ванадия по градуировочному графику.

5.2.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 1; 2,5; 5; 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятиоксида ванадия Б и 2; 4 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятиоксида ванадия А, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2; 4 мг пятиоксида ванадия. В колбы приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, 4 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 5.2.4.

5.2.6. Контрольный опыт для градуировочного графика получают, как указано в п. 5.2.5, без добавления стандартных растворов пятиоксида ванадия.

По найденным значениям абсорбции растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им массам пятиоксида ванадия строят градуировочный график.

Примечание. Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, то предлагаемые содержания элементов для определения в пробах (см. табл. 4) и для построения градуировочных графиков (см. п. 5.2.5) необходимо считать рекомендуемыми.

### 5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю пятиоксида ванадия ( $X_3$ ) в процентах вычисляют, как указано в п. 2.3.1.

5.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 23581.21—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения пятиокси ванадия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3721 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код ОКСТУ 0709

Пункт 2.1.1. Двенадцатый абзац. Заменить ссылку: «по ГОСТ 20490—79» на «по ГОСТ 20490—75»;

тринадцатый абзац после слов «раствор 1 г/дм<sup>3</sup>» дополнить словами: «в хлороформе».

Пункт 2.2.2. Первый абзац после слов «приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты» дополнить словами: «разбавленной 2:1».

Пункт 2.2.3. Первый абзац. Заменить значения: «0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 см<sup>3</sup>» на «1, 2, 4, 6, 8 см<sup>3</sup>»; «0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2 мг» на «0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мг».

Пункт 3.1.1 дополнить абзацем (после третьего) «титлы железные, никелевые или стеклоуглеродные»;

шестой абзац исключить;

одиннадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20490—79 на ГОСТ 20490—75;

четырнадцатый абзац после слова «Вольфрамвокислый» дополнить словами: «2-водный»;

(Продолжение см. с. 58)

восемнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—79».

Пункт 3.2.2. Заменить слова: «Навеску помещают в железный тигель, в который затем насыпают 6—8 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают железной крышкой и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С в течение 3—5 мин» на «Навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродный тигель, смешивают с 4—5 г перекиси натрия или навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродный тигель, в который предварительно помещают 2—2,5 г углекислого натрия, перемешивают, прибавляют 2—2,5 г перекиси натрия, снова перемешивают и сплавляют при температуре 600—700 °С в течение 2—3 мин, считая с момента расплавления смеси».

Пункт 3.2.6. Первый абзац. Заменить слова: «Для построения градуировочного графика в железные тигли насыпают 6—8 г смеси для сплавления, закрывают железными крышками и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С в течение 3—5 мин» на «Для построения градуировочного графика в шести железных, никелевых или стеклоуглеродных тиглях сплавляют при 600—700 °С по 4—5 г перекиси натрия или смеси (1:1) углекислого натрия и перекиси натрия».

Пункт 4.1.1. Третий абзац. Заменить слова: «платиново-вольфрамовый или платиново-насыщенный каломельный» на «платина-вольфрамовый или платина-насыщенный каломельный»;

дополнить абзацем (после третьего): «тигли железные, никелевые или стеклоуглеродные»;

(Продолжение см. с. 59)

шестой абзац исключить;

десятый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20490—79 на ГОСТ 20490—75.

Пункт 4.2.1. Заменить слова: «Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—0,5 г помещают в железный или никелевый тигель, перемешивают с 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 650—700 °С в течение 5 мин» на «Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—0,5 г помещают в железный, никелевый или стеклоглеродный тигель, перемешивают с 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 600—700 °С в течение 2—3 мин, считая с момента расплавления смеси».

Раздел 5. Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Метод основан на измерении атомного поглощения ванадия при длине волны 318,4 нм».

Пункт 5.2.5. Заменить слова и значения: «1; 2,5; 5; 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятоокиси ванадия Б и 2; 4 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятоокиси ванадия А, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2; 4 мг пятоокиси ванадия» на «1; 2,5; 5,0; 10; 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора пятоокиси ванадия Б, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2,5 мг пятоокиси ванадия».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.2.7: «5.2.7. Допускается проведение определения по методу сравнения. Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> приливают стандартный раствор пятоокиси ванадия А или Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию пятоокиси ванадия в пробе, приливают по 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной

(Продолжение см. с. 60)

1:1, по 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, по 4 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 5.2.4.

Пункт 5.3.1 после слов «в процентах» дополнить «при использовании градуировочного графика».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3.1а (после п. 5.3.1): «5.3.1а. Массовую долю пятиоксида ванадия ( $X_5$ ) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1 \cdot 1000} \cdot K,$$

где  $m_1$  — масса пятиоксида ванадия в растворе сравнения, мг;

$A$  — значение абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

$A_1$  — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

$K$  — коэффициент пересчета массовой доли пятиоксида ванадия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1.

(ИУС № 2 1987 г)