

ГОСТ 25542.6—93

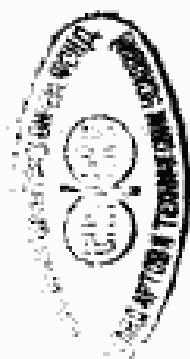
(ИСО 1618—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## ГЛИНОЗЕМ

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ВАНАДИЯ

Издание официальное



БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

## Предисловие

## 1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

**ВНЕСЕН** Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

**2 ПРИНЯТ** Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

**3** Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.6—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

**4 ВЗАМЕН** ГОСТ 25542.6—83

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ****ГЛИНОЗЕМ****Методы определения  
оксида ванадия****Alumina. Methods for the  
determination of vanadium  
oxide****ГОСТ****25542.6—93****(ИСО 1618—76)**

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает фотометрические методы определения оксида ванадия (V):  
с применением N-бензол-N-фенилгидроксиламина — при массовой доле оксида ванадия от 0,0005 до 0,2%, если массовая доля оксида хрома и диоксида титана, не превышает соответственно 0,002 и 0,006%;

*с применением фосфорновольфрамовой кислоты — при массовой доле оксида ванадия от 0,005 до 0,02%.*

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

**2. ССЫЛКИ**

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа.

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

ГОСТ 25389 Глинозем. Метод подготовки пробы к испытанию.

**3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
С N-БЕНЗОИЛ-N-ФЕНИЛГИДРОКСИЛАМИНОМ**

Метод основан на щелочном разложении пробы, окислении ванадия до ванадия (V) перманганатом калия в растворе серной кис-

**Издание официальное**

лоты 4,5 моль/дм<sup>3</sup>, образовании фиолетового комплексного соединения ванадия (V) с N-бензоил-N-фенилгидроксиламином, экстракции комплексного соединения хлороформом и измерении оптической плотности раствора при длине волны 524 нм.

### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Обычное лабораторное оборудование

Спектрофотометр или фотозлектроколориметр с фильтрами, обеспечивающими максимальное светопоглощение от 520 до 530 нм.

Делительные воронки с очень узким горлышком вместимостью 150 см<sup>3</sup>.

Во время проведения анализа используют только реактивы по качеству не ниже ч.д.а. и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 16 и 8 моль/мл<sup>3</sup>. Осторожно наливают 450 см<sup>3</sup> серной кислоты ( $\rho \approx 1,84$  г/см<sup>3</sup>, приблизительно 96 %-ный по массе раствор) в сосуд, содержащий 500 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, доводят объем до 1000 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118,  $\rho \approx 1,19$  г/см<sup>3</sup>, приблизительно 38 %-ный раствор.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, растворы 0,6 г/дм<sup>3</sup> и с массовой долей 0,5 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 5 %. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовом сосуде.

Карбонат натрия безводный по ГОСТ 83.

Кислота борная по ГОСТ 9656 или  
триоксид бора;

Натрий тетраборно-кислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Раствор-фон 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборнокислого натрия помещают в платиновую чашку, перемешивают и растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, содержащий 48 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 8 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Хлороформ, не содержащий этилового спирта, по ГОСТ 20015. Очищают хлороформом,  $\rho \approx 1,49$  г/см<sup>3</sup>, промыв его пять-шесть раз количеством воды, составляющим половину взятого объема хлороформа. Высушивают в присутствии безводного хлорида кальция и

перегоняют, собирая дистиллят в сосуд из темного стекла. Хранят в темном прохладном месте при температуре ниже 25 °С.

N-бензонил-N-фенилгидроксиламин, раствор с массовой долей 0,1% в хлороформе. Раствор хранят в сосуде из темного стекла не более 7 сут.

Ванадия (V) оксид.

Стандартные растворы ванадия

**Раствор А:** 0,25 г предварительно высушенного при температуре 110 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида ванадия растворяют в 8 см<sup>3</sup> гидроксида натрия. Добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,00025 г оксида ванадия (V).

**Раствор Б:** 10,0 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г оксида ванадия (V).

### 3.2. Проведение анализа

3.2.1. Аликвотную часть сернокислого раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, отбирают в количестве 50 см<sup>3</sup> при массовой доле оксида ванадия до 0,01% или 25 см<sup>3</sup> при массовой доле его выше 0,01% и помещают в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>, *предварительно смочив край воронки хлороформом*. Если аликвотная часть составляет 25 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора-фона. В делительную воронку добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 16 моль/дм<sup>3</sup>, предварительно охлажденной до температуры ниже 20 °С, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой бледно-розовой окраски, встряхивают и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора N-бензонил-N-фенилгидроксиламина и 32 см<sup>3</sup> соляной кислоты, предварительно охлажденной до 10 °С, и встряхивают 1 мин. После расслоения хлороформную фазу сливают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Экстракцию повторяют с новой порцией 10 см<sup>3</sup> хлороформа, сливая хлороформную фазу через тот же фильтр в ту же мерную колбу. Раствор доливают до метки хлороформом и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 524 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида ванадия в растворе находят по градуировочному графику.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в восемь делительных воронок вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая, *крайны которых предварительно смачивают хлороформом*, отмеряют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,0001 г оксида ванадия. Во все воронки добавляют по 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 16 моль/дм<sup>3</sup>, предварительно охлажденной до температуры ниже 25 °С (20 °С), объем растворов доводят до 70 см<sup>3</sup> водой, добавляют 3—4 капли (по каплям) раствора перманганата калия до устойчивой бледно-розовой окраски и далее поступают согласно п. 3.2.1.

Для предотвращения восстановления ванадия соляную кислоту добавляют непосредственно перед экстракцией. Поэтому процедуру анализа следует проводить до конца, каждый раз обрабатывая только одну пробу.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора ванадия.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида ванадия строят градуировочный график.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю ванадия в виде пентоксида ванадия в процентах вычисляют по формуле

$$m_1 \times \frac{D}{10m_0},$$

где  $m_1$  — масса пентоксида ванадия, содержащаяся в аликвотной части основного раствора, мг;

$D$  — соотношение объемов основного раствора и аликвотной части, взятой для определения;

$m_0$  — масса навески пробы, взятой для приготовления основного раствора, г.

3.3.2. Массовую долю оксида ванадия ( $V$ ) ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса оксида ванадия ( $V$ ), найденная по градуировочному графику, г;

$V_1$  — объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески глинозема, г;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

3.3.3. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля оксида ванадия, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{\text{ср}}$	$d_{\text{вс}}$
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0004	0,0008
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0015
» 0,003 » 0,005 »	0,001	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,005

### 3.4. Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать следующие данные:  
 идентификацию исследуемого материала;  
 ссылку на применяемый метод;  
 результаты анализа и метод их выражения;  
 особенности, отмеченные в процессе анализа;  
 любые операции, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными.

## 4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ФОСФОРНОВОЛЬФРАМОВОЙ КИСЛОТОЙ

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании желтого соединения ванадия с фосфоровольфрамовой кислотой и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400 нм.

### 4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Натрий вольфрамowo-кислый по ГОСТ 18289, раствор с массовой долей 16%.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 5%.

Ванадия (V) оксид.

Стандартные растворы ванадия

Раствор А: 0,2500 г предварительно высушенного при температуре 110°C в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида ванадия растворяют в 8 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, переносят в мерную кол-

бу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,00025 г оксида ванадия (V).

Раствор Б: 10,0 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г оксида ванадия (V).

#### 4.2. Проведение анализа

4.2.1. Аликвотную часть объемом 50 см<sup>3</sup> азотно-кислого раствора пробы, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и нагревают до температуры 90 °С.

Затем добавляют 4 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, 4 см<sup>3</sup> раствора вольфрамово-кислого натрия и перемешивают. После охлаждения раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения раствора соответствует длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида ванадия находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в восемь мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая отмеряют 0; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016 и 0,00020 г оксида ванадия. Во все колбы добавляют воду до объема 50 см<sup>3</sup>, затем по 20 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, нагревают до температуры 90 °С и далее поступают согласно п. 4.2.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора ванадия.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида ванадия строят градуировочный график.

#### 4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую Долю оксида ванадия (V) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2},$$

где  $m_1$  — масса оксида ванадия, найденная по градуировочному графику, г;

$V_1$  — объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески глинозема, г;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

4.3.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4199—76	3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4328—77	3.1, 4.1
ГОСТ 4461—77	4.1
ГОСТ 6552—80	4.1
ГОСТ 9656—75	3.1
ГОСТ 18289—78	4.1
ГОСТ 20015—88	3.1
ГОСТ 20490—75	3.1
ГОСТ 25389—93	2
ГОСТ 25542.0—93	2
ГОСТ 27798—93	2
ГОСТ Р 50332.1—93	2; 3.2.1; 4.2.1

Редактор *М. И. Максимова*  
 Технический редактор *Н. С. Гришанова*  
 Корректор *Н. И. Ильичева*

Сдано в наб. 09.06.95. Подп. в печ. 26.07.95. Усл. п. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58.  
 Уч.-изд. л. 0,61. Тир. 389 экз. С 2671.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256, Зак. 1424  
 ПЛР № 040138