

**БОКСИТ****Метод определения оксида ванадия (V)**Bauxite. Method for the determination  
of vanadium oxide (V)**ГОСТ****14657.13—78**

ОКСТУ 1711

Срок действия

с 01.01.79до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли оксида ванадия (V) от 0,005 до 0,5%.

Метод основан на образовании в серноокислом растворе окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения ванадия (V) с N-бензоил-N-фенилгидроксиламин, которое экстрагирует хлороформом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

**2. АППАРАТУРА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ**

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм<sup>3</sup>.

N-бензоил-N-фенилгидроксиламин, раствор с массовой долей 0,1% в хлороформе.

**Издание официальное**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Калий марганцовоокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой долей 0,6%.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 5 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 1%.

Хлороформ.

Индикаторная бумага конго.

Оксид ванадия (V).

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2500 г оксида ванадия (V), предварительно высушенной при температуре 110°C и охлажденной в эксикаторе, растворяют в 8 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, затем раствор подкисляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,25 мг оксида ванадия (V).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 20 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг оксида ванадия (V).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В делительную воронку вместимостью 200 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой в зависимости от массовой доли ванадия 2—50 см<sup>3</sup> раствора, приготовленного по ГОСТ 14657.12—78, и осторожно по каплям нейтрализуют раствор серной кислотой, разбавленной 1:1, в присутствии бумаги конго. К раствору приливают 17,0 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, воды до объема 70 см<sup>3</sup> и для окисления ванадия по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски.

Через 5 мин в делительную воронку приливают 10 см<sup>3</sup> раствора N-бензоил-N-фенилгидроксиламина, затем 32 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Соляную кислоту приливают непосредственно перед экстракцией цветного комплекса. Поэтому реактив и соляную кислоту приливают вначале только в один раствор и затем сразу экстрагируют. Раствор встряхивают в течение 1 мин и после разделения фаз сливают хлороформную фазу в сухую мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, не допуская попадания водной фазы.

Экстрагирование повторяют с 10 см<sup>3</sup> хлороформа, сливая хлороформную фазу в ту же мерную колбу. Экстракт в мерной колбе доливают до метки хлороформом и перемешивают.

Если в пробе содержится хром в количестве, превышающем

массовую долю ванадия в 10 раз, что заметно по коричневатой окраске хлороформных экстрактов, то его перед окислением ванадия восстанавливают в сернокислой среде, приливая 0,5 см<sup>3</sup> перекиси водорода.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум поглощения растворов соответствует длине волны 526 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массовую долю оксида ванадия (V) по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью по 200 см<sup>3</sup> из микробюретки приливают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 мг оксида ванадия (V). В каждую делительную воронку приливают по 17,0 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, воды до объема 70 см<sup>3</sup> и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который ванадий не добавляли.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массовым долям оксида ванадия (V) строят градуировочный график.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

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

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески боксита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

С. 4 ГОСТ 14657.13—78

Массовая доля оксида ванадия (V) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,20 »	0,01	0,02
» 0,20 » 0,50 »	0,03	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

### РАЗРАБОТЧИКИ

Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113**

- 3. Введен впервые**

### 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 14657.12—78	3.1
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 24104—80	2

- 5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2909**
- 6. Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**