

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения ванадия

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353 ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.20—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

Содержание

| | |
|---|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Общие требования | 1 |
| 4 Средства измерений и вспомогательные устройства | 1 |
| 5 Порядок проведения измерений | 2 |
| 6 Обработка результатов измерений | 3 |
| 7 Допустимая погрешность измерений | 3 |
| 8 Требования к квалификации | 3 |

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ**Метод определения ванадия**

Sponge titanium.
Method for determination of vanadium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения ванадия (при массовой доле ванадия от 0,002 % до 0,5 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании ванадием (V) окрашенной в зеленовато-желтый цвет фосфорно-вольфрамованадиевой гетерополиоксидной кислоты и последующем измерении оптической плотности раствора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

- ГОСТ 84—76 Натрий углекислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4197—74 Натрий азотистокислый. Технические условия
- ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
- ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия
- ГОСТ 18289—78 Натрий вольфрамвокислый 2-водный. Технические условия
- ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
- ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия
- ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб
- ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

- 3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.
- 3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.
- 3.3 Массовую долю ванадия определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или аналогичный прибор.

Издание официальное

Кислота серная по ГОСТ 4204, $\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$, и раствор массовой концентрации 100 г/дм^3 .

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Натрия карбонат (натрий углекислый) по ГОСТ 84.

Натрия тетраборат (натрий тетраборнокислый) по ГОСТ 4199.

Смесь натрия карбоната и натрия тетрабората в отношении 1:2.

Кислота фосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:2.

Ванадия (V) оксид по действующему нормативному документу.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 .

Калия нитрат (калий азотнокислый) по ГОСТ 4217.

Калия перманганат (калий марганцовокислый) по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3 .

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 .

Натрия нитрит (натрий азотиетокислый) по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 .

Метиловый оранжевый по действующему нормативному документу.

Этанол (спирт этиловый) ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Натрия вольфрамат (натрий вольфрамовокислый) по ГОСТ 18289, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3 .

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартный раствор ванадия: $0,1785 \text{ г}$ оксида ванадия (V) растворяют при нагревании в 10 см^3 раствора гидроксида натрия. Раствор нейтрализуют серной кислотой массовой концентрации 100 г/дм^3 и приливают ее избыток до появления желтой окраски раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 стандартного раствора содержит $0,0001 \text{ г}$ ванадия.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой согласно таблице 1 помещают в платиновую чашку № 6, смачивают водой, приливают 10 см^3 серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и ведут растворение при нагревании.

Таблица 1

| Массовая доля ванадия, % | Масса навески пробы, г | Объем аликвотной части раствора, см^3 |
|--------------------------|------------------------|--|
| От 0,002 до 0,025 включ. | 2,0 | 50 |
| Св. 0,025 * 0,100 * | 1,0 | 50 |
| * 0,100 * 0,500 * | 0,2 | 50 |

После полного растворения навески раствор упаривают досуха, после чего вновь смачивают небольшим количеством воды и упаривают досуха. Операцию повторяют дважды.

Сухой остаток сплавляют при температуре 1223 К со смесью карбоната натрия и тетрабората натрия с добавлением (на конце шпателя) нитрата калия. Плав выщелачивают водой при нагревании. После полного выщелачивания в раствор добавляют несколько капель этанола до полного обесцвечивания раствора и восстановления марганца, присутствующего в пробе, и продолжают нагревание в течение 10 мин .

Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу.

Аликвотную часть фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , добавляют несколько капель метилового оранжевого и нейтрализуют соляной кислотой (1:1) до появления розовой окраски раствора, после чего добавляют еще 4 см^3 ее в избыток. Затем в раствор добавляют 5 капель раствора пероксида водорода и по каплям раствор перманганата калия до устойчивой розовой окраски. Избыток перманганата калия разрушают добавлением нескольких капель раствора нитрита натрия до полного обесцвечивания раствора и добавляют 1-2 капли избытка, тщательно перемешивая.

В раствор приливают 2 см^3 раствора фосфорной кислоты, разбавляют водой до объема

примерно 80 см³, добавляют 4 см³ раствора вольфрамата натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу ванадия рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г ванадия. Раствор восьмой колбы служит раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах разбавляют водой до объема примерно 50 см³, нейтрализуют по метиловому оранжевому соляной кислотой (1:1), дают избыток ее 4 см³ и далее поступают, как указано в 5.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам ванадия строят градуировочный график.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю ванадия X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V}{m V_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса ванадия в растворе пробы, г;
 V — общий объем раствора пробы, см³;
 m — масса навески, г;
 V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

| Массовая доля ванадия | Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений | Допускаемое расхождение между результатами анализа | Предел погрешности измерений Δ |
|----------------------------|---|--|---------------------------------------|
| От 0,0020 до 0,0060 включ. | 0,0014 | 0,0015 | 0,0012 |
| Св. 0,0060 » 0,0250 » | 0,0025 | 0,0028 | 0,0022 |
| » 0,025 » 0,100 » | 0,008 | 0,010 | 0,008 |
| » 0,100 » 0,500 » | 0,020 | 0,020 | 0,016 |

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *Л.А.Кузнецова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н.Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 10.04.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 204 экз. С 4843. Зак. 307.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102