

ГОСТ 12697.1—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ

Методы определения ванадия

Methods for determination of vanadium

ГОСТ
12697.1—77*Взамен
ГОСТ 12697—67
в части разд. 2

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315

дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения ванадия в алюминии:

- метод с применением N-бензоил-N'-фенилгидроксиламина (при массовой доле ванадия от 0,0005 до 0,01 %);
- метод с применением фосфорно-вольфрамовой кислоты (при массовой доле ванадия от 0,002 до 0,03 %).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Для анализа алюминия высокой чистоты марок А995 и А99 пробу алюминия изготовляют в виде стержней размером $5 \times 20 \times 130$ мм и в виде стержней с размерами $\varnothing = 6—10$ мм, $l = 100—130$ мм.

В верхней части стержень затачивают по размеру держателя образца (см. чертеж).

1.3. Массовую долю компонентов в алюминии определяют по трем навескам.

1.4. Определение массовой доли компонентов в алюминии высокой чистоты должно быть выполнено в двух сериях из двух параллельных навесок в каждой серии. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух серий.

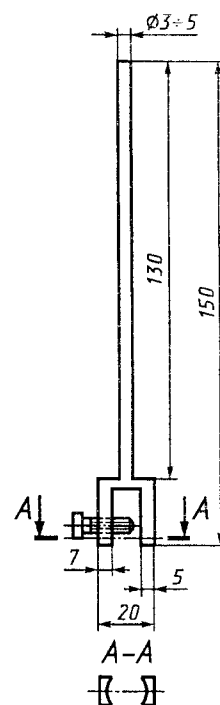
1.2—1.4. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1.5. Допускается применение другой аппаратуры, материалов и реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.6. Допускается применение других методик, аттестованных по ГОСТ 8.010—90, если их метрологические характеристики не уступают характеристикам методик, включенных в настоящие стандарты.

1.7. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава.

1.8. Для анализа алюминия высокой чистоты применяют посуду из кварцевого стекла по ГОСТ 19908—90.



Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Переиздание (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1981 г., ноябре 1985 г., мае 1988 г. (ИУС 1—82, 2—86, 8—88)

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1999

1.9. По истечении гарантийного срока действия реактивов допускается производить проверку годности реактивов путем анализа стандартных образцов алюминия не реже одного раза в квартал.
1.5—1.9. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

А. Фотометрический метод определения ванадия с N-бензоил-N'-фенилгидроксиламином

Метод основан на образовании в сернокислом растворе 2,25 моль/дм³ окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения пентавалентного ванадия с N-бензоил-N'-фенилгидроксиламином. Это соединение экстрагируется хлороформом после создания кислотности раствора 3,5 моль/дм³ по соляной кислоте.

Влияние титана устраняют добавлением фтористого натрия.

Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 526$ нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и раствор 4 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 5 и 20 %. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015—88.

N-бензоил-N'-фенилгидроксиламин (N-фенилбензогидроксимовая кислота), раствор с массовой долей 0,1 % в хлороформе.

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

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Ванадия пятиокись.

Растворы ванадия стандартные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Ванадий металлический.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1785 г пятиокиси ванадия, предварительно высушенной при 250 °С и охлажденной в эксикаторе, растворяют в 8 см³ раствора гидроксида натрия 50 г/дм³, затем раствор подкисляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1000 г ванадия растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг ванадия (V).

Раствор Б; готовят следующим образом: пипеткой отбирают 25 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг ванадия (V).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску алюминия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ или в никелевую чашку с крышечкой вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора гидроксида натрия 200 г/дм³ накрывают стакан часовым стеклом. После окончания бурной реакции обмывают стекло и стенки стакана водой и нагревают до растворения навески. К охлажденному раствору приливают 50 см³ воды, а затем раствор 4 моль/дм³ серной кислоты в количестве, необходимом для перевода 2 г алюминия в сернокислый (27,8 см³) и для нейтрализации гидроксида натрия. Расход кислоты на нейтрализацию гидроксида натрия устанавливают титрованием раствора гидроксида натрия раствором 4 моль/дм³ серной кислоты в присутствии метилового оранжевого.

Серную кислоту следует прибавлять осторожно, чтобы избежать разбрызгивания раствора. Раствор нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и разбавляют водой до метки.

Отбирают пипеткой 25—50 см³ раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли ванадия в делительную воронку вместимостью 200 см³. Разбавляют водой до 50 см³. Приливают 17,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют ванадий до пятивалентного, прибавляя по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски. Через 5 мин в делительную воронку прибавляют 10 см³ раствора N-бензоил-N'-фенилгидроксиламина, затем 32 см³ соляной кислоты. Соляную кислоту добавляют непосредственно перед экстракцией цветного комплекса. Раствор встряхивают в течение 1 мин и после разделения фаз хлороформную фазу переводят в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, не допуская попадания водной фазы.

Экстрагирование повторяют с 10 см³ хлороформа, сливая хлороформную фазу в ту же мерную колбу. Экстракт в мерной колбе доливают до метки хлороформом и перемешивают. В мерную колбу для получения прозрачного раствора можно добавить 1 г сернокислого натрия и встряхнуть.

Если в пробе массовая доля титана больше массовой доли ванадия в 10 раз, что заметно по коричневой окраске хлороформных экстрактов, то перед окислением ванадия марганцовокислым калием добавляют 0,3 г фтористого натрия.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого в мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают раствор 4 моль/дм³ серной кислоты в количестве на 27,8 см³ меньше, чем для испытуемого раствора, осторожно вливают 50 см³ раствора гидроксида натрия 200 г/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора, соответствующую аликвотной части испытуемого раствора, в делительную воронку вместимостью 200 см³ и анализ проводят, как указано выше.

Массу ванадия определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 200 см³ из микробюретки приливают 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг ванадия.

В каждую делительную воронку приливают 17,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 70 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который ванадий не добавлялся. По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массам ванадия строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса ванадия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса навески алюминия, г.

4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля ванадия, % | Допускаемое расхождение, % | |
|---------------------------|----------------------------|-------------------------|
| | сходимости, отн. | воспроизводимости, отн. |
| От 0,0005 до 0,003 включ. | 30 | 45 |
| Св. 0,003 до 0,01 » | 20 | 30 |

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

Б. Фотометрический метод определения ванадия с применением фосфорно-вольфрамовой кислоты

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения с фосфорно-вольфрамовой кислотой. Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 430$ нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 25 %.

Натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18289—78, раствор 0,5 моль/дм³.

Ванадия пятиокись.

Ванадий металлический.

Растворы ванадия стандартные.

Раствор А; 0,1785 г пятиокиси ванадия, предварительно высушенной при 250 °С и охлажденной в эксикаторе, растворяют в смеси из 50 см³ воды и 10 см³ раствора гидроксида натрия, подкисляют 20 см³ концентрированной азотной кислоты, затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают; или 0,1000 г ванадия растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг ванадия.

Раствор Б; пипеткой отбирают 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг ванадия.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 3).

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. 1 г пробы при массовой доле ванадия до 0,015 % или 0,5 г при массовой доле ванадия более 0,015 % растворяют в 10 см³ раствора гидроксида натрия в никелевой чашке с крышечкой вместимостью 250 см³ или в стакане вместимостью 400 см³, накрывая стакан часовым стеклом.

После растворения подкисляют 20 см³ азотной кислоты и кипятят до просветления. Раствор разбавляют горячей водой до объема приблизительно 40 см³, добавляют 1,0 см³ ортофосфорной кислоты и 1,5 см³ раствора вольфрамвокислого натрия и перемешивают. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует 430 нм.

Раствором сравнения служит вода. Одновременно проводят контрольный опыт.

Массу ванадия определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта. (Измененная редакция, Изм. № 3).

6.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ из бюретки приливают 0; 2; 5; 8; 10 и 15 см³ стандартного раствора Б, что соответствует содержанию 0; 0,02; 0,05; 0,08; 0,10 и 0,15 мг ванадия.

Раствор разбавляют горячей водой до объема приблизительно 40 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который ванадий не добавлялся. По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массам ванадия строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 3)

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю ванадия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000},$$

где m — масса ванадия, найденная по градуировочному графику, мг;

m_1 — масса навески алюминия, г.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

7.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля ванадия, % | Допускаемое расхождение, % | |
|--------------------------|----------------------------|-------------------------|
| | сходимости, отн. | воспроизводимости, отн. |
| От 0,002 до 0,01 включ. | 20 | 30 |
| Св. 0,01 до 0,03 » | 10 | 15 |

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 28.06.99. Подписано в печать 06.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 182 экз. С 3455. Зак. 640.

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