

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ**

Методы определения пентаоксида ванадия

Titanomagnetite ores, ironvanadium
concentrates, agglomerates and pellets.
Methods for determination
of vanadium pentoxid

ГОСТ 18262.9—88

ОКСТУ 072'

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает фотометрический метод определения пентаоксида ванадия при массовой доле от 0,05 до 0,6% и потенциометрический метод при массовой доле от 0,1 до 1,5%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиево-вольфрамового комплексного соединения в слабокислом растворе. Мешающие компоненты отделяют сплавлением навески с окислительно-щелочным плавнем и выщелачиванием образовавшегося ванадата натрия водой.

2.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 700°C.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр (абсорбциометр).

Тигли железные, фарфоровые по ГОСТ 9147 или стеклоуглеродные.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрия перекись.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 25 г/дм³.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

Натрий вольфрамвокислый 2-водный по ГОСТ 18289, раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929, 1%-ный и 3%-ный (1°V) растворы (свежеприготовленные).

Ванадия пятиокись, ос. ч.

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А готовят следующим образом: 1,000 г пятиоксида ванадия, предварительно прокаленного при 500 °С, растворяют в 60 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, приливают 5 см³ азотной кислоты, раствор кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают раствор до паров серного ангидрида. Приливают 100 см³ воды при перемешивании, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 0,01 г пятиоксида ванадия.

Раствор Б готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,00002 г пятиоксида ванадия.

Метилловый оранжевый, 4-(диметиламино)-азо-бензол-4-сульфокислоты натриевая соль, индикатор, раствор 1 г/дм³.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески руды, концентрата, агломерата или окатышей в зависимости от массовой доли пятиоксида ванадия указана в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля пятиоксида ванадия, %	Масса навески, г
От 0,05 до 0,1 включ.	0,5
Св. 0,1 » 0,2 »	0,25
» 0,2 » 0,5 »	0,1

2.2.2. Навеску помещают в железный, фарфоровый или стеклоуглеродный тигель, в который предварительно насыпают 3—4 г

углекислого натрия. В тигель прибавляют 3—4 г перекиси натрия, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С в течение 1—2 мин с момента расплавления. Тигель с плавом после охлаждения помещают в стакан вместимостью 300—400 см³ и выщелачивают плав в 50—70 см³ воды. Тигель извлекают из стакана, обмывают 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. Раствор охлаждают, переливают вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первую порцию фильтрата.

2.2.3. Аликвоту фильтрата 50 см³ переносят в стакан вместимостью 100 см³, нейтрализуют по индикатору метиловому оранжевому соляной кислотой, разбавленной 1:1, до изменения окраски индикатора и приливают ее в избыток 2—3 см³. Раствор выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 3 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 5—7 см³ воды и нагревают до растворения солей. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см³, и промывают стакан и фильтр 3—5 раз водой.

2.2.4. К раствору, объем которого должен быть примерно 30—40 см³, приливают 0,5 см³ 1%-ного раствора перекиси водорода и перемешивают. Затем при перемешивании, по каплям, прибавляют раствор марганцовокислого калия до появления не исчезающей окраски, через 3—5 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до полного обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. К раствору приливают 2 см³ фосфорной кислоты, перемешивают, приливают при перемешивании 1 см³ раствора вольфрамвокислого натрия, доливают до метки водой и вновь перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на спектрофотометре при длине волны 400 нм или на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 400—430 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

2.2.5. Для внесения поправки на содержание пятиоксида 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 содержание пятиоксида ванадия по градуировочному графику.

2.2.6. Для построения градуировочного графика в шесть стаканов из семи вместимостью 100 см³, содержащих по 50 см³ раствора контрольного опыта, приливают 2; 3; 4; 5; 6 и 7 см³ стандарт-

ного раствора Б, что соответствует 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010; 0,00012 и 0,00014 г пентаоксида ванадия. Растворы нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1:1, по индикатору метиловому оранжевому до изменения окраски и приливают в избыток 2—3 см³ раствора соляной кислоты. Далее поступают, как указано в пп. 2.2.3, 2.2.4.

Раствор седьмой колбы, не содержащий стандартного раствора ванадия, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим концентрациям ванадия строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю пентаоксида ванадия ($X_{V_2O_5}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{V_2O_5} = \frac{V_1 \cdot 2^x}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса пентаоксида ванадия в объеме раствора, используемого для измерения, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески высушенной пробы в объеме раствора, используемого для измерения, г.

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

Таблица 2

Массовая доля пентаоксида ванадия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,1 включ.	0,015
Св. 0,1 » 0,2 »	0,025
» 0,2 » 0,5 »	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,04
» 1,0 » 1,5 »	0,05

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

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

3.1. Аппаратура и реактивы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 700°C.