

Первое издание  
2009-06-15

Исправленная версия  
2009-10-01

---

---

**Руды железные. Определение  
содержания ванадия.**

Часть 2.

**Атомно-абсорбционные методы с  
возбуждением в пламени**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Iron ores — Determination of vanadium —*

*Part 2:*

*Flame atomic absorption spectrometric method*

ISO 9683-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0b233e1-ce31-42ea-86b5-4e9368f79f9b/iso-9683-2-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 9683-2:2009(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или посмотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

ISO 9683-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0b233e1-ce31-42ea-86b5-4e9368f79f9b/iso-9683-2-2009>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail copyright @ iso.org  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Принцип .....	1
3.1 Растворение .....	1
3.2 Определение .....	2
3.2.1 Экстрагирование (Только для метода 1) .....	2
3.2.2 Измерение (Методы 1 и 2) .....	2
4 Реактивы .....	2
5 Аппаратура .....	3
6 Отбор проб и пробы для анализа .....	4
6.1 Лабораторная проба .....	4
6.2 Подготовка предварительно высушенных проб .....	4
7 Проведение испытания .....	5
7.1 Количество определений .....	5
7.2 Меры предосторожности .....	5
7.3 Навеска (проба) для анализа .....	5
7.4 Холостой опыт и контрольное испытание .....	5
7.5 Метод определения 1 (массовая доля ванадия от 0,004 % до 0,06 %) .....	5
7.5.1 Разложение пробы .....	5
7.5.2 Растворение солей и обработка остатка .....	6
7.5.3 Экстракция ванадия .....	6
7.5.4 Настройка атомно-абсорбционного спектрометра .....	6
7.5.5 Атомно-абсорбционные измерения .....	7
7.6 Метод определения 2 (массовая доля ванадия от 0,06 % до 0,5 %) .....	7
7.6.1 Разложение пробы .....	7
7.6.2 Растворение солей и обработка остатка .....	7
8 Обработка результатов .....	7
8.1 Расчет массовой доли ванадия .....	7
8.2 Общие положения по интерпретации результатов .....	8
8.2.1 Повторяемость и воспроизводимость .....	8
8.2.2 Определение аналитического результата .....	9
8.2.3 Межлабораторная прецизионность (воспроизводимость) .....	9
8.2.4 Проверка правильности .....	9
8.2.5 Расчет конечного результата .....	10
8.3 Коэффициент пересчета на оксид ванадия .....	10
9 Протокол испытания .....	10
Приложение А (нормативное) Последовательность операций процедуры принятия аналитических значений для анализируемых проб .....	11
Приложение В (информативное) Вывод уравнений повторяемости и воспроизводимости .....	12
Приложение С (информативное) Показатели прецизионности, полученные во время международных аналитических исследований .....	13

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

ISO 9683-2 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 102, *Железная руда и железо прямого восстановления*, Подкомитетом SC 2, *Химический анализ*.

Настоящее первое издание отменяет и заменяет ISO 9684:1991.

ISO 9683 состоит из следующих частей под общим наименованием *Руды железные. Определение содержания ванадия*:

- *Часть 1. Спектрофотометрический метод ВРНА*
- *Часть 2. Атомно-абсорбционные методы с возбуждением в пламени*

Настоящая исправленная версия ISO 9683-2:2009 включает в себя следующую поправку: к настоящему Предисловию был добавлен новый шестой абзац.

# Руды железные. Определение содержания ванадия.

## Часть 2.

### Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Настоящая часть ISO 9683 может включать опасные материалы, операции и оборудование. Настоящая часть ISO 9683 не ставит целью описать все проблемы безопасности, связанные с ее использованием. Пользователь сам несет ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и охраны здоровья и определение применимости регламентных ограничений перед использованием положений настоящей части ISO 9683.

#### 1 Область применения

Настоящая часть ISO 9683 устанавливает два метода пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии для определения массовой доли ванадия в железных рудах.

Метод 1 применим к массовым долям ванадия от 0,004 % до 0,06 %, а метод 2 применим к массовым долям ванадия от 0,06 % до 0,5 % в природных железных рудах, железнорудных концентратах и агломератах, включая аглоспеки.

#### 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

ISO 648, *Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой*

ISO 1042, *Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой*

ISO 3082, *Руды железные. Процедуры отбора и подготовки образцов*

ISO 7764, *Руды железные. Подготовка предварительно высушенных проб для химического анализа*

#### 3 Принцип

##### 3.1 Растворение

Пробу образца подвергают разложению посредством вываривания в соляной кислотой в политетрафторэтиленовом (ПТФЭ) химическом стакане, добавляют фтористоводородную и азотную кислоты и полученный раствор выпаривают досуха. Добавляют соляную и борную кислоты и вновь раствор выпаривают досуха. Соли растворяют в соляной и азотной кислотах (Метод 1), или соляной кислоте (Метод 2), а раствор фильтруют. Остаток прокаливают и сплавляют с карбонатом натрия, охлажденный сплав растворяют в анализируемом растворе.

## 3.2 Определение

### 3.2.1 Экстрагирование (Только для метода 1)

Раствор окисляют раствором церия (IV), и добавляют фосфорную кислоту и раствор вольфрамата натрия. Комплексное соединение ванадия экстрагируют смесью 1-пентанола и 4-метил-2-пентанона в соотношении 1 + 1. Фазу растворителя обрабатывают водой и затем раствором аскорбиновой кислоты, чтобы вернуть ванадий в водную фазу.

### 3.2.2 Измерение (Методы 1 и 2)

В анализируемый раствор, разбавленный до требуемого объема, добавляют раствор алюминия. Полученный раствор распыляют в пламени оксид азота (I)/ацетилен атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют оптическую плотность при длине волны порядка 318,5 нм.

## 4 Реактивы

В процессе анализа используют только реактивы признанной аналитической чистоты и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1 Соляная кислота,  $\rho$  от 1,16 г/мл до 1,19 г/мл.

4.2 Соляная кислота,  $\rho$  от 1,16 г/мл до 1,19 г/мл, разбавленная в соотношении 1 + 1.

4.3 Фтористоводородная кислота,  $\rho$  1,13 г/мл, 40 % (по массе) или 1,19 г/мл, 48 % (по массе).

4.4 Азотная кислота,  $\rho$  1,4 г/мл.

4.5 Азотная кислота,  $\rho$  1,4 г/мл, разбавленная в соотношении 1 + 1. (Только для метода 1.)

4.6 Фосфорная кислота,  $\rho$  1,7 г/мл, разбавленная в соотношении 1 + 2. (Только для метода 1.)

4.7 Карбонат натрия ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), безводный порошок.

4.8 Борная кислота ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ).

4.9 Комплексный нитрат аммония и церия (IV)  $[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6]$ , раствор концентрацией 20 г/л. (Только для метода 1.)

Растворяют 2,0 г комплексного нитрата аммония и церия (IV) в смеси из 15 мл азотной кислоты (4.5) и 85 мл воды.

4.10 Вольфрамат натрия ( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), раствор 165 г/л. (Только для метода 1.)

Растворяют 16,5 г дигидрата вольфрамата натрия примерно в 70 мл воды, разбавляют до 100 мл и перемешивают.

4.11 Аскорбиновая кислота ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ), раствор 10 г/л. (Только для метода 1.)

Для каждой серии испытаний необходимо готовить свежий раствор.

4.12 1-Пентанол (*n*-амиловый спирт, 1-пентан-1-ол). (Только для метода 1.)

4.13 4-Метил-2-пентанон (метилизобутилкетон, МИБК=МИБК). (Только для метода 1.)

4.14 Смешанный растворитель. (Только для метода 1.)

Готовят смесь из 1-пентанола (4.12) и МИБК (4.13) в соотношении 1 + 1 по объему.

**4.15 Хлорид алюминия** ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), раствор 220 г/л.

Растворяют 220 г гексагидрата хлорида алюминия в воде, добавляют 50 мл соляной кислоты (4.1), разбавляют водой до 1 000 мл и перемешивают.

**4.16 Оксид железа**, высокой степени чистоты (содержащий менее 0,002 % ванадия).

**4.17 Фоновый раствор железа.** (Только для метода 2.)

Растворяют 90 г оксида железа высокой степени чистоты (4.16) в 750 мл соляной кислоты (4.1) при нагревании. Охлаждают и осторожно добавляют раствор 30 г углекислого натрия (4.7) в 200 мл воды. Доводят водой до окончательного объема 1 000 мл и перемешивают.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Допускается использование эквивалентного количества металлического железа (с аналогично низким содержанием ванадия) в сочетании с подходящим окислителем.

**4.18 Стандартный раствор ванадия**, 1 мг V/мл.

Высушивают монованадат аммония ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) в сушильном шкафу в течение 1 часа при температуре 100 °C и охлаждают до комнатной температуры. Растворяют 2,296 г сухого продукта в приблизительно 600 мл воды, помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл доводят до объема водой и перемешивают.

**4.19 Разбавленный стандартный раствор ванадия**, 0,2 мг V/мл. (Только для метода 1.)

Переливают 20,0 мл стандартного раствора ванадия (4.18) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл, доводят до объема водой и перемешивают.

**4.20 Градуировочные растворы ванадия.** (Только для метода 1.)

Помещают по 1,8 г оксида железа высокой степени чистоты (4.16) в каждый из пяти химических стаканов из ПТФЭ (5.1) вместимостью 100 мл. Продолжают в соответствии с 7.5.1, включая операцию из 7.5.2 растворения солей после выпаривания.

Переносят в химические стаканы 0 мл; 1,00 мл; 2,00 мл; 4,00 мл и 6,00 мл разбавленного стандартного раствора ванадия (4.19), соответственно. Пропускают шаги по обработке остатка и добавляют 10 мл азотной кислоты (4.5) и 25 мл воды. Выпаривают до объема 50 мл и продолжают как установлено в 7.5.3.

**4.21 Градуировочные растворы ванадия.** (Только для метода 2.)

Переносят в пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл соответственно 0 мл; 1,00 мл; 2,00 мл; 4,00 мл и 6,00 мл стандартного раствора ванадия (4.18). В каждую колбу добавляют 10 мл фонового раствора железа (4.17), 4,0 мл раствора хлорида алюминия (4.15) и 0,5 г борной кислоты (4.8). Доводят до объема водой и перемешивают.

## 5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, включая пипетки с одной меткой и мерные колбы с одной меткой, соответствующие техническим условиям ISO 648 и ISO 1042, соответственно, а также следующее.

**5.1 Политетрафторэтиленовые (ПТФЭ) химические стаканы**, вместимостью 100 мл, желательного низкие.

**5.2 Платиновые тигли**, минимальной вместимостью 20 мл.

**5.3 Муфельная печь.**

**5.4 Делительные воронки, 100 мл (желательно градуированные).**

**5.5 Атомно-абсорбционный спектрометр, с оксид азота (I)/ацетиленовой горелкой.**

Атомно- абсорбционный спектрометр, применяемый в настоящей методике, считается приемлемым, если удовлетворяет следующим критериям.

- a) **Минимальная чувствительность:** оптическая плотность самого концентрированного градуировочного раствора ванадия (4.21) составляет по меньшей мере 0,25 (см. Примечание 2).
- b) **Линейность графика:** угол наклона градуировочной кривой, охватывающей 20 % верхней части диапазона концентраций, (выражаемый как изменение оптической плотности) должен составлять не менее 0,7 от значения угла наклона 20 % нижней части диапазона концентраций, определенного таким же способом.
- c) **Минимальная стабильность:** стандартное отклонение оптической плотности самого концентрированного градуировочного раствора и стандартное отклонение оптической плотности нулевого градуировочного раствора, рассчитанные по достаточному количеству повторных измерений, должны составлять не более 1,5 % и 0,5 % соответственно от среднего значения оптической плотности самого концентрированного градуировочного раствора:

Для оценки критериев a), b) и c) и для всех последующих измерений рекомендуется применение ленточного самописца и/или цифрового считывающего устройства.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Параметры прибора:

Лампа с полым катодом для определения ванадия, мА	10
Длина волны, нм	318,5
Скорость потока оксида азота (I), л/мин	9,5
Скорость потока ацетилена, л/мин	3,8

В системах, где вышеуказанные значения для расхода газа не применяются, можно руководствоваться соотношением расхода газов (5:2).

Ширина щели должна быть достаточно узкой, чтобы отфильтровывать более сильно испускаемую, но более слабо поглощающую спектральную линию в 318,4 нм.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Для контроля параметров прибора (только при использовании метода 1) готовят градуировочный раствор самой высокой концентрации для метода 2 без фонового раствора железа.

## 6 Отбор проб и пробы для анализа

### 6.1 Лабораторная проба

Для анализа используют лабораторную пробу с размером частиц, проходящих через сито 100 мкм, которую отбирают и готовят в соответствии с ISO 3082. В случае руд со значительным содержанием химически связанной воды или окисляющихся соединений используют размер частиц, проходящих через сито 160 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ Руководство по пробам со значительным содержанием химически связанной воды или окисляющихся соединений включено в ISO 7764.

### 6.2 Подготовка предварительно высушенных проб

Тщательно перемешивают лабораторную пробу и с помощью отбора множественных точечных проб получают пробу для анализа, которая является репрезентативной для всего содержимого емкости.



Высушивают пробу для анализа при температуре  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , как установлено в ISO 7764. (Это и будет предварительно высушенная проба.)

## 7 Проведение испытания

### 7.1 Количество определений

Проводят не менее двух параллельных анализов в соответствии с Приложением А, независимо, на одной предварительно высушенной пробе.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Выражение «независимо» означает, что предшествующий(е) результат(ы) не влияют на второй и любой последующий результат. Для настоящего конкретного аналитического метода данное условие подразумевает, что повторение процедуры осуществляется либо одним и тем же оператором, но в другое время, либо другим оператором, включая в обоих случаях необходимую повторную градуировку..

### 7.2 Меры предосторожности

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Во избежание риска возможного взрыва следует соблюдать инструкции производителя по зажиганию и гашению пламени оксид азота (I)/ацетилен. При работе с пламенем следует пользоваться затемненными защитными очками.

### 7.3 Навеска (проба) для анализа

Отбирают несколько точечных проб, берут навеску с точностью до 0,000 5 г, приблизительно 2 г (Метод 1) или 1 г (Метод 2) предварительно высушенной пробы, полученной в соответствии с 6.2.

Во избежание повторного поглощения влаги пробу следует отбирать и взвешивать быстро.

### 7.4 Холостой опыт и контрольное испытание

В каждом прогоне параллельно с анализом проб(ы) руды при тех же условиях следует выполнять один холостой опыт и один анализ аттестованного стандартного образца руды такого же типа. Предварительно высушенную навеску аттестованного стандартного образца следует готовить как установлено в 6.2.

Аттестованный стандартный образец должен быть такого же типа, как и подлежащая анализу проба, а характеристики обоих материалов должны быть достаточно схожими, чтобы в обоих случаях не было необходимости вносить значительные изменения в методику анализа.

При одновременном анализе нескольких проб значение для холостой пробы может быть представлено по одному испытанию, при условии, что методика будет одинаковой, а используемые реактивы взяты из одних и тех же бутылей для реактивов.

При одновременном проведении анализа на нескольких пробах руды одного и того же типа можно использовать аналитическое значение одного аттестованного стандартного образца.

### 7.5 Метод определения 1 (массовая доля ванадия от 0,004 % до 0,06 %)

#### 7.5.1 Разложение пробы

Помещают пробу (7.3) в химический стакан из ПТФЭ вместимостью 100 мл (5.1) и добавляют 25 мл соляной кислоты (4.1). Закрывают и перемешивают, а затем вываривают при температуре кипения в течение 1 часа. Добавляют 0,25 мл азотной кислоты (4.4), смешивают и вываривают еще 10 мин. Добавляют 10 мл фтористоводородной кислоты (4.3) и выпаривают досуха. Добавляют 10 мл соляной кислоты (4.1) и 0,5 г борной кислоты (4.8), и повторяют выпаривание досуха.

### 7.5.2 Растворение солей и обработка остатка

В химический стакан из ПТФЭ добавляют 2 мл соляной кислоты (4.2), 4 мл азотной кислоты (4.5) и 10 мл воды. Для растворения солей потребуется палочка для перемешивания и нагревание. Фильтруют раствор через фильтр из плотной бумаги в низкий химический стакан с меткой на 50 мл, добавив при нагревании в исходный химический стакан еще 10 мл азотной кислоты (4.5) и 25 мл воды для ополаскивания химического стакана и переливания остатка на фильтровальную бумагу. Остаток промывают водой.

Помещают остаток в платиновый тигель (5.2), сушат, озоляют и прокаливают остаток при температуре от 600 °С до 700 °С, затем сплавляют с 0,3 г карбоната натрия (4.7) на горелке или в течение 30 мин в муфельной печи (5.3) при температуре 1 000 °С. С помощью палочки для перемешивания переносят охлажденный тигель в основной раствор и выщелачивают сплав в процессе выпаривания раствора. Извлекают и ополаскивают тигель сразу же после завершения выщелачивания и продолжают выпаривание до объема в 50 мл.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Щелок из расплавленного остатка в основном растворе может разъесть тигель, если выпаривание случайно затягивается.

### 7.5.3 Экстракция ванадия

Добавляют 1 мл раствора комплексного нитрата аммония и церия (IV) (4.9) в раствор, приготовленный в 7.5.2 и перемешивают. Закрывают, нагревают до начала кипения, затем убирают с нагревательного прибора и добавляют 5 мл фосфорной кислоты (4.6) и 2,5 мл раствора вольфрамата натрия (4.10). Снимают крышку и нагревают, поддерживая слабое кипение в течение 10 мин.

Охлаждают, переливают в 100 мл делительную воронку (5.4) при минимальном промывании, и оставляют химический стакан для последующего использования. Добавляют 20 мл смешанного растворителя (4.14), встряхивают в течение 40 с и выдерживают в течение 1 мин. Нижнюю водную фазу сливают, добавляют в делительную воронку 20 мл воды и встряхивают ее в течение 30 с. Дают фазам разделиться в течение 1 мин и сливают нижнюю водную фазу в химический стакан объемом 150 мл, с меткой на уровне 20 мл. Добавляют в делительную воронку еще 20 мл воды, встряхивают ее в течение 30 с и смешивают полученную водную фазу с первой водной фазой. Добавляют в делительную воронку, содержащую фазу растворителя, 10 мл раствора аскорбиновой кислоты (4.11) и встряхивают ее в течение 30 с. Дают фазам разделиться и сливают нижнюю водную фазу в раствор в химическом стакане. Повторяют экстрагирование ванадия со второй порцией в 10 мл раствора аскорбиновой кислоты и сливают водную фазу в химический стакан.

Разделение фаз должно происходить без образования эмульсии. Если эмульсия все-таки образуется, то добавляют 0,1 мл азотной кислоты (4.5) и встряхивают в течение 15 с.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Обычно фаза растворителя должна быть бесцветной, что показывает, что ванадий был эффективно удален. Однако, в случае руд, содержащих органическое вещество, может сохраниться остаточный цвет, не имеющий отношения к ванадию. Обычно этому не придают значения, но если цвет считается чрезмерным, то это можно предотвратить посредством предварительного прокаливания пробы в кварцевом или фарфоровом тигле в течение 30 мин при 700 °С перед растворением.

К химически связанной воде и растворам экстракции аскорбиновой кислоты добавляют 1 мл раствора хлорида алюминия (4.15) и выпаривают до 20 мл. Охлаждают, помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 25 мл, доводят до объема водой и перемешивают.

### 7.5.4 Настройка атомно-абсорбционного спектрометра

Для получения минимальной оптической плотности устанавливают длину волны ванадия (318,5 нм) и, следуя инструкциям изготовителя, устанавливают подходящую горелку и зажигают пламя. Через 10 мин предварительного нагрева горелки распыляют градуировочный раствор с самым высоким содержанием ванадия (4.21, Метод 2) и, следуя инструкциям изготовителя относительно минимальной скорости потока ацетилена, регулируют расход газов и высоту горелки, чтобы получить максимальную оптическую плотность.

Распыляют воду и градуировочный раствор в пламя, чтобы установить, что считывание оптической плотности не смещается. Устанавливают показание для воды на нулевую оптическую плотность и оценивают критерии по 5.5.

### 7.5.5 Атомно-абсорбционные измерения

Распыляют градуировочные растворы и анализируемые растворы в порядке возрастания концентрации, начиная с раствора холостой пробы и нулевого градуировочного раствора.

Между снятиями показаний распыляют воду, при необходимости устанавливая прибор на ноль, и записывают показания при достижении стабильных откликов. Измерения повторяют как минимум два раза.

Рассчитывают среднюю оптическую плотность градуировочного и анализируемого растворов. Корректируют значения оптической плотности, полученные для градуировочных растворов посредством вычитания оптической плотности нулевого градуировочного раствора и строят градуировочную кривую, нанося результирующие значения оптической плотности против микрограммов ванадия на миллилитр. Если график является, в основном, линейным, то из оптической плотности, полученной для анализируемого раствора, вычитают оптическую плотность, полученную для холостой пробы и, с помощью графика по результирующей оптической плотности получают микрограммы ванадия на миллилитр.

Если кривизна на полученном графике приближается к пределу, установленному в 5.5 b), то график строят повторно с использованием нескорректированных значений для всех растворов и устанавливают концентрацию нулевого градуировочного раствора по отрезку кривой на отрицательной стороне оси концентраций. Прибавляют данное значение к номинальным значениям концентрации градуировочных растворов и перестраивают кривую так, чтобы она проходила через начало координат. По кривой определяют концентрацию ванадия в микрограммах на миллилитр растворов холостой пробы и анализируемых растворов соответственно, и корректируют концентрацию анализируемого раствора по концентрации холостой пробы.

## 7.6 Метод определения 2 (массовая доля ванадия от 0,06 % до 0,5 %)

### 7.6.1 Разложение пробы

Разложение пробы производят, как установлено в 7.5.1.

### 7.6.2 Растворение солей и обработка остатка

В химический стакан из ПТФЭ добавляют 10 мл соляной кислоты (4.2), помещают туда палочку для перемешивания и нагревают, чтобы растворить соли. Добавляют 20 мл воды и при необходимости продолжают нагревать в течение нескольких минут до полного растворения солей. Фильтруют через фильтр из плотной бумаги в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл и промывают остаток водой. Переносят остаток в платиновый тигель (5.2), высушивают, озоляют и прокаливают остаток, затем сплавляют на горелке или в течение 30 минут в муфельной печи (5.3) при 1 000 °С с 0,3 г карбоната натрия (4.7). Полученный сплав охлаждают и обрабатывают в накрытом тигле с 5 мл воды и 5 мл соляной кислоты (4.2). Нагревают до растворения расплавленных солей и смешивают с основным раствором для анализа. Охлаждают, добавляют 4 мл раствора хлорида алюминия (4.15), доводят до объема водой и перемешивают.

Продолжают определение содержания ванадия как установлено в 7.5.4 и 7.5.5.

## 8 Обработка результатов

### 8.1 Расчет массовой доли ванадия

Массовую долю ванадия,  $w_V$ , выраженную в процентах, рассчитывают по Уравнениям (1) или (2):

Для метода 1: