УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения ванадия

Titanium alloys.
Methods for the determination of vanadium

ГОСТ 19863.2—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,1 до 6,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 6,0%) методы определения ванадия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и борофтористоводородной кислот, окислении ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием и титровании его раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соли Мора) с фенилантраниловой кислотой в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³, растворы 1 : 1 и 1 : 5.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³, раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводород-

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

ной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор 10 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,1 моль/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая по ТУ 6-09-3501, раствор 2 г/дм³: 0,2 г углекислого натрия помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании в 50 см³ воды, добавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и доливают водой до 100 см³.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 29,42 или 5,88 г перекристаллизованного двухромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 500 см³ воды, доливают водой до метки и перемешивают.

Для перекристаллизации 100 г двухромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 150 см³ воды и растворяют при нагревании. Раствор при энергичном перемешивании выливают тонкой струей в фарфоровую чашку, которая охлаждается ледяной водой. Выпавшие кристаллы отфильтровывают отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, высушивают 2—3 ч при температуре (102±2)°С, измельчают и окончательно высушивают при температуре (200±5)°С в течение 10—12 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 39,5 или 7,9 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 800 см³ и растворяют в 500 см³ воды, приливают 100 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую), T выраженную в г/см³ ванадия (T), вычисляют по формуле

$$T=0{,}005095\cdot K, \qquad (1)$$

где 0,005095 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в г/см³ ванадия;

K — соотношение между растворами двухромовокислого калия и соли Мора.

Устанавливают соотношение K между растворами двухромовокислого калия и соли Мора: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ переносят по 10 см³ раствора двухромовокислого калия 0,1 или 0,02 моль/дм³, разбавляют до 100 см³ водой, приливают по 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 5, перемешивают, добавляют 5—6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют соответст-

вующим раствором соли Мора до изменения окраски раствора из сине-фиолетовой в зеленую.

$$\text{Соотношение} \quad K = \frac{V_1}{V_2}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, используемый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают перед его применением.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 60 см³ раствора серной кислоты 1 : 5, 2 см³ борофтористоводородной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	Масса навески пробы, г
От 0,1 до 1,0 включ.	1
Св. 1,0 » 3,0 »	0,5
» 3,0 » 6,0 »	0,25

В раствор добавляют по каплям раствор азотной кислоты до исчезновения фиолетовой окраски, 2—3 капли в избыток и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 100 см³ воды и по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой бледно-розовой окраски. Затем медленно, по каплям добавляют раствор щавелевой кислоты до обесцвечивания.

Раствор титруют раствором соли Мора 0,02 моль/дм³ при массовой доле ванадия менее 0,5% или раствором 0,1 моль/дм³ при массовой доле ванадия более 0,5% с 5—6 каплями индикатора — фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора из сине-фиолетовой в зеленую.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T \cdot V_3 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где T — установленная массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ ванадия;

V_3 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см³;

m — масса пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,1 до 0,30 включ.	0,01	0,01
Св. 0,30 » 0,75 »	0,02	0,03
» 0,75 » 1,50 »	0,05	0,06
» 1,50 » 3,00 »	0,08	0,10
» 3,00 » 6,00 »	0,15	0,20

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции ванадия при длине волны 318,5 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для ванадия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм³: 4 г губчатого титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 160 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят

в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм³: 1 г губчатого титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют шестнадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Стандартный раствор ванадия: 2,2962 г ванадиевокислого аммония помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ воды, 100 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1 и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г ванадия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы добавляют десять капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, 10 см³ борофтористоводородной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля ванадия, %	Масса навески пробы, г
От 0,1 до 2,0 включ.	0,5
Св. 2,0 » 6,0 »	0,2

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

3.3.3.1. При массовой доле ванадия от 0,1 до 0,5%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0;

2,5 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г ванадия.

3.3.3.2. При массовой доле ванадия от 0,5 до 2,0%.

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора титана А, в четыре из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г ванадия.

3.3.3.3. При массовой доле ванадия свыше 2,0 до 6,0 %.

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 20 см³ раствора титана Б, в четыре из них отмеряют 3,0; 6,0; 9,0; 12,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,003; 0,006, 0,009; 0,012 г ванадия.

3.3.3.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, 3.3.3.3, добавляют по 5 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, по 10 см³ борофтористоводородной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетиленазакись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию ванадия при длине волны 318,5 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям ванадия строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация ванадия, г/см³».

Массовую концентрацию ванадия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (4)$$

где C_1 — массовая концентрация ванадия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация ванадия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождение результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,100 до 0,300 включ.	0,015	0,020
Св. 0,30 » 0,60 »	0,03	0,05
» 0,60 » 1,50 »	0,05	0,10
» 1,50 » 3,00 »	0,10	0,13
» 3,00 » 6,00 »	0,13	0,20

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин**, канд. техн. наук; **Г. И. Фридман**, канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **А. И. Королева**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19863.2—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4220—75	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9336—75	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 20490—75	2.2
ГОСТ 22180—76	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-3501—74	2.2

gost.e-ecolog.ru