УДК 669.292.3:546.76.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Методы определения хрома и ванадия

Vanadium base alloys and alloying elements. Methods for determination of chromium and vanadium

ГОСТ 26473.10—85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 752 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения хрома (от 5 до 10% и от 30 до 40%) и титриметрический метод последовательного определения ванадия (30—40%) и хрома (от 5 до 10% и от 30 до 40%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50
Кремний	1
Железо	5
Марганец	2,5
Молибден	25

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА

Метод основан на окислении хрома до шестивалентного состояния надсернокислым аммонием в присутствии катализатора

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

(азотнокислого серебра) и на последующем титровании избытка соли Мора, введенного для восстановления шестивалентного хрома, раствором марганцовокислого калия.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 500 см³.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 500 см³.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 500 см³.

Пипетки вместимостью 50 см³ без делений.

Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот готовят следующим образом: к 320 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, приливают 80 см³ ортофосфорной кислоты, доводят до 1 дм³ водой, перемешивают.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор концентрацией 250 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор концентрацией 50 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрацией 1 г/дм³.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435—77.

Калий марганцовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм³ (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Калий двухромовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм³ (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрацией 0,1 моль/дм³: 39,5 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 500 см³, растворяют в 400 см³ воды, содержащей 10 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки водой.

N-фенилантраниловая кислота, раствор концентрацией 1 г/дм³: 0,1 г углекислого натрия растворяют при нагревании в 50 см³ воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты и доводят объем до 100 см³ водой.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

2.1.1. Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и двухромовокислого калия (K_1): в коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят из бюретки 10 см³ раствора двухромовокислого калия, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавлен-

ной 1:5, пять капель раствора соли фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски в зеленую.

Соотношение (K_1) объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия вычисляют по формуле:

$$K_1 = \frac{V_1}{V_2},$$

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

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

Соотношение (K_1) устанавливают перед применением соли Мора.

2.1.2. Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия (K_2): в коническую колбу вместимостью 500 см³ приливают 200 см³ воды, 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:5, вводят из бюретки 15 см³ раствора соли Мора и титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

Соотношение (K_2) объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³.

Соотношение (K_2) устанавливают перед проведением определения хрома.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Растворение навески анализируемой пробы и подготовку раствора для определения хрома проводят, как описано в ГОСТ 26473.4—85.

2.2.2. *Проведение определения*

В коническую колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 50 см³ «основного раствора» (см. ГОСТ 26473.4—85), содержащего 0,01—0,04 г хрома, приливают 20 см³ смеси кислот, 150 см³ воды и нагревают до кипения. К раствору добавляют 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 60—80 см³ раствора надсернокислого аммония, кипятят 1—2 мин, добавляют несколько кристаллов сернокислого марганца и кипятят раствор до полного окисления хрома (до появления розовой окраски марганцовой кислоты) и до полного разложения избытка надсернокислого аммония (прекращение выделения мелких пузырьков).

Затем приливают 6—10 см³ раствора хлористого натрия и кипятят до перехода малиновой окраски раствора в желтую.

Раствор охлаждают до 15—17°С, приливают 15 см³ раствора соли Мора и титруют избыток соли Мора раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю хрома (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0{,}001733 \cdot K_1 \cdot (V_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot V_3 \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где V_1 — объем раствора соли Мора, добавленный к анализируемому раствору, см³;

V_2 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см³;

K_1 — соотношение объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия;

K_2 — соотношение объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия;

0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ хрома;

V_3 — вместимость мерной колбы, см³;

V_4 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Допускаемое расхождение, %
5	0,5
10	0,6
30	1,0
40	1,2

2.3.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплавов и лигатур.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ И ХРОМА

Метод основан на последовательном титровании ванадия (V) и ванадия с хромом раствором соли Мора в сернокислой среде.

Ванадий окисляют до пятивалентного состояния марганцовокислым калием. Для окисления ванадия и хрома в высшее валент-

ное состояние применяют надсернокислый аммоний в присутствии катализатора (азотнокислого серебра).

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 400 и 500 см³.

Колбы конические вместимостью 250 и 500 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 см³ и 1 дм³.

Пипетки вместимостью 10 см³ без делений.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 500 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 3.

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, раствор концентрацией 10 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрацией 2,5 г/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор концентрацией 50 г/ дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрацией 150 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий двухромовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм³ (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Соль закиси железа и аммония, двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрацией 0,1 моль/дм³: 39,5 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 500 см³, растворяют в 400 см³ воды, содержащей 10 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки водой.

Калий двухромовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм³ (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

N-фенилантраниловая кислота, раствор концентрацией 1 г/дм³: 0,1 г углекислого натрия растворяют при нагревании в 50 см³ воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты и доводят объем до 100 см³ водой.

3.1.1. Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и двухромовокислого калия (K_1) по п. 2.1.1.

3.2. Подготовка к анализу

Навеску анализируемой пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 120 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 3, нагревают до кипения и в горячий раствор приливают 20—25 см³ концентрированной азотной кислоты. Если проба растворяется плохо, то добавляют еще 15—20 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения пробы, упаривают до 50—70 см³, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой (основной раствор).

3.3. Проведение определения

3.3.1. Определение ванадия: в коническую колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 10 см³ основного раствора (п. 3.2), приливают 15—20 см³ концентрированной серной кислоты, упаривают дважды до выделения паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до 100 см³, охлаждают в холодной воде до 15—20°С и приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски. Через 10—15 мин избыток марганцовокислого калия разрушают раствором щавелевой кислоты, приливая ее по каплям до исчезновения розовой окраски и 1—2 капли в избыток. Приливают 5 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 5—7 капель раствора соли фенилантраниловой кислоты и титруют ванадий раствором соли Мора до перехода окраски из красно-фиолетовой в зеленую (V_1) (раствор сохраняют для определения хрома).

3.3.2. Определение хрома: раствор после определения в нем ванадия (п. 3.3.1) разбавляют водой до 250 см³, нагревают до 50—70°С, приливают 10 см³ раствора азотнокислого серебра, 50 см³ раствора надсернокислого аммония, приливая постепенно небольшими порциями, нагревают до появления розовой окраски марганцовой кислоты и кипятят до прекращения выделения пузырьков кислорода. Стенки колбы обмывают водой и снова кипятят в течение 2—3 мин. Затем приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и нагревают до исчезновения малиновой окраски. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 5 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 5—7 капель раствора соли фенилантраниловой кислоты, 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, выдерживают 2—3 мин, периодически взбалтывая, и титруют ванадий и хром раствором соли Мора до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в зеленую (V_2).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю ванадия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0{,}005095 \cdot K \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

где V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

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

K — соотношение объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия;

V_2 — вместимость мерной колбы, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

3.4.2. Массовую долю хрома (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0{,}001733 \cdot K \cdot V_3 \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование суммы ванадия и хрома, см³;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см³;

0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ хрома;

K — соотношение объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия;

V_3 — объем мерной колбы, см³;

V_4 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

3.4.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля, %		Допускаемое расхождение, %
Ванадий	30	0,9
	40	1,2
Хром	5	0,7
	10	0,8
	30	1,3
	40	1,6

Изменение № 1 ГОСТ 26473.10—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Методы определения ванадия и хрома

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677

Дата введения 01.01.92

Пункт 2.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2»;

(Продолжение см. с. 40)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.10—85)

таблица 2. Графа «Массовая доля хрома, %». Заменить значения: 5 на 5,0; 10 на 10,0; 30 на 30,0; 40 на 40,0.

Пункт 3.1. Предпоследний абзац исключить.

Пункт 3.1.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 3»;

gost.e-ecolog.ru

таблица 3. Графа «Массовая доля, %». Заменить значения: для ванадия — 30 на 30,0; 40 на 40,0; для хрома — 5 на 5,0; 10 на 10,0; 30 на 30,0; 40 на 40,0.

(ИУС № 8 1991 г.)