УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения циркония

Alloys and foundry alloys of rare metals. Methods for determination of zirconium

ГОСТ 25278.10-82

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает следующие методы определения циркония:

фотометрический:

от 0,2 до 5% — для сплавов (лигатур) на основе ниобия (компоненты: алюминия не более 20%, ванадия не более 0,5%, вольфрама не более 25%, молибдена не более 25%, углерода не более 0,2%);

от 0,5 до 5% — для сплавов (лигатур) на основе ванадия (компоненты: ниобия не более 40%, иттрия не более 30%);

спектральный (от 0,3 до 3%) — для сплавов на основе ниобия и ванадия;

комплексонометрический:

от 1 до 5% для сплавов (лигатур) на основе ванадия, не содержащих ниобия;

от 80 до 90% — для бинарных сплавов цирконий-алюминий;

от 5 до 30% — для сплавов на основе ниобия, не содержащих алюминия;

от 1 до 30% — для сплавов на основе ниобия, содержащих алюминий, и для сплавов на основе ванадия, содержащих ниобий.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония с ксиленоловым оранжевым в сернокислом 0,2 моль/дм³ растворе. Гидролиз ниобия (основы сплава) предотвращают введением перекиси водорода. Поглощение комплексов ниобия, вольфрама и молибдена с ксиленоловым оранжевым учитывают, измеряя суммарное поглощение комплексов ниобия, вольфрама, молибдена и циркония по отношению к другой равной аликвотной части пробы, в которую добавлен трилон Б, маскирующий только цирконий.

Определению не мешают до 2 мг алюминия, до 7 мг иттрия, до 10 мг молибдена, до 3 мг вольфрама и до 50 мкг ванадия в фотометрируемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 200 см³.

Пипетки без деления на 1, 2, 5 и 10 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Стаканы химические вместимостью 100 см³.

Стекла часовые.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:5 и раствор 0,5 моль/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см³.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония (запасной), содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,1 г металлического циркония помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—3 г пиросульфата калия и сплав-

ляют в муфеле при 800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 6 см³ серной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор циркония (рабочий), содержащий 10 мкг/см³ циркония, готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора серной кислотой 0,5 моль/дм³ 100 раз.

2.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы сплава на основе ниобия массой 0,1 г в зависимости от содержания углерода растворяют одним из описанных ниже способов.

2.2.1. *При массовой доле углерода не более 0,03%*

Навеску анализируемой пробы растворяют при нагревании в жаростойком стакане, накрытым стеклом, в 3,5 см³ концентрированной серной кислоты с добавлением 1 г сернокислого аммония. После полного разложения пробы плав охлаждают, приливают 0,3 см³ перекиси водорода, около 30 см³ воды, нагревают до полного растворения плава; полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

2.2.2. *При массовой доле углерода более 0,03%*

Навеску анализируемой пробы помещают в кварцевый тигель, добавляют 4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфельной печи при температуре 800—900°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 6 см³ серной кислоты (1:1), содержащей 0,3 см³ перекиси водорода.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки водой (кислотность раствора 0,5 моль/дм³ по серной кислоте). При ожидаемом содержании циркония более 1% полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 10 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки серной кислотой 0,5 моль/дм³ (необходимо учесть второе разбавление при вычислении массовой доли циркония в п. 2.3).

Для определения циркония в две мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают равные аликвотные части раствора, содержащие 15—35 мкг циркония, разбавляют до 20 см³ серной кислотой 0,5 моль/дм³. В одну из колб вводят 0,2 см³ раствора трилона Б, перемешивают. Затем в обе колбы приливают по 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, доводят до метки водой и перемешивают. Через 20 мин (окрашенные растворы устойчивы не более 40 мин с момента прибавления реактивов) измеряют оптическую плотность раствора, не содержащего трилона Б, относительно раствора с трилоном Б на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=536$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Массу циркония находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из микробюретки от 1,0 до 4,0 см³ рабочего раствора циркония с интервалом 0,5 см³. Во все колбы приливают до 20 см³ серной кислоты 0,5 моль/дм³, по 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят до метки водой и перемешивают. В одну из колб приливают все реактивы, за исключением циркония (нулевой раствор). Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при λ_{max}=536 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности - - масса циркония. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

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

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

V — вместимость мерной колбы, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
0,20	0,05
0,5	0,1
1,0	0,2
5,0	0,6

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония с ксиленоловым оранжевым в сернокислом 0,2 моль/дм³ растворе.

Определению не мешают до 10 мг иттрия и до 5 мг ванадия при содержании циркония в фотометрируемом объеме не менее 25 мкг.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 200 см³.

Пипетки без деления на 1, 2, 5 и 10 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Цилиндр мерный вместимостью 50 см³.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:5 и раствор 0,5 моль/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см³.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония (запасной), содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,1 г металлического циркония помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—3 г пиросульфата калия и сплавляют в муфеле при 800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 6 см³ серной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор циркония (рабочий), содержащий 10 мкг/см³ циркония, готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора серной кислотой 0,5 моль/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г в виде мелкой стружки помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия и сплавляют в муфеле при температуре 900°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 36 см³ серной кислоты (1:5), раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой.

Для определения циркония в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора, содержащую 25—

35 мкг циркония, разбавляют до 20 см³ серной кислотой 0,5 моль/дм³, приливают 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, доводят до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max}=536 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору.

Массу циркония находят по градуировочному графику, построенному по п. 2.2.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю циркония (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

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

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятой для определения, см³;

V — вместимость мерной колбы, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
0,5	0,1
1,0	0,2
5,0	0,6

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ, СОДЕРЖАЩИХ НИОБИЙ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения с ксиленоловым оранжевым в сернокислом 0,2 моль/дм³ растворе. Гидролиз ниобия предотвращают введением сернокислого аммония. Поглощение комплекса ниобия с ксиленоловым оранжевым учитывают, измеряя суммарное поглощение комплек-

сов ниобия и циркония с ксиленоловым оранжевым по отношению к другой равной аликвотной части пробы, в которую добавлен трилон Б, маскирующий только цирконий. Определению не мешают до 10 мг ниобия и до 5 мг ванадия при содержании циркония в фотометрируемом объеме не менее 25 мкг циркония.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 200 см³.

Пипетки без деления на 1, 2, 5 и 10 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Цилиндр мерный вместимостью 50 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, и разбавленная 1:1, 1:5 и раствор 0,5 моль/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 1 мг/см³.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде порошка или мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония (запасной), содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,1 г металлического циркония помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—3 г пиросульфата калия и сплавляют в муфеле при 800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 6 см³ серной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор циркония (рабочий), содержащий 10 мкг/см³ циркония, готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора серной кислотой 0,5 моль/дм³ в 100 раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г в виде мелкой стружки помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия и сплавляют в муфеле при температуре 900°С

до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 36 см³ серной кислоты (1:5), содержащей 5 г сернокислого аммония, раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят водой до метки.

Для определения циркония в две мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают равные аликвотные части раствора, содержащие 25—35 мкг циркония, разбавляют до 20 см³ серной кислотой 0,5 моль/дм³. В одну из колб вводят 0,2 см³ раствора трилона Б и перемешивают. Затем в обе колбы приливают по 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, доводят до метки водой и перемешивают. Через 20 мин (окрашенные растворы устойчивы не более 30 мин с момента прибавления реактивов) измеряют оптическую плотность раствора, не содержащего трилона Б, относительно раствора с трилоном Б на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 536 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм.

Массу циркония находят по градуировочному графику, построенному по п. 2.2.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю циркония (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

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

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
0,5	0,1
1,0	0,2
5,0	0,6

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ И ВАНАДИЯ

Метод основан на зависимости интенсивности спектральных линий циркония от его массовой доли в анализируемом образце при возбуждении спектра в конденсированном искровом разряде.

5.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом) или аналогичный ему прибор.

Генератор искровой ИГ-3 или аналогичный генератор.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру 800—900°С.

Микрофотометр МФ-2 или аналогичный ему прибор.

Спектропроектор типа ПС-18 или аналогичного типа.

Тигли кварцевые или чашки платиновые.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичного типа.

Приспособление для заточки графитовых электродов.

Ступка и пестик агатовые.

Электроды графитовые В-3, диаметром 6 мм со сферическим углублением на торце (радиус сферы — 5 мм, глубина — 1 мм) и заточенные на выпуклую полусферу радиусом 5 мм.

Вазелин.

Мерник — пластина толщиной 4 мм с просверленным отверстием диаметром 5 мм.

Пластинка из стекла размером 9×12 для смешивания пробы с вазелином.

Пластинки фотографические спектральные 9×12 тип 2 чув. 15 ед. или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Ванадия пятиокись, содержащая цирконий на уровне $\leqslant 0{,}05\%$.

Ниобия пятиокись, содержащая цирконий на уровне $\leqslant 0{,}05\%$.

Циркония двуокись.

Отраслевой стандартный образец состава сплава 5 ВМЦ ОСО № 1—78.

Комплект отраслевых стандартных образцов состава сплава ниобий-цирконий (комплект 2) ОСО 48—4 (12—17)—87.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—84.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Фиксаж: 300 г серноватистокислого натрия, 20 г хлористого аммония по ГОСТ 3773—72 растворяют соответственно в 700 и

200 см³ воды, сливают полученные растворы вместе и доводят общий объем водой до 1 дм³.

Секундомер.

Вата для протирания шпателя, ступки, лодочки весов.

Калька для изготовления пакетов.

Шпатель для взятия навесок.

Скальпель для нарезки кальки.

Пинцет для установки электродов в держатели штатива перед съемкой.

Лампа инфракрасная ИКЗ-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или регулятором аналогичного типа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Подготовка к анализу

5.2.1. *Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего 6% циркония*

1,3442 г пятиокиси ниобия или 1,6780 г пятиокиси ванадия смешивают в агатовой ступке под слоем спирта (50 см³) в течение 1,5—2 ч с 0,0810 г двуокиси циркония. (Перед взятием навесок оксиды прокаливают при температуре 400°С до постоянной массы).

Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.2. *Приготовление образцов сравнения (ОС)*

Образцы сравнения готовят последовательным разбавлением основного образца сравнения, а затем каждого последующего образца пятиокисью ниобия или ванадия.

Массовая доля циркония (в процентах в расчете на содержание металла в сплаве) и масса вводимых в смесь навесок указаны в табл. 4.

Таблица 4

Обозначение образца сравнения	Массовая доля циркония, %	Масса навесок, г	
		пятиокиси ниобия или ванадия	разбавляемого образца сравнения
ОС1	3,0	1,0000	1,0000 (ООС)
ОС2	1,5	1,0000	1,0000 (ОС1)
ОС3	0,5	1,3333	0,6667 (ОС2)
ОС4	0,25	1,0000	1,0000 (ОС3)

Смеси перетирают в ступке под слоем спирта (50 см³) в течение 1,5—2 ч и высушивают под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения на основе пятиокиси ванадия помещают в кварцевые тигли или платиновые чашки, ставят в муфельную печь при температуре 850°С и выдерживают 1—1,5 ч. Тигель (чашку) с расплавом, взятую из муфельной печи, охлаждают на воздухе, смочив расплав 10 см³ спирта. Слегка деформируя стенки чашки (при использовании платиновой чашки), извлекают расплав и тщательно растирают его с 10 см³ спирта в агатовой ступке. Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках или пакетах.

При анализе ниобиевых сплавов вместо образцов сравнения допускается использовать отраслевые стандартные образцы состава ниобий-цирконий (комплект 2).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в кварцевый тигель или платиновую чашку и прокаливают в муфеле до постоянной массы при 850°С. Оксиды извлекают из тигля или платиновой чашки, как указано в п. 5.2.2 и тщательно растирают. Взвешивают на торсионных весах 40 мг подготовленного образца и смешивают его с вазелином, взятым с помощью мерника, на стеклянной пластинке с помощью шпателя. Полученную смесь наносят шпателем на три электрода со сферическим углублением на торце. Электрод с пробой устанавливают в нижний держатель штатива. В верхний держатель устанавливают угольный электрод, заточенный на выпуклую полусферу. Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра около 320 нм оказался в середине спектрограммы. Промежуточную диафрагму на конденсоре подбирают таким образом, чтобы обеспечить нормальные почернения аналитических линий. Между электродами зажигают искру.

Схема включения генератора ИГ-3	— сложная.
Сила тока в первичной цепи трансформатора	— 3 А.
Напряжение в первичной цепи трансформатора	— 220 В.
Емкость	— 0,1 мкФ.
Индуктивность	— 0,15 мГн.
Вспомогательный промежуток	— 2,5 мм.
Аналитический промежуток	— 3,5 мм.
Экспозиция	— 15 с.

Если чувствительность фотопластинки не обеспечивает получения нормальных почернений аналитических линий, то на одно

место фотопластинки фотографируют спектры от двух пар электродов. Те же операции выполняют с образцами сравнения, спектры которых фотографируют на ту же фотопластинку. Спектр каждого анализируемого образца (или образца сравнения) фотографируют три раза. На той же фотопластинке, в случае анализа ниобиевых сплавов, фотографируют шесть спектров окисленного отраслевого стандартного образца состава сплава 5 ВМЦ.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Обработка результатов

5.4.1. В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии циркония ($S_{ан}$) и линии сравнения ($S_{ср}$) (табл. 5) и вычисляют разности почернений $\Delta S = S_{ан} - S_{ср}$.

По трем значениям ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение ($\overline{\Delta S}$).

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочные графики в координатах $\lg C - \overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в образце сравнения.

Таблица 5

Аналитическая линия определяемого элемента		Аналитическая линия элемента сравнения	
Элемент	Длина волны, нм	Элемент	Длина волны, нм
Цирконий	327,30	Ниобий	327,35
Цирконий	316,60	Ниобий	319,04
Цирконий	327,30	Ванадий	326,59
Цирконий	330,63	Ванадий	330,85
Цирконий	313,87	Ванадий	313,80

(Измененная редакция, Изм. № 1).

В случае анализа ниобиевых сплавов находят среднее арифметическое значение ($\overline{\Delta S_{ст}}$) для стандартного образца сплава 5 ВМЦ, находят в системе координат $\lg C - \overline{\Delta S}$ положение точки $\lg 0{,}8S \cdot \frac{[Nb]}{92}$; $\overline{\Delta S_{ст}}$, где [Nb] — концентрация ниобия в анализируемом сплаве; 0,85 — содержание циркония в стандартном образце, 92 — массовая доля ниобия в стандартном образце и через эту точку проводят график параллельно графику, построенному по образцам сравнения (коэффициент $\frac{[Nb]}{92}$ учитывает изменение концентрации ниобия в анализируемом сплаве относительно содержания ниобия в стандартном образце). Массовую долю цирко-

ния находят по результатам фотометрирования спектров при помощи градуировочного графика.

5.4.2. Расхождения между результатами трех параллельных определений (разность большего и меньшего) и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 6.

Таблица 6

Анализируемый сплав	Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения между параллельными определениями, %	Допускаемые расхождения между анализами, %
На основе ниобия	0,30	0,05	0,06
	1,0	0,2	0,2
	3,0	0,4	0,5
На основе ванадия	0,30	0,09	0,1
	1,0	0,3	0,3
	3,0	0,9	1,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

6. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В ВАНАДИЕВЫХ СПЛАВАХ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ НИОБИЯ

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании циркония в сернокислом 0,2 моль/дм³ растворе индикатором ксиленоловым оранжевым. Ванадий (IV) и иттрий определению не мешают.

6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см³.

Пипетки без деления на 10 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Бюретки вместимостью 10 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и раствор 0,5 моль/дм³.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 1 мг/см³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—72, раствор

0,01 моль/дм³; готовят точным разбавлением водой раствора трилона Б концентрацией 0,05 моль/дм³ следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой. 200 см³ полученного раствора переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки водой.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония, содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,2 г металлического циркония помещают в кварцевый тигель, добавляют 4—5 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 800—900°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 12 см³ серной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Устанавливают концентрацию раствора трилона Б по цирконию: в коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят пипеткой 10 см³ стандартного раствора циркония, приливают 40 см³ серной кислоты 0,5 моль/дм³ и кипятят 5 мин. Приливают 80 см³ воды и снова доводят раствор до кипения. Приливают 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого и титруют цирконий в горячем растворе раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в лимонно-желтую.

Концентрацию раствора трилона Б (c) по цирконию в г/см³ вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески циркония, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия и сплавляют в муфеле при температуре 800—900°С до получения однородного плава. По охлаждении плав растворяют в 50 см³ горячей серной кислоты 0,5 моль/дм³ и кипятят раствор в течение 5 мин. Добавляют 5 г солянокислого гидроксиламина, 80 см³ воды и снова нагревают до кипения. Приливают 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого и титруют цирконий в горячем растворе раствором трилона Б до перехода окраски из фиолетовой в зеленую (с момента изменения фиолетовой окраски в серо-зеленую

титрование следует проводить медленно, добавляя трилон Б по каплям при интенсивном перемешивании).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. Обработка результатов

6.3.1. Массовую долю циркония (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot c \cdot 100}{m},$$

где c — концентрация раствора трилона Б по цирконию, г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 7.

Таблица 7

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,1
2,0	0,2
5,0	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В БИНАРНЫХ СПЛАВАХ ЦИРКОНИЙ—АЛЮМИНИЙ

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании циркония в сернокислом 0,5 моль/дм³ растворе в присутствии сернокислого аммония с индикатором ксиленоловым оранжевым. Алюминий определению не мешает.

7.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78 и раствор 20 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор

0,05 моль/дм³, готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Ксиленоловый оранжевый, индикаторная смесь: 0,2 г ксиленолового оранжевого растирают в ступке с 20 г азотнокислого калия.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония, содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,5 г металлического циркония помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 15 см³ концентрированной серной кислоты, покрыв колбу часовым стеклом и постоянно перемешивая. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой, перемешивают.

Устанавливают концентрацию раствора трилона Б по цирконию: в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 50 см³ стандартного раствора циркония, приливают 50 см³ 0,5 М серной кислоты, добавляют 2 г сернокислого аммония. Раствор нагревают и кипятят 3 мин. В горячий раствор добавляют около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют цирконий раствором трилона Б до перехода ярко-малиновой окраски в желтую.

Концентрацию раствора трилона Б (c) по цирконию в г/см³ вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески циркония, г;

V — объем трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 2,5 см³ серной кислоты при постоянном перемешивании. По растворении сплава раствор охлаждают, приливают 100 см³ раствора сернокислого аммония, снова нагревают до кипения и кипятят в течение 3 мин. В горячий раствор добавляют около 0,1 г индикаторной смеси ксиленолового оранжевого и титруют цирконий раствором трилона Б до перехода ярко-малиновой окраски в желтую. (Раствор может быть использован для последующего комплексонометрического титрования алюминия по ГОСТ 25278.1—82).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3. Обработка результатов

7.3.1. Массовую долю циркония (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot c \cdot 100}{m},$$

где c — концентрация раствора трилона Б по цирконию, г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 8.

Таблица 8

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
80,0	1,1
85,0	1,2
90,0	1,3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ АЛЮМИНИЯ

Метод основан на обратном титровании избытка раствора трилона Б, добавленного для связывания циркония, раствором хлористого цинка при pH=5,5 с индикатором ксиленоловым оранжевым. Ниобий и вольфрам маскируют винной кислотой; комплексонат молибдена разрушают перекисью водорода.

8.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см³.

Пипетки без деления на 10 см³.

Пипетки с делениями на 5 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см³.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 250 см³.
Чашка фарфоровая вместимостью 200 см³.
Стекла часовые.
Бумага индикаторная конго.
Бумага индикаторная универсальная.
Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.
Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 150 г/дм³.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 250 г/дм³.
Уротропин по ГОСТ 1381—73.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор 1 моль/дм³: 5,6 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют до 100 см³ водой.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Ксиленоловый оранжевый, водный раствор 1 мг/см³.
Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,025 моль/дм³; готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.
Цинк уксуснокислый по ГОСТ 5823—78, раствор 0,05 моль/дм³.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:5.
Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.

Цинк хлористый, раствор 0,05 моль/дм³ 1,6345 г металлического цинка помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в соляной кислоте (1:5). Раствор переводят в фарфоровую чашку, выпаривают до небольшого объема на водяной бане. Добавление воды и выпаривание повторяют несколько раз. Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят водой до метки.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония, содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,5 г металлического циркония помещают в кварцевый тигель, добавляют 10—12 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при 700—800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 30 см³ серной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и раствором соли цинка (хлористого или уксуснокислого); в коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают из бюретки 10 см³ раствора трилона Б, добавляют 90 см³ воды, 5 см³ уксусной кислоты, 1 г уротропина, 0,5 см³ раствора ксиленолового оранжевого

и титруют раствором соли цинка до перехода желто-оранжевой окраски в фиолетово-красную.

Соотношение (K) объемов растворов трилона Б и соли цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см³.

Устанавливают концентрацию раствора трилона Б по цирконию: в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 10 см³ стандартного раствора циркония, 2 см³ раствора винной кислоты, разбавляют водой до 100 см³, нейтрализуют раствором аммиака сначала по бумаге конго до перехода окраски бумаги из синей в сиреневую, а затем по универсальной индикаторной бумаге до pH 4,0. Приливают 5 см³ раствора уксусной кислоты, добавляют 1 г уротропина, приливают из бюретки точно 10 см³ раствора трилона Б. Раствор нагревают и кипятят 5 мин. По охлаждении добавляют 0,5 см³ раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором хлористого цинка до перехода желто-оранжевой окраски в красно-фиолетовую, сохраняющуюся в течение 20—30 с.

Концентрацию раствора трилона Б (c) по цирконию в г/см³ вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2 \cdot K)},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, добавленный к анализируемому раствору, см³;

V_2 — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — соотношение объемов растворов трилона Б и хлористого цинка;

m — масса навески циркония, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 4 см³ винной кислоты (большее количество мешает титрованию циркония). Раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 100 см³ (метка на стенке колбы) и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия сначала по индикаторной бумаге конго до перехода окраски бумаги из синей в сире-

невую, а затем по универсальной индикаторной бумаге до pH=4,0. Приливают 5 см³ раствора уксусной кислоты, добавляют 1 г уротропина, приливают из бюретки точно отмеренный объем раствора трилона Б, в количестве, превышающем эквивалентное по цирконию на 2—3 см³. Раствор нагревают и кипятят 5 мин. По охлаждении добавляют 1 см³ перекиси водорода (если в пробе есть молибден) и оставляют стоять 3—5 мин для количественного разрушения комплексоната молибдена, затем приливают 0,5 см³ раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором хлористого цинка до перехода желто-оранжевой окраски в красно-фиолетовую, сохраняющуюся в течение 20—30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.3. Обработка результатов

8.3.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot (V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 100}{m},$$

где c — концентрация раствора трилона Б по цирконию, г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, добавленный к анализируемому раствору, см³;

V_2 — объем раствора хлористого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — соотношение объемов растворов трилона Б и хлористого цинка;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 9.

Таблица 9

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
5,0	0,3
10,0	0,5
15,0	0,8
20,0	1,0
25,0	1,3
30,0	1,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ, СОДЕРЖАЩИХ АЛЮМИНИЙ, И В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ, СОДЕРЖАЩИХ НИОБИЙ

Метод основан на отделении циркония от алюминия, ванадия, молибдена и вольфрама щелочным сплавлением, растворении гидроокиси циркония в серной кислоте 0,5 моль/дм³ и прямом комплексонометрическом титровании циркония в сернокислом 0,2 моль/дм³ растворе с индикатором ксиленоловым оранжевым.

9.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Тигли никелевые.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 200 и 1000 см³.

Пипетки без деления на 10 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Бюретки вместимостью 10 или 25 см³.

Воронки конические.

Фильтр «синяя лента».

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 и раствор 30 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, растворы 0,5 и 0,025 моль/дм³.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4171—76.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 1 мг/см³.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′ — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 0,025 моль/дм³; готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде при нагревании (если раствор мутный, его фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают и доводят до метки водой.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Цирконий металлический, содержащий не менее 99,9% циркония, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор циркония, содержащий 1 мг/см³ циркония: 0,2 г металлического циркония помещают в кварцевый тигель, добавляют 4—5 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 800—900°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 12 см³ серной кислоты (1:1), пере-

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

Устанавливают концентрацию раствора трилона Б по цирконию: в коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят пипеткой 10 см³ стандартного раствора циркония, приливают 40 см³ серной кислоты 0,5 моль/дм³ и кипятят 5 мин, приливают 80 см³ воды, добавляют 1,5 г сернокислого натрия и снова доводят раствор до кипения. Приливают 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого и титруют цирконий в горячем растворе раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую.

Концентрацию раствора трилона Б (c) по цирконию в г/см³ вычисляют по формуле

$$c = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески циркония, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г (при массовой доле циркония 1—5%) помещают в никелевый тигель, добавляют 2—5 г гидроокиси натрия, нагревают на теплой плитке до расплавления гидроокиси натрия, затем помещают тигель в муфель, нагретый до 400°С, постепенно повышают температуру до 700—800°С и выдерживают при этой температуре 10—15 мин до получения однородного плава. Плав выщелачивают 70—80 см³ воды при нагревании. Раствор с осадком фильтруют через плотный бумажный фильтр «синяя лента», осадок на фильтре промывают 2—3 раза раствором гидроокиси натрия. Фильтрат и промывные воды сохраняют для определения алюминия (ГОСТ 25278.1—82).

Осадок вместе с фильтром помещают в стакан вместимостью 100 см³ и обрабатывают при нагревании 40 см³ серной кислоты 0,5 моль/дм³ в течение 10—15 мин (до растворения темного осадка гидроокиси никеля). Раствор с осадком фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», промывают осадок на фильтре 20 см³ серной кислоты 0,025 моль/дм³ и 4 раза порциями по 5 см³ серной кислоты 0,025 моль/дм³ (серная кислота при промывании осадка добавляется в строго определенном количестве). Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 1,5 г сернокислого натрия, раствор нагревают и кипятят 10 мин, затем добавляют 80 см³ воды и вновь доводят раствор до кипения. Приливают 1 см³ раствора ксилено-

лового оранжевого и титруют цирконий в горячем растворе раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.3. Обработка результатов

9.3.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot c \cdot 100}{m},$$

где c — концентрация раствора трилона Б по цирконию, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 10.

Таблица 10

Массовая доля циркония, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,2
5,0	0,5
10,0	0,8
15,0	1,1
20,0	1,4
25,0	1,7
30,0	2,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120

3. **Срок проверки — 1993 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61 - 75	8.1
ГОСТ 989—75	8.1
ГОСТ 1381—73	8.1
ГОСТ 3118—77	8.1
ГОСТ 3769—78	2.1, 3.1, 7.1
ГОСТ 3773 72	5.1
ГОСТ 4171—76	9.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1, 4.1, 6.1, 7.1, 8.1, 9.1
ГОСТ 4217—77	7.1
ГОСТ 4328—77	8.1, 9.1
ГОСТ 5456—79	6.1
ГОСТ 5817—77	8.1
ГОСТ 5823—78	8.1
ГОСТ 7172—76	1.1
ГОСТ 10652—73	1.1
ГОСТ 10929—76	1.1
ГОСТ 18300—87	5.1
ГОСТ 25278.1—82	7.2
ГОСТ 26473.0—85	1.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.93** Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).**

Изменение № 2 ГОСТ 25278.10—82 Сплавы и лигатуры редких металлов. Методы определения циркония

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2753

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт

(Продолжение см. с. 32)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Пункт 5.1. Девятнадцатый абзац изложить в новой редакции:

«Отраслевой стандартный образец состава сплава 5 ВМЦ ОСО 48—4—1—90(1—78)».

Пункт 8.1. Двадцать восьмой абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 989—75.

(ИУС № 6 1998 г.)

gost.e-ecolog.ru