ГОСТ 12351—81

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

Издание официальное

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15-194 : 546.881.06 : 006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения ванадия

Steels alloyed and highalloyed.
Methods for the determination of vanadium

ГОСТ 12351—81*

Взамен
ГОСТ 12351—66
в части разд. 2—4

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 7 апреля 1981 г. № 1865 дата введения установлена 01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт устанавливает титриметрические методы определения ванадия в легированных и высоколегированных сталях (при массовых долях ванадия от 0,005 до 6,0 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 964—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473—90.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАНАДИЯ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ 0,01—0,2 %) МЕТОДОМ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ванадия (IV) марганцовокислым калием в сернокислой среде и амперометрическом титровании ванадия (V) раствором аммония-железа (II) сернокислого. Влияние хрома, мешающего определению ванадия, устраняют связыванием хрома (III) в комплекс с уксуснокислым натрием, соосаждением ванадия на гидроксиде железа (III) после окисления хрома (III) до хромата в аммиачной среде, отгонкой хрома в виде хлористого хромила.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Любые установки, пригодные для амперометрического титрования ванадия, обеспечивающие заданные метрологические характеристики точности определения.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и ГОСТ 11125—84.

Кислота хлорная, 57 %-ная.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148—78, свежеприготовленный раствор: 2 г сернокислого железа (II) растворяют в воде, прибавляют 5 $см^3$ серной кислоты и разбавляют раствор водой до объема 100 $см^3$.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, растворы с массовой концентрацией 25 $г/дм^3$ и с молярной концентрацией эквивалента 0,05 $моль/дм^3$.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, свежеприготовленные растворы с массовой концентрацией 20 и 2 $г/дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1 : 4, 1 : 9 и 1 : 20.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

* *Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1985 г. (ИУС 4—86)*

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Мочевина по ГОСТ 6691—77, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

Ванадия пятиокись, особо чистая.

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А: 1,7852 г пятиокиси ванадия растворяют в 60 см^3 серной кислоты (1 : 9), прибавляют 5 см^3 азотной кислоты; раствор кипятят до удаления окислов азота и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения прибавляют 100 см^3 воды и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки серной кислотой (1 : 9) и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,001 г ванадия.

Раствор Б: 100 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки серной кислотой (1 : 9) и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора Б содержит 0,0001 г ванадия.

Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3: 4 г соли Мора растворяют в 400 см^3 воды, прибавляют 50 см^3 серной кислоты и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Хром по ГОСТ 5905—79, 1 г металлического хрома помещают в стакан или колбу вместимостью 250—300 см^3, растворяют при нагревании в 30 см^3 соляной кислоты и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,01 г хрома.

Массовую концентрацию раствора соли Мора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3 устанавливают по стандартному раствору ванадия: 2—5 см^3 стандартного раствора ванадия А помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 серной кислоты (1 : 4), 10 см^3 раствора сернокислого железа, разбавляют водой до объема 150 см^3 и охлаждают до температуры 20 °С. К раствору прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия (25 г/дм^3) до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1—2 мин, затем раствор азотистокислого натрия (20 г/дм^3) до исчезновения розовой окраски и немедленно 10 см^3 раствора мочевины.

Полученный раствор через 3 мин титруют раствором соли Мора, устанавливая конечную точку титрования амперометрическим или потенциометрическим методом в присутствии 10 см^3 фосфорной кислоты, или визуально с добавлением 5—6 капель фенилантраниловой кислоты, как указано в разд. 3.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (T), выраженную в г/см^3 ванадия, вычисляют по формуле

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

где m — массовая доля ванадия, соответствующая аликвотной части стандартного раствора ванадия, взятой для титрования, г;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см^3.

Допускается установка массовой концентрации раствора соли Мора по калию двухромовокислому.

Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,002 моль/дм^3: 200 см^3 раствора соли Мора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3 помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки серной кислотой (1 : 20) и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора с молярной концентрацией 0,002 моль/дм^3 устанавливают по стандартному раствору ванадия. Для этого 5—10 см^3 стандартного раствора ванадия Б помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 серной кислоты (1 : 4), 10 см^3 раствора сернокислого железа (II), воды до 100 см^3 и охлаждают до температуры 20 °С. К раствору при постоянном перемешивании прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 до появления розовой окраски, не исчезающей в течение

1—2 мин, раствор азотистокислого натрия (2 г/дм^3) до исчезновения розовой окраски и немедленно 10 см^3 раствора мочевины. Полученный раствор через 3 мин титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,002 моль/дм^3, устанавливая конечную точку титрования амперометрическим методом. Если сталь с массовой долей хрома более 3 % и по ходу анализа требуется его удаление в виде хлористого хромила, массовые концентрации растворов соли Мора с молярными концентрациями 0,01 и 0,002 моль/дм^3 устанавливают: в стакан вместимостью 250 см^3 помещают необходимое количество стандартного раствора ванадия и добавляют туда раствор трехвалентного хрома в количествах, соответствующих содержанию хрома в анализируемых пробах, добавляют 20—30 см^3 соляной кислоты и 40—50 см^3 хлорной кислоты и проводят через весь ход анализа, как указано в п. 2.3.1.

2.3. Проведение анализа

Навеску стали 1 г — при массовой доле ванадия от 0,01 до 0,1 % или 0,5 г — при массовой доле ванадия свыше 0,1 до 0,2 % помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют одним из указанных ниже способов в зависимости от химического состава стали.

При массовой доле хрома менее 3 % и отсутствии вольфрама навеску стали растворяют в 20—30 см^3 соляной кислоты и 10—15 см^3 азотной кислоты при нагревании. Затем приливают 50 см^3 серной кислоты (1 : 4), раствор нагревают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Стенки стакана обмывают водой и раствор снова нагревают до выделения паров серной кислоты, охлаждают, прибавляют 40—50 см^3 воды и растворяют соли при нагревании.

Раствор переносят в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до объема 100 см^3, добавляют 2—5 см^3 раствора сернокислого железа (II) и охлаждают.

При массовой доле хрома более 3 % и отсутствии вольфрама навеску растворяют в 20—30 см^3 соляной кислоты при нагревании, затем приливают 10—15 см^3 азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески.

При наличии в стали вольфрама навеску растворяют в присутствии 5 см^3 ортофосфорной кислоты, как указано выше, в зависимости от массовой доли хрома.

При массовой доле хрома менее 7 % анализ продолжают по п. 2.3.3.

При массовой доле хрома более 7 % хром отделяют по пп. 2.3.1 или 2.3.2 и продолжают анализ по п. 2.3.3.

2.3.1. *Отделение хрома отгонкой в виде хлористого хромила*

В раствор приливают 40—50 см^3 хлорной кислоты и нагревают до окисления хрома. Продолжая нагревать раствор, периодически добавляют в него соляную кислоту по 3—5 капель до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила.

После отгонки хлористого хромила раствор нагревают до выделения густых паров хлорной кислоты и охлаждают. Стенки стакана смывают водой и снова раствор нагревают до выделения густых паров хлорной кислоты, которым дают выделяться 2—3 мин. Раствор охлаждают, приливают 50 см^3 серной кислоты (1 : 4), растворяют соли при нагревании и раствор охлаждают. Затем добавляют 10—15 см^3 раствора сернокислого железа (II) и переносят содержимое в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляя водой до объема 100 см^3, охлаждают.

2.1—2.3, 2.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.2. *Соосаждение ванадия на гидроксиде железа после окисления хрома (III) до хромата в аммиачной среде*

К раствору, полученному одним из способов, указанных в п. 2.3, добавляют 40—50 см^3 раствора надсернокислого аммония, приливают аммиак до выпадения осадка гидроксидов железа и 15—20 см^3 в избыток. Нагревают раствор с осадком до кипения и оставляют в теплом месте плиты до коагуляции осадка.

Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности, фильтрат отбрасывают. Промывают осадок на фильтре 5—6 раз горячей водой с добавлением 3—5 см^3 раствора аммиака на каждый дм^3 воды до тех пор, пока фильтрат не станет бесцветным.

Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 2—3 раза порциями по 10—15 см^3 горячей соляной кислотой (1 : 1) и 2—3 раза горячей водой. К полученному раствору добавляют 50 см^3 серной кислоты (1 : 4), упаривают раствор до паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки стакана водой и вновь упаривают до паров серной кислоты. Полученные соли охлаждают и растворяют в 50—70 см^3 воды. Прибавляют 1—2 см^3 раствора сернокислого железа (II).

2.3.3. При массовой доле хрома в стали более 3 % к раствору, полученному любым из вышеописанных способов, прибавляют 10 см^3 раствора уксуснокислого натрия. Раствор охлаждают до 10—20 °С и выдерживают в течение 1 ч.

К раствору, имеющему температуру не выше 20 °С, прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3 до появления розовой окраски и через 1 мин раствор азотистокислого натрия (2 г/дм^3) до исчезновения розовой окраски и немедленно 10 см^3 раствора мочевины.

Через 3 мин в раствор погружают выбранную пару электродов, устанавливают необходимое напряжение, включают микроамперметр, магнитную мешалку и титруют амперометрически раствором соли Мора с молярной концентрацией эквивалента 0,002 моль/дм^3, прибавляя его небольшими порциями из микробюретки и отмечая показания прибора после каждого добавления титранта. По полученным данным строят кривую титрования в координатах: величина силы тока — объем титранта и находят конечную точку титрования по месту пересечения прямолинейных участков обеих ветвей кривой.

Массовую долю ванадия рассчитывают по п. 4.1.

2.3.2, 2.3.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2а. Определение ванадия методом кулонометрического титрования (при массовой доле от 0,005 до 0,25 %)

2а.1. Сущность метода

Метод кулонометрического титрования ванадия основан на взаимодействии ванадия (V) с электрохимически генерированными ионами железа (II). Конечную точку титрования устанавливают амперометрическими с двумя поляризованными платиновыми электродами. Влияние вольфрама и хрома устраняют связыванием их в комплексе с фосфорной кислотой и уксуснокислым натрием соответственно или отделением от ванадия.

2а.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Потенциостат, работающий в режиме заданного тока.

Установка для амперометрического титрования с двумя поляризованными индикаторными электродами.

Рабочий генераторный электрод — вольфрамовый с площадью видимой поверхности 1,0—2,0 см^2; вспомогательный — платиновый, площадью 0,5—1,0 см^2.

Индикаторная система: два одинаковых платиновых электрода с площадью 1 см^2, с источником напряжения, обеспечивающим подачу напряжения на электроды не менее 100 мВ.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021—90, ТУ 25—1894.003—90.

Вольфрам металлический для генераторного электрода (чистота не менее 99 %).

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—4387—77, раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3: 240 г железоаммонийных квасцов растворяют в 500 см^3 воды, осторожно приливают 100 см^3 серной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм^3, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр средней плотности.

Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с концентрацией 12 г/дм^3: 12 г соли Мора растворяют в 400—500 см^3 воды, осторожно приливают 50 см^3 серной кислоты, охлаждают, доливают водой до 1 дм^3, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр средней плотности.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Остальные реактивы и растворы по пп. 2.2 и 3.2.

2а.3. Проведение анализа

Навеску стали согласно табл. 1а растворяют по п. 2.3 в зависимости от химического состава стали. При массовой доле хрома в стали свыше 5 % его отделяют по пп. 2.3.1 или 2.3.2.

Таблица 1а

Массовая доля ванадия, %	Масса навески стали, г	Сила генераторного тока, мА
От 0,005 до 0,02	1—0,5	0,5—1
Св. 0,02 » 0,05	0,5—0,25	1—2,5
» 0,05 » 0,25	0,25—0,1	2,5—5

К раствору, полученному любым из указанных способов в п. 2.3, приливают 1—2 $см^3$ раствора соли Мора.

Для сталей, легированных хромом, к полученному раствору приливают 10 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия и выдерживают в течение 1 ч.

Стакан с анализируемым раствором устанавливают на мешалку, включают перемешивание, прибавляют 10 $см^3$ раствора железоаммонийных квасцов, по каплям приливают раствор марганцовокислого калия (25 $г/дм^3$) до устойчивой в течение 1 мин розовой окраски раствора. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия (20 $г/дм^3$) до полного исчезновения розовой окраски и немедленно 1—2 г мочевины.

В стакан опускают генераторный и индикаторные электроды, накладывают на индикаторные электроды напряжение поляризации 50—100 мВ. В другой стакан, заполненный серной кислотой с молярной концентрацией эквивалента 0,1 $моль/дм^3$, опускают вспомогательный платиновый электрод и замыкают цепь солевым мостиком, заполненным серной кислотой той же концентрации.

Отмечают начальное положение индикатора измерительного прибора, включенного в систему индикации конечной точки титрования. Одновременно включают генераторный ток и секундомер. Электролиз ведут до тех пор, пока индикатор измерительного прибора не начнет отклоняться от первоначального положения. Выключают генераторный ток, одновременно останавливая секундомер, записывают показания индикаторного тока и времени, включают генераторный ток в секундомер 4—5 раз на 3—10 с, каждый раз записывая показания.

Строят график зависимости индикаторного тока от времени и находят время, соответствующее конечной точке титрования, по месту пересечения прямолинейных участков обеих ветвей кривой.

Массовую долю ванадия рассчитывают по п. 4.1.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАНАДИЯ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ 0,05—6,0 %) МЕТОДАМИ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО, ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ИЛИ ВИЗУАЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ванадия (IV) марганцовокислым калием в кислой среде и титровании ванадия (V) раствором аммония-железа (II) сернокислого. Конечную точку титрования определяют амперометрически, потенциометрически или визуально.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Любые установки, пригодные для потенциометрического или амперометрического титрования ванадия, обеспечивающие заданные метрологические характеристики точности определения ванадия.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий углекислый безводный, по ГОСТ 83—79, раствор с массовой концентрацией 2 $г/дм^3$.

Кислота фенилантраниловая, раствор с массовой концентрацией 2 $г/дм^3$: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 $см^3$ горячего раствора углекислого натрия.

Остальные реактивы и растворы по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

Навеску стали, в зависимости от массовой доли ванадия (табл. 1), помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и растворяют одним из нижеуказанных способов в зависимости от химического состава стали.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	Масса навески стали, г
От 0,05 до 0,5	1
Св. 0,5 » 1,0	0,5
» 1,0 » 2,0	0,25
» 2,0 » 6,0	0,1

При массовой доле хрома менее 3,0 % и отсутствии вольфрама к навеске приливают 50 $см^3$ раствора серной кислоты (1 : 4) и нагревают до растворения. К кипящему раствору осторожно

небольшими порциями прибавляют надсернокислый аммоний до получения прозрачного раствора. Раствор кипятят 5—10 мин для разрушения остатка надсернокислого аммония, приливают 5—10 $см^3$ раствора сернокислого железа (II), затем добавляют воду до объема 100 $см^3$ и раствор охлаждают. При массовой доле хрома менее 3 % и отсутствии вольфрама пробы, нерастворимые в серной кислоте, растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты и 20 $см^3$ азотной кислоты. Затем добавляют 15 $см^3$ серной кислоты и раствор выпаривают до выделения паров серной кислоты. Если при этом остается карбидный остаток, то к горячему раствору прибавляют осторожно, по каплям, азотную кислоту и выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, охлаждают, смывают стенки стакана водой и раствор вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. Соли растворяют в воде, добавляют воду до объема 100 $см^3$. При анализе сталей, содержащих большое количество карбидов, нерастворимый остаток фильтруют на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, собирая фильтрат в стакан вместимостью 400 $см^3$. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при 900—950 °С и охлаждают. Осадок в тигле смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 2—3 капли серной кислоты и 3—4 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля осторожно выпаривают досуха и прокаливают при 550—600 °С. Остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$ и сплав выщелачивают при нагревании в 30—40 $см^3$ воды. Полученный раствор присоединяют к основному фильтрату. К охлажденному раствору добавляют 5—10 $см^3$ раствора сернокислого железа (II). При анализе сталей, содержащих более 3 % хрома и не содержащих вольфрама, к навеске приливают 20—30 $см^3$ соляной кислоты, раствор нагревают, прибавляют 10—15 $см^3$ азотной кислоты и продолжают нагревать до растворения навески.

При массовой доле вольфрама более 3 % пробы растворяют соответствующим способом в зависимости от содержания хрома с добавлением 10 $см^3$ фосфорной кислоты при потенциометрическом и визуальном титровании и 5 $см^3$ при амперометрическом титровании.

Допускаются другие способы растворения навесок, обеспечивающие полное разложение пробы и не требующие внесения изменений в дальнейшие стадии анализа.

При массовой доле хрома более 7 % отделяют хром от ванадия, как указано в пп. 2.3.1 или 2.3.2.

Раствор, полученный одним из вышеуказанных способов, переносят в стакан для титрования, прибавляют воду до 150 $см^3$ и охлаждают до 20 °С.

При массовой доле хрома в стали более 3 % к раствору прибавляют 10 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия и выдерживают 1 ч.

К раствору, при постоянном перемешивании, прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия (25 $г/дм^3$) до устойчивой розовой окраски. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия (20 $г/дм^3$) при интенсивном перемешивании раствора до полного исчезновения розовой окраски и немедленно прибавляют 10 $см^3$ мочевины. Раствор перемешивают и через 3 мин титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией эквивалента 0,01 $моль/дм^3$, устанавливая конечную точку титрования потенциометрическим (в присутствии 10 $см^3$ фосфорной кислоты) или амперометрическим методом на соответствующей установке.

При визуальном определении конечной точки титрования к раствору, подготовленному для титрования, прибавляют 5—6 капель раствора фенилантраниловой кислоты и титруют его раствором соли Мора до перехода вишневой окраски раствора в желто-зеленую.

Массовую долю ванадия рассчитывают по п. 4.1.

3.1—3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ванадия (X) в процентах вычисляют по формулам при объемном амперометрическом, потенциометрическом или визуальном титровании

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

где V — объем раствора соли Мора, соответствующий конечной точке титрования $см^3$,

T — массовая концентрация соли Мора, выраженная в $г/см^3$ ванадия,

m — масса навески стали, г;

при кулонометрическом титровании

$$X = \frac{K \cdot I \cdot t \cdot 100}{m},$$

где $K = \frac{1}{F} \cdot \frac{A}{n} = 0{,}0005280$,

F — число Фарадея ($F = 96500$ Кл),

A — атомная масса ванадия ($A = 50{,}95$ г),

n — число электронов, участвующих в восстановлении ванадия ($n = 1$),

I — сила генераторного тока, А,

t — время, соответствующее конечной точке титрования, с,

m — масса навески пробы, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений для доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,004
Св. 0,01 » 0,025	0,008
» 0,025 » 0,05	0,01
» 0,05 » 0,10	0,02
» 0,10 » 0,25	0,03
» 0,25 » 0,50	0,04
» 0,50 » 1,00	0,06
» 1,00 » 2,50	0,10
» 2,50 » 6,00	0,15

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.04.99. Подписано в печать 11.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,87.
Тираж 170 экз. С 2790. Зак. 379.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru