УДК 669.292.3:546.621/.831.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

## Метод определения циркония и алюминия

Vanadium base alloys and alloying elements. Method for determination of zirconium and aluminium

**ГОСТ 26473.11–85**

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 комплексонометрический метод определения циркония (от 5 до 25%) и алюминия (от 5 до 30%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

| Сопутствующий компонент | Массовая доля, %, не более |
|---|---|
| Железо | 0,5 |
| Кремний | 0,5 |
| Ниобий | 25 |
| Углерод | 0,5 |

Метод основан на отделении циркония и алюминия от ванадия и ниобия осаждением аммиаком в присутствии перекиси водорода, последовательном определении циркония и алюминия в одном растворе путем прямого комплексонометрического титрования циркония в солянокислом растворе с индикатором ксиленоловым оранжевым и обратного титрования избытка трилона Б, добавленного для связывания алюминия, раствором соли цинка при pH 5,5 с индикатором ксиленоловым оранжевым.

**здание официальное** **Перепечатка воспрещена**

★



gost.e-ecolog.ru

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1100°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Чашки кварцевые.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 200, 250 и 500 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 1 дм³.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см³ без делений.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» или «желтая лента».

Воронки стеклянные конические.

Тигли фарфоровые.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Бюретки вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25, 100 и 1000 см³.

Бумага индикаторная «конго».

Бумага индикаторная универсальная.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 5 и 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1 : 1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, растворы концентрацией 100 и 20 г/дм³.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

Промывной раствор: к 1000 см³ раствора хлористого аммония концентрацией 20 г/дм³, добавляют 2—3 см³ перекиси водорода и 2 см³ аммиака.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Ксиленоловый оранжевый, раствор концентрацией 1 г/дм³.

Циркония хлорокись.

Стандартный раствор циркония, содержащий около 5 мг/см³ циркония: 17,65 г хлорокиси циркония помещают в стакан вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ воды, 300 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до полного растворения навески Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Точную массовую концентрацию циркония устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в стакан вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 20 см³ стандартного раствора циркония, добавляют 100 см³ воды, нагревают до 50—80°С и осаждают гидроокись циркония раствором аммиака. Осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», промывают горячей водой, содержащей 10 см³ аммиака на 500 см³ воды. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, подсушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин при 1000—1100°С, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Массовую концентрацию ($C_1$) стандартного раствора циркония, выраженную в мг/см³, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 0{,}7403}{20},$$

где $m$ — масса осадка двуокиси циркония, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий.

Трилон Б (соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрацией 0,05 моль/дм³: 18,61 г трилона Б растворяют в воде при нагревании до 70—80°С, раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки водой.

Трилон Б (соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрацией 0,025 моль/дм³: 9,3 г трилона Б растворяют в воде при нагревании до 70—80°С, раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Уротропин технический по ГОСТ 1381—73.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

Цинк хлористый, раствор концентрацией 0,05 моль/дм³: 3,2690 г металлического цинка помещают в стакан вместимостью 200 см³, смачивают 20—30 см³ воды и приливают небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до полного растворения цинка и упаривают до влажных солей. Соли растворяют при нагревании в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

2.1. Установка массовой концентрации (0,025 моль/дм³) раствора трилона Б по цирконию

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора циркония, добавляют 30 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 60 см³ воды, нагревают до 60—70°С, добавляют 2—3 капли раствора ксиленолового оран-

жевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в желтую. Раствор нагревают до кипения, добавляют еще 1 каплю раствора ксиленолового оранжевого и при появлении малиновой окраски раствора прибавляют еще по каплям раствор трилона Б до перехода окраски в желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ($C_2$), выраженную в г/см³ циркония, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{10 \cdot C_1}{V},$$

где $C_1$ — массовая концентрация стандартного раствора циркония, выраженная в г/см³ циркония;

10 — объем стандартного раствора циркония, взятый для титрования, см³;

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

2.2. Установка соотношения между растворами трилона Б (0,05 моль/дм³) и хлористого цинка: в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 20 см³ раствора хлористого цинка, приливают 80 см³ воды, нейтрализуют аммиаком до pH 3,5—4,0 по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 1,5—2 г уротропина, 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую.

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

$$K = \frac{20}{V},$$

где 20 — объем раствора хлористого цинка, взятый для титрования, см³;

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевую чашку, добавляют 3—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при 800—900°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в смеси 20—25 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 5, с 10—15 см³ перекиси водорода. Полученный раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 20—25 см³ раствора хлористого аммония концентрацией 100 г/дм³, нагревают до кипения и осторожно прибавляют аммиак, разбавленный 1 : 1, до слабого избытка его по запаху (pH раствора

около 7 по универсальной индикаторной бумаге) и продолжают кипячение несколько минут.

Дают осадку скоагулировать, быстро фильтруют раствор с осадком через бумажный фильтр средней плотности «белая лента» и осадок на фильтре промывают 6—7 раз горячим промывным раствором.

Фильтр с осадком помещают в колбу, в которой велось осаждение, приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до полного растворения осадка, добавляют 3—5 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют цирконий раствором трилона Б (0,025 моль/дм³) до перехода окраски раствора из малиновой в желтую. Раствор нагревают до кипения, добавляют еще 1 каплю раствора ксиленолового оранжевого и при появлении малиновой окраски раствора прибавляют еще по каплям раствор трилона Б до перехода окраски в желтую ($V_1$).

К раствору после определения в нем циркония добавляют из бюретки 25—30 см³ раствора трилона Б (0,05 моль/дм³), нейтрализуют аммиаком (около 20 см³ аммиака) по индикаторной бумаге «конго» до перехода окраски из синей в сиренево-розовую. Раствор нагревают и кипятят 10—15 мин. По охлаждении до комнатной температуры добавляют 1—1,5 г уротропина, 3—4 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором цинка до перехода окраски раствора из розовой в малиновую ($V_2$).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C_2 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора трилона Б (0,025 моль/дм³), израсходованный на титрование, см³;

$C_2$ — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ циркония;

$m$ — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Массовую долю алюминия ($X_2$) в процентах исчисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 \cdot K - V_2) \cdot 0{,}001349 \cdot 100}{m},$$

где $V_1$ — объем раствора трилона Б (0,05 моль/дм³), добавленный к анализируемому раствору, см³;

$V_2$ — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б, $см^3$;

0,001349 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в $г/см^3$ алюминия;

$K$ — соотношение объемов растворов трилона Б и хлористого цинка;

$m$ — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| 5 | 0,5 |
| Цирконий 15 | 0,6 |
| 25 | 0,7 |
| Алюминий 5 | 0,2 |
| 15 | 0,4 |
| 20 | 0,5 |
| 30 | 0,7 |

**Изменение № 1 ГОСТ 26473.11—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения циркония и алюминия**

**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**

Раздел 2. Исключить слова и ссылку: «Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77», ГОСТ 989—75.

*(Продолжение см. с. 40)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.11—85)*

gost.e-ecolog.ru

ый абзац изложить в новой редакции: «4.3. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля, %». Заменить значения для циркония — 5 на 5,0; 15 на 15,0; 25 на 25,0; для алюминия — 5 на 5,0; 15 на 15,0; 20 на 20,0; 30 на 30,0.

(ИУС № 8 1991 г.)