Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения ванадия

Alloy cast iron.
Methods for determination of vanadium

ГОСТ 2604.7—84

Взамен ГОСТ 2604.7—77

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 января 1984 г. № 358 дата введения установлена

01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает метод амперометрического титрования ванадия (при массовой доле ванадия от 0,02 до 0,20 %) и титриметрический метод (при массовой доле ванадия от 0,05 до 1,0 %) в легированном чугуне.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4947—86 в части потенциометрического метода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не должна превышать предела Δ, приведенного в таблице при выполнении следующих условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_2(d_3)$, приведенного в таблице;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,95) значение δ, приведенное в таблице.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли ванадия. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненного в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_к$, приведенного в таблице.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАНАДИЯ МЕТОДОМ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

2.1. Сущность метода — по ГОСТ 12351—2003.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 12351—2003 с дополнениями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:2, 1:4, 1:10.

Стандартные растворы пятиокиси ванадия.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1989 г. (ИУС 7—89).

gost.e-ecolog.ru

Раствор А с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³: 1,7852 г пятиокиси ванадия растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты (1:2), прибавляют 5 см³ азотной кислоты, кипятят раствор до удаления окислов азота и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения прибавляют 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой (1:10) и перемешивают.

Раствор Б с массовой концентрацией ванадия 0,0001 г/см³: 100 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой (1:10) и перемешивают.

2.3. Проведение анализа — по ГОСТ 12351—2003 с дополнением.

Если при растворении навески остается нерастворимый остаток, содержащий кремниевую кислоту и графит, то его отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают. Осадок в тигле смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 550—600 °С, охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Тигель охлаждают, плав растворяют при нагревании в 30—40 см³ воды в стакане вместимостью 250 см³. Полученный раствор присоединяют к фильтрату.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ванадия (IV) марганцовокислым калием в сернокислой среде с амперометрической, потенциометрической или визуальной индикацией конечной точки титрования ванадия (V) раствором двойной сернокислой соли закисного железа и аммония.

Хром при массовой доле свыше 3,5 % удаляют отгонкой в виде хлористого хромила.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Любые установки для амперометрического или потенциометрического титрования ванадия, обеспечивающие необходимую точность определения.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор 0,002 г/см³.

Кислота фенилантраниловая, индикатор: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см³ горячего раствора углекислого натрия, охлаждают.

Остальные реактивы, растворы и их приготовление — по п. 2.2

3.3. Проведение анализа

Навеску чугуна массой 1 г — при массовой доле ванадия от 0,05 до 0,5 % или 0,5 г — при массовой доле ванадия от 0,5 до 1,0 % помещают в стакан вместимостью 400 см³ и в зависимости от химического состава чугуна растворяют одним из способов.

3.3.1. При массовой доле хрома до 3,5 % навеску растворяют в 50 см³ серной кислоты (1:4) при умеренном нагревании, осторожно, по каплям прибавляют азотную кислоту до прекращения вспенивания и избыток ее 3—5 см³. Нагревают до удаления окислов азота и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Если навеска не растворяется в серной кислоте (1:4), то ее растворяют в 30—40 см³ соляной кислоты при нагревании, осторожно, по каплям прибавляют азотную кислоту до прекращения вспенивания и избыток ее 3—5 см³. Нагревают до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, приливают 50 см³ серной кислоты (1:4) и выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения приливают 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

3.2—3.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.1.1. Если при растворении навески остается нерастворимый остаток, содержащий кремниевую кислоту и графит, то его отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают. Осадок в тигле смачивают

2—3 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 550—600 °С, охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Тигель охлаждают, плав растворяют при нагревании в 30—40 см³ воды в стакане вместимостью 250 см³. Полученный раствор присоединяют к фильтрату.

3.3.2. При массовой доле хрома свыше 3,5 % навеску растворяют в 20—30 см³ соляной кислоты при нагревании, приливают 10—15 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до полного растворения навески. Затем приливают 40—50 см³ хлорной кислоты, раствор нагревают до окисления хрома и отгоняют хлористый хромил, как указано в п. 2.3.

Раствор дважды выпаривают до выделения густых паров хлорной кислоты, обмывая стенки стакана водой, приливают 50 см³ серной кислоты (1:4) и охлаждают.

К раствору, полученному любым из способов, приведенных в пп. 3.3.1 и 3.3.2, приливают 10 см³ раствора железа (II) сернокислого для восстановления частично окисленного хрома. Растворы охлаждают до 20 °С, при постоянном перемешивании прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия 25 г/дм³ до появления устойчивой розовой окраски. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия 0,02 г/см³ до исчезновения розовой окраски и немедленно 10 см³ раствора мочевины. Через 3 мин раствор титруют раствором соли Мора, фиксируя конечную точку титрования потенциометрическим или амперометрическим методом.

При визуальной фиксации конечной точки титрования к раствору, подготовленному для титрования, прибавляют 10 см³ фосфорной кислоты, 80 см³ серной кислоты (1:1), охлаждают, прибавляют 5—6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют его раствором соли Мора до перехода вишневой окраски раствора в желто-зеленую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

T — массовая концентрация раствора соли Мора по ванадию, г/см³;

m — масса навески чугуна, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в таблице.

Массовая доля ванадия, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Δ	$d_к$	d_2	d_3	δ
От 0,02 до 0,05 включ.	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
Св. 0,05 » 0,1 »	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
» 0,1 » 0,2 »	0,017	0,021	0,017	0,021	0,011
» 0,2 » 0,5 »	0,026	0,033	0,028	0,034	0,017
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02

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

gost.e-ecolog.ru