УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Метод определения ванадия

Alloys and foundry alloys of rare metals.
Method for determination of vanadium

ГОСТ 25278.2—82

ОКСТУ 1709.

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения ванадия:

от 1 до 10% — в сплавах (лигатурах) на основе ниобия (компоненты: алюминия не более 10%, иттрия не более 10%, молибдена не более 10%, циркония не более 10%);

от 30 до 80% — в сплавах (лигатурах) на основе ванадия (компоненты: алюминия не более 50%, бора не более 5%, вольфрама не более 10%, железа не более 10%, марганца не более 5%, молибдена не более 50%, титана не более 30%, хрома не более 50%).

Метод основан на окислении ванадия до пятивалентного состояния марганцовокислым калием и титровании ванадиевой кислоты солью Мора с индикатором — фенилантраниловая кислота. Гидролиз ниобия предотвращают введением фторидов. Определению не мешают до 50 мг алюминия, молибдена, хрома, циркония, иттрия; до 15 мг титана; до 10 мг вольфрама, железа; до 5 мг марганца и бора в титруемом растворе.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Плитка электрическая.

gost.e-ecolog.ru

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Пипетки на 5 и 10 см³.

Мензурки вместимостью 50 и 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 и 1000 см³.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см³.

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

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75 или «стандарт-титр», раствор 0,02 моль/дм³.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, свежеприготовленный раствор 10 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77.

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

Натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76, раствор 2 г/дм³.

Кислота фенилантраниловая, раствор 2 мг/см³: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют при нагревании в 100 см³ раствора углекислого натрия концентрацией 2 г/дм³.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, растворы 0,02 и 0,1 моль/дм³.

Раствор соли Мора 0,1 моль/дм³; готовят следующим образом: 39,5 г соли Мора растворяют в 500 см³ воды, содержащей 50 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор соли Мора 0,02 моль/дм³; готовят следующим образом: 7,9 г соли Мора растворяют в 250 см³ воды, содержащей 50 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ доводят до метки водой и перемешивают. Титр раствора соли Мора устанавливают экспериментально перед применением по стандартному раствору ванадия.

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

Калий двухромовокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ готовят разбавлением раствора 0,1 моль/дм³, водой в 5 раз.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.

Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и двухромовокислого калия (К): в коническую колбу вместимостью 250 см³ вводят пипеткой 25 см³ раствора двухромовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ или

0,1 моль/дм³ (в зависимости от концентрации применяемого при проведении анализа раствора соли Мора), приливают 100 см³ воды, 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 капель раствора соли фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией эквивалента 0,02 моль/дм³ или 0,1 моль/дм³ соответственно.

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

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

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

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

Соотношение K устанавливают перед применением соли Мора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы сплава на основе ниобия массой 0,1—0,5 г в зависимости от содержания ванадия (табл. 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при сильном нагревании в 20 см³ концентрированной серной кислоты. После полного растворения навески приливают 100 см³ воды (если раствор мутнеет из-за гидролиза ниобия, то добавляют 1 г фтористого аммония, перемешивая до исчезновения мути). Полученный раствор охлаждают в холодной воде до 15—20°С, приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски. Спустя 5 мин избыток марганцовокислого калия разрушают несколькими каплями раствора азотистокислого натрия, тотчас же добавляют 1 г мочевины и хорошо перемешивают. Через 5 мин приливают 4—5 капель раствора фениланатраниловой кислоты, хорошо перемешивают и оставляют стоять 1—1,5 мин, в течение которых раствор окрашивается в малиново-красный цвет. Ванадий (V) титруют раствором соли Мора 0,02 моль/дм³ при интенсивном перемешивании до перехода окраски раствора из малиново-красной в зеленую.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	Масса навески, г
1	0,5
2—4	0,2
5—10	0,1

3.2. Навеску анализируемой пробы сплава на основе ванадия массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ серной кислоты (1:1) и 10 см³ азотной кислоты (1:1), обмывают стенки колбы водой, перемешивают и нагревают до полного разложения пробы. Раствор дважды упаривают до густых паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до 100 см³ и охлаждают в холодной воде до появления 15—20°С. К охлажденному раствору 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 ортофосфорной кислоты, 5—7 капель раствора соли фенилантраниловой кислоты и титруют ванадий (V) раствором соли Мора 0,1 моль/дм³ до перехода окраски из фиолетовой в зеленую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

c — концентрация раствора соли Мора по ванадию, г/см³, равная $0{,}005095 \cdot K$ (для раствора соли Мора 0,1 моль/дм³) или $0{,}001019 \cdot K$ (для раствора соли Мора 0,02 моль/дм³), где K — соотношение объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2 (для сплавов на основе ниобия) и в табл. 3 (для сплавов на основе ванадия).

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,1
5,0	0,2
10,0	0,3

Таблица 3

Массовая доля ванадия, %	Допускаемые расхождения, %
30,0	0,4
40,0	0,6
50,0	0,7
60,0	0,8
70,0	1,0
80,0	1,1

4.1, 4.2. (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 раздела, пункта*
ГОСТ 84—76	2
ГОСТ 4197—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4208—72	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 6691—77	2
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 22180—76	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 25278.2—82 Сплавы и лигатуры редких металлов. Метод определения ванадия

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

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2756

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
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции:

«от 1 до 10 % — в сплавах (лигатурах) на основе ниобия (компоненты: алюминия не более 50 %, вольфрама не более 10 %, иттрия не более 10 %, молибдена не более 50 %, титана не более 50 %, циркония не более 10 %, хрома не более 20 %, углерода не более 1 %)».

Раздел 2 дополнить абзацем (перед первым): «Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900 °С»;

дополнить абзацами (после восьмого):

«Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76».

Пункт 3.1 до слов «Спустя 5 мин» изложить в новой редакции:

«3.1. Навеску анализируемой пробы сплава на основе ниобия, содержащего менее 0,1 % массового углерода, массой 0,1 — 0,5 г в зависимости от содержания ванадия (табл. 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при сильном нагревании в 20 см³ концент-

(Продолжение см. с. 24)

рированной серной кислоты. После полного растворения навески приливают 100 см³ воды, 1 г фтористого аммония, перемешивая раствор до исчезновения мути в случае гидролиза ниобия.

3.1а. Навеску анализируемой пробы сплава на основе ниобия, содержащего менее 0,1 % массового углерода, массой 0,1—0,5 г в зависимости от содержания ванадия (табл. 1) помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—10 г пиросульфата калия (в зависимости от массы навески), несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800 °С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переводят раствор в коническую колбу вместимостью 250 см³, доводят объем до 100 см³ водой, добавляют 1 г фтористого аммония, перемешивая раствор до исчезновения мути в случае гидролиза ниобия.

3.1б. Полученный раствор охлаждают в холодной воде до 15—20 °С, приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски».

(ИУС № 6 1998 г.)

gost.e-ecolog.ru