УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Метод определения хрома и ванадия

Titanium alloys.
Method for the determination
of chromium and vanadium

ГОСТ 19863.3—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения хрома и ванадия при совместном присутствии (при массовой доле хрома от 0,1 до 2,0% и массовой доле ванадия от 0,1 до 6,0%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и борофтористоводородной кислот, окислении ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием и титровании его раствором соли Мора с фенилантраниловой кислотой в качестве индикатора, окислении хрома до шестивалентного надсернокислым аммонием в присутствии катализатора — азотнокислого серебра и титровании суммы ванадия и хрома раствором соли Мора с фенилантраниловой кислотой в качестве индикатора.

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3, растворы 1 : 1 и 1 : 5.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 1 г/дм³.

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4233, раствор 100 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая по ТУ 6-09-3501, раствор 2 г/дм³: 0,2 г углекислого натрия помещают в стакан вместимостью 100 см³, растворяют при нагревании в 50 см³ воды, добавляют 0,2 г фенилантраниловой кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и доливают водой до 100 см³.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 29,42 или 5,88 г перекристаллизованного двухромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 500 см³ воды, доливают водой до метки и перемешивают.

Для перекристаллизации 100 г двухромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 150 см³ воды и растворяют при нагревании. Раствор при энергичном перемешивании выливают тонкой струей в фарфоровую чашку, которая охлаждается ледяной водой. Выпавшие кристаллы отфильтровывают путем отсасывания на воронке с пористой стеклянной пластинкой, высушивают 2—3 ч при температуре (102±2)°С, измельчают и окончательно высушивают при температуре (200±5)°С в течение 10—12 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 39,5 или 7,9 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 800 см³ и растворяют в 500 см³ воды, приливают 100 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую), выраженную в г/см³ хрома (T), вычисляют по формуле

$$T=0{,}001733\,K, \qquad (1)$$

где 0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в г/см³ хрома;

K — соотношение между растворами двухромовокислого калия и соли Мора.

Устанавливают соотношение K между растворами двухромовокислого калия и соли Мора: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ переносят пипеткой по 10 см³ раствора двухромовокислого калия 0,1 или 0,02 моль/дм³, разбавляют до 100 см³ водой, приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 5, перемешивают, добавляют 5—6 капель раствора фенилантраниловой кислоты и титруют соответствующим раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски раствора в зеленую.

$$K=\frac{V_1}{V_2}, \qquad (2)$$

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

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

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают перед его применением.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую), выраженную в г/см³ ванадия (T_1), вычисляют по формуле

$$T_1=0{,}005095\,K, \qquad (3)$$

где 0,005095 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в г/см³ ванадия.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 70 см³ раствора серной кислоты 1 : 5, 2 см³ борофтористоводородной кислоты и нагревают до полного растворения.

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, 2—3 капли в избыток и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 100 см³ воды и по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой бледно-розовой окраски. Затем медленно, по каплям добавляют раствор щавелевой кислоты до обесцвечивания.

Раствор титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³ (при массовой доле ванадия менее 0,5%) или 0,1 моль/дм³ (при массовой доле ванадия более 0,5%) с 5—6 каплями индикатора — фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора из сине-фиолетовой в зеленую.

4.2. В раствор приливают 10 см³ азотнокислого серебра, 30 см³ раствора надсернокислого аммония, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят до появления малинового окрашивания, ука-

зывающего на полноту окисления хрома. Раствор продолжают кипятить до прекращения выделения мелких пузырьков. Затем добавляют 5 см³ раствора хлористого натрия и нагревают раствор до исчезновения малиновой окраски.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³ при массовой доле хрома менее 0,5% или 0,1 моль/дм³ при массовой доле хрома более 0,5% с 5—6 каплями индикатора — фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора из сине-фиолетовой в зеленую.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{T_1 \cdot V_3}{m} \cdot 100, \qquad (4)$$

где T_1 — установленная массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ ванадия;

V_3 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см³;

m — масса пробы, г.

5.2. Массовую долю хрома (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{T \cdot (V_4 - V_3)}{m} \cdot 100, \qquad (5)$$

где T — установленная массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ хрома;

V_4 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование суммы ванадия и хрома, см³.

5.3. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
Ванадий		
От 0,10 до 0,30 включ.	0,01	0,02
Св. 0,30 » 0,75 »	0,02	0,03
» 0,75 » 1,50 »	0,05	0,06
» 1,50 » 3,00 »	0,08	0,10
» 3,00 » 6,00 »	0,15	0,20

Прооолжение

Массовая доля %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
Хром		
От 0,10 до 0,25 включ	0,02	0,03
Св 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,06
» 1,00 » 2,00 »	0,06	0,07

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; **В. А. Мошкин,** канд. техн. наук; **Г. И. Фридман,** канд. техн. наук; **Л. А. Тенякова; А. И. Королева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19863.3—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83—79	3
ГОСТ 1277—75	3
ГОСТ 4204—77	3
ГОСТ 4208—72	3
ГОСТ 4220—75	3
ГОСТ 4233—77	3
ГОСТ 4461—77	3
ГОСТ 9656—75	3
ГОСТ 10484—78	3
[illegible]	3
ГОСТ 20490—75	3
ГОСТ 22180—76	3
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-3501—74	3

gost.e-ecolog.ru