

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**Методы определения ванадия**

Titanium alloys.
Methods for the determination of vanadium

ГОСТ**19863.2—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,1 до 6,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 6,0%) методы определения ванадия.

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. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси серной и бромфтористоводородной кислот, окислении ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием и титровании его раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония (соли Мора) с фенолантрапиловой кислотой в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³, растворы 1:1 и 1:5.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см³ фтористоводород-

Издание официальное

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

ной кислоты при температуре $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$ добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

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

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,1 моль/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 двуххромовокислый по ГОСТ 4220, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм³: 29,42 или 5,88 г перекристаллизованного двуххромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 500 см³ воды, доливают водой до метки и перемешивают.

Для перекристаллизации 100 г двуххромовокислого 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 отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, высушивают 2—3 ч при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$, измельчают и окончательно высушивают при температуре $(200 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 10—12 ч.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (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), T выраженную в г/см³ ванадия (T), вычисляют по формуле

$$T = 0,005095 \cdot K, \quad (1)$$

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

K — соотношение между растворами двуххромовокислого калия и соли Мора.

Устанавливают соотношение K между растворами двуххромовокислого калия и соли Мора: в три конические колбы вместимостью по 250 см³ переносят по 10 см³ раствора двуххромовокислого калия 0,1 или 0,02 моль/дм³, разбавляют до 100 см³ водой, приливают по 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 5, перемешивают, добавляют 5—6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют соответ-

вующим раствором соли Мора до изменения окраски раствора из сине-фиолетовой в зеленую.

$$\text{Соотношение } K = \frac{V_1}{V_2}, \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, используемый для титрования, см^3 ;

V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см^3 .

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают перед его применением.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 , приливают 60 см^3 раствора серной кислоты 1 : 5, 2 см^3 борофтористоводородной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	Масса навески пробы, г
От 0,1 до 1,0 включ.	1
Св. 1,0 » 3,0 »	0,5
» 3,0 » 6,0 »	0,25

В раствор добавляют по каплям раствор азотной кислоты до исчезновения фиолетовой окраски, 2—3 капли в избыток и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 100 см^3 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 $0,02 \text{ моль/дм}^3$ при массовой доле ванадия менее 0,5% или раствором $0,1 \text{ моль/дм}^3$ при массовой доле ванадия более 0,5% с 5—6 каплями индикатора — фенилантраниловой кислоты до изменения окраски раствора из сине-фиолетовой в зеленую.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{T \cdot V_3 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где T — установленная массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см^3 ванадия;

V_3 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см^3 ;

m — масса пробы, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,1 до 0,30 включ.	0,01	0,01
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

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции ванадия при длине волны 318,5 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для ванадия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

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 $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$ добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм³: 4 г губчатого титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 160 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят

в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм³: 1 г губчатого титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют шестнадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Стандартный раствор ванадия: 2,2962 г ванадиевокислого аммония помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ воды, 100 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1 и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г ванадия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения пробы добавляют десять капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, 10 см³ борофтористоводородной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля ванадия, %	Масса навески пробы, г
От 0,1 до 2,0 включ.	0,5
Св. 2,0 » 6,0 »	0,2

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1.

3.3.3. Построение градуировочного графика

3.3.3.1. При массовой доле ванадия от 0,1 до 0,5%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0;

2,5 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г ванадия.

3.3.3.2. При массовой доле ванадия от 0,5 до 2,0%.

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора титана А, в четыре из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г ванадия.

3.3.3.3. При массовой доле ванадия свыше 2,0 до 6,0%.

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 20 см³ раствора титана Б, в четыре из них отмеряют 3,0; 6,0; 9,0; 12,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,003; 0,006; 0,009; 0,012 г ванадия.

3.3.3.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, 3.3.3.3, добавляют по 5 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, по 10 см³ бромфтористоводородной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилензакись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию ванадия при длине волны 318,5 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям ванадия строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация ванадия, г/см³».

Массовую концентрацию ванадия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю ванадия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

где C_1 — массовая концентрация ванадия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация ванадия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождение результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,100 до 0,300 включ.	0,015	0,020
Св. 0,30 » 0,60 »	0,03	0,05
» 0,60 » 1,50 »	0,05	0,10
» 1,50 » 3,00 »	0,10	0,15
» 3,00 » 6,00 »	0,15	0,20

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**; **М. Н. Горлова**, канд. хим. наук; **А. И. Королева**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.2—80**
- 4. Периодичность проверки — 5 лет**
- 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	2,2
ГОСТ 3118—77	3,2
ГОСТ 4204—77	2,2
ГОСТ 4220—75	2,2
ГОСТ 4461—77	2,2; 3,2
ГОСТ 5457—75	3,2
ГОСТ 9336—75	3,2
ГОСТ 9656—75	2,2; 3,2
ГОСТ 10484—78	2,2; 3,2
ГОСТ 17746—79	3,2
ГОСТ 20490—75	2,2
ГОСТ 22180—76	2,2
ГОСТ 25086—87	1,1
ТУ 6-09-3501—74	2,2