

УДК 669.715.543.06 : 006.354

Группа В59

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****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 фенилантрапиновой кислотой в качестве индикатора.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Шкаф сушильный с терморегулятором.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводород-

**Издание официальное**

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

С. 2 ГОСТ 19863.2—91

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/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантрапиловая по ТУ 6-09-3501, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>: 0,2 г углекислого натрия помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды, добавляют 0,2 г фенилантрапиловой кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и доливают водой до 100 см<sup>3</sup>.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, растворы 0,1 и 0,02 моль/дм<sup>3</sup>: 29,42 или 5,88 г перекристаллизованного двуххромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, доливают водой до метки и перемешивают.

Для перекристаллизации 100 г двуххромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 150 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>: 39,5 или 7,9 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 800 см<sup>3</sup> и растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:1, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую),  $T$  выраженную в г/см<sup>3</sup> ванадия ( $T$ ), вычисляют по формуле

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

где 0,005095 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в г/см<sup>3</sup> ванадия;

$K$  — отношение между растворами двуххромовокислого калия и соли Мора.

Устанавливают соотношение  $K$  между растворами двуххромовокислого калия и соли Мора: в три конические колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup> переносят по 10 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия 0,1 или 0,02 моль/дм<sup>3</sup>, разбавляют до 100 см<sup>3</sup> водой, приливают по 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:5, перемешивают, добавляют 5—6 капель фенилантрапиловой 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,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ .

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  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $60 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты 1:5,  $2 \text{ см}^3$  бромфтористоводородной 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  $100 \text{ см}^3$  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 — фенилантрапиновой 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

$$X = \frac{T \cdot V_2 \cdot 100}{m}, \quad (3)$$

где  $T$  — установленная массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в  $\text{г/см}^3$  ванадия;

С. 4 ГОСТ 19863.2—91

$V_3$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допустимое 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 бромфтористоводородной 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/см<sup>3</sup>, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С 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/дм<sup>3</sup>: 4 г губчатого титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 160 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят