

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И
ДЕФОРМИРУЕМЫЕ****Методы определения ванадия****ГОСТ****11739.5—90**Aluminium casting and wrought alloys
Methods for determination of vanadium

ОКСТУ 1700

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

Срок действия с 01.07.91**до 01.07.96**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,005 до 0,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,05 до 0,5%) 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 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, окислении ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием, образовании желтой фосфорно-вольфрамо-ванадиевой гетерополикислоты, ее экстракции изобутиловым спиртом и измерении оптической плотности экстракта при длине волны 400 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектролориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см и раствор 1:7,5.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.



Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и раствор 13.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, плотностью 1,70 г/см³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 0,01 моль/дм³.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор 40 г/дм³.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289, раствор 50 г/дм³: 50 г вольфрамовокислого натрия растворяют при нагревании в 150 см³ воды, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки A999.

Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Стандартный раствор ванадия: 0,2296 г ванадиевокислого аммония растворяют в 170 см³ раствора азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,0001 г ванадия.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой согласно табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ смеси кислот и растворяют при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	Масса навески пробы, г	Объем ацетоновой части, см ³
От 0,005 до 0,05 включ	1	50
Св 0,05 » 0,1 »	0,5	25
» 0,1 » 0,5 »	0,2	25

По окончании растворения приливают в колбу 20 см³ серной кислоты, перемешивают и выпаривают раствор до появления белых паров. Раствор охлаждают, приливают 60—80 см³ воды и нагревают до растворения солей. Если раствор не прозрачен, его фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в коническую колбу вместимостью 250 см³. Фильтр с осадком промывают 2—3 раза небольшими порциями горячей воды и отбрасывают, если массовая доля кремния в анализируемом сплаве не превышает 1%.

2.3.2 При массовой доле кремния выше 1% фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озолят, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °C в течение 2—3 мин. После охлаждения в тигель добавляют четыре

капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха, приливают к сухому остатку в тигле 5—7 см³ раствора серной кислоты и растворяют его при нагревании. Раствор охлаждают, при необходимости фильтруют через маленький плотный фильтр («синяя лента») и присоединяют к основному фильтрату в конической колбе. Основной раствор упаривают, если необходимо, до объема менее 100 см³, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 отбирают в делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 4 см³ ортофосфорной кислоты, 4 см³ раствора вольфрамокислого натрия и перемешивают. Затем добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски. Через 10 мин добавляют по каплям раствор щавелевой кислоты до исчезновения розовой окраски. Через 5 мин приливают 1 см³ азотной кислоты, хорошо перемешивают раствор, прибавляют 10 см³ изобутилового спирта, воронку закрывают пробкой и встряхивают 1—2 мин. Отделяют органическую fazу (экстракт), собирая ее в сухую мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают изобутиловым спиртом до метки и перемешивают.

2.3.4. Оптическую плотность экстракта измеряют не позднее чем через 1 ч после экстракции при длине волны 400 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм при массовой доле ванадия от 0,005 до 0,1% и 30 мм при массовой доле ванадия выше 0,1%. Раствором сравнения служит изобутиловый спирт.

2.3.5. Растворы контрольного опыта готовят по п. 2.3.1, используя вместо навески пробы навеску алюминия. Среднюю оптическую плотность экстрактов двух контрольных опытов вычитают из оптической плотности экстракта пробы.

Массовую долю ванадия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.6. Построение градуировочных графиков

2.3.6.1. При массовой доле ванадия от 0,005 до 0,05% в шесть конических колб вместимостью по 250 см³ помещают навески алюминия массой 1 г и растворяют в 40 см³ смеси кислот. Затем в четыре колбы отмеряют 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 см³ стандартного раствора ванадия, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0003; 0,0005 г ванадия.

2.3.6.2. При массовой доле ванадия от 0,05 до 0,1% в семь конических колб вместимостью по 250 см³ помещают навески алюминия массой 0,5 г и после их растворения в 40 см³ смеси кислот в пять из них отмеряют 2,5; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора ванадия, что соответствует 0,00025; 0,00035; 0,0004; 0,00045; 0,0005 г ванадия.

2.3.6.3. При массовой доле ванадия от 0,1 до 0,5% в семь кони-

ческих колб вместимостью по 250 см³ помещают навески алюминия массой 0,2 г и после их растворения в 40 см³ смеси кислот в пять из них приливают 2,0; 4,0, 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора ванадия, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г ванадия.

2.3.6.4. В колбы приливают по 20 см³ серной кислоты и продолжают по пп. 2.3.1, 2.3.2 и 2.3.3.

Растворы, не содержащие ванадия, служат растворами контрольного опыта при построении градуировочных графиков.

По полученным значениям оптической плотности экстрактов и соответствующим им массам ванадия строят градуировочные графики.

2.4 Обработка результатов

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

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m — масса ванадия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, 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 0,005 до 0,010 включ	0,003	0,004
Св 0,010 » 0,040 »	0,004	0,005
» 0,04 » 0,07 »	0,01	0,02
» 0,07 » 0,10 »	0,02	0,03
» 0,10 » 0,25 »	0,03	0,05
» 0,25 » 0,50 »	0,04	0,06

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии пероксида водорода и последующем 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.