

**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

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  $10 \text{ г/дм}^3$ .

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ .

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантралиновая по ТУ 6-09-3501, раствор  $2 \text{ г/дм}^3$ : 0,2 г углекислого натрия помещают в стакан вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , растворяют при нагревании в  $50 \text{ см}^3$  воды, добавляют 0,2 г фенилантралиновой кислоты, перемешивают, охлаждают до комнатной температуры и доливают водой до  $100 \text{ см}^3$ .

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

Для перекристаллизации  $100 \text{ г}$  двуххромовокислого калия помещают в стакан вместимостью  $400 \text{ см}^3$ , приливают  $150 \text{ см}^3$  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.

Соли закиси железа и аммония двойная сернистая (соли Мора) по ГОСТ 4208, растворы  $0,1$  и  $0,02 \text{ моль/дм}^3$ : 39,5 или 7,9 г соли Мора помещают в стакан вместимостью  $800 \text{ см}^3$  и растворяют в  $500 \text{ см}^3$  воды, приливают  $100 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты  $1:1$ , охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (практическую),  $T$  выраженную в  $\text{г/см}^3$  ванадия ( $T$ ), вычисляют по формуле

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

где 0,005095 — массовая концентрация раствора соли Мора (теоретическая), выраженная в  $\text{г/см}^3$  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  $250 \text{ см}^3$  переносят по  $10 \text{ см}^3$  раствора двуххромовокислого калия  $0,1$  или  $0,02 \text{ моль/дм}^3$ , разбавляют до  $100 \text{ см}^3$  водой, приливают по  $20 \text{ см}^3$  раствора серной кислоты  $1:5$ , перемешивают, добавляют 5—6 капель фенилантралиновой 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 моль/ $\text{дм}^3$  при массовой доле ванадия менее 0,5% или раствором 0,1 моль/ $\text{дм}^3$  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 г/ $\text{см}^3$  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

в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г губчатого титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2:1, 4 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> воды, 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2:1, 1 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной 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 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, 10 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной 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 см<sup>3</sup> помещают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0;

2,5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана А, в четыре из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают по 20 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в четыре из них отмеряют 3,0; 6,0; 9,0; 12,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора серианной кислоты 1:1, по 10 см<sup>3</sup> 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 ацетилен-азот (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/см<sup>3</sup>».

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/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация ванадия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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