

**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 фенилантраниловой 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 г/дм<sup>3</sup>.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Кислота N-фенилантраниловая 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 фенилантраниловой 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;

$K$  — 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 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 фенилантраниловой кислоты и титруют соответ-

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

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

где  $V_1$  — объем раствора двуххромовокислого калия, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>, приливают 60 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 5, 2 см<sup>3</sup> бородфтористоводородной 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<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> при массовой доле ванадия менее 0,5% или раствором 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> ванадия;

$V_3$  — 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 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/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 борофтористоводородная: 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> борофтористоводородной 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> 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 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> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, 10 см<sup>3</sup> 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 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 соляной 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.

Т а б л и ц а 4

Массовая доля ванадия, %	Абсолютное допускаемое 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 25036—87	1.1
ТУ 6-09-3501—74	2.2