УДК 669.715.001.4:006.354 Группа В59

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 1709

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 фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см$^3$.

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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена
★

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1 3.

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 А999.

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 аликвотной части, см³ |
|---|---|---|
| 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 свыше 1% фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С 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 вольфрамовокислого 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 фазу (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 свыше 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

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

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 анализ |
| 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.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см$^3$, раствор 1:1 и 1:99.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,35—1,40 г/см$^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см$^3$, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм$^3$.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 20 г/дм$^3$: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 500 см$^3$, добавляют 50 см$^3$ воды, затем небольшими порциями 300 см$^3$ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см$^3$ раствора хлористого никеля. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336.

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А: 2,2963 г ванадиевокислого аммония помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают 50 см$^3$ воды, 100 см$^3$ раствора соляной кислоты (1:1) и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,001 г ванадия.

Раствор Б: 10 см$^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, приливают 10 см$^3$ раствора соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см$^3$ раствора Б содержит 0,0001 г ванадия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают приблизительно 10 см$^3$ воды и затем небольшими порциями 25 см$^3$ раствора соляной кислоты (1:1). Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до полного растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3 мин.

Часовое стекло и стенки колбы ополаскивают водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. При массовой доле кремния менее 1% раствор, если он не прозрачен, фильтруют через сухой фильтр средней плотности («белая лента») в стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.3. При массовой доле кремния свыше 1% после окончания растворения по п. 3.3.1 раствор фильтруют через фильтр средней

плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³ Осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячим раствором соляной кислоты (1:99) порциями по 10 см³ (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3 мин. После охлаждения к содержимому тигля добавляют 4 капли серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор упаривают досуха, после охлаждения остаток смачивают 2—3 см³ воды и растворяют в 2—3 см³ раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании.

Раствор присоединяют к основному фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор контрольного опыта готовят согласно пп. 3.3.1, 3.3.2 или 3.3.3, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.3.5. *Построение градуировочного графика*

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора алюминия, в три из них отмеряют 2,5; 5,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, в следующие три отмеряют 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г ванадия. Растворы в мерных колбах доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.6. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-закись азота и измеряют атомную абсорбцию ванадия при длине волны 318,5 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям ванадия строят градуировочный график.

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

$$X_1 = \frac{(C_1 \quad C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

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. Расхождения результатов не должны превышать значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля ванадия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,050 до 0,100 включ. | 0,015 | 0,020 |
| Св. 0,10 » 0,25 » | 0,02 | 0,03 |
| » 0,25 » 0,50 » | 0,04 | 0,05 |

## 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; **В. И. Клитина,** канд. хим. наук; **М. Н. Горлова,** канд. хим. наук; **О. Л. Скорская,** канд. хим. наук; **Л. Н. Виксне**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.06.90 № 1261**

**3. Периодичность проверки — 5 лет**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 11739.5—78**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 10484—78 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4038—79 | 3.2 | ГОСТ 10929—76 | 3.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 11069—74 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2, 3.2 | ГОСТ 18289—78 | 2.2 |
| ГОСТ 5457—75 | 3.2 | ГОСТ 20490—75 | 2.2 |
| ГОСТ 6016—77 | 2.2 | ГОСТ 25086—87 | 1.1 |
| ГОСТ 6552—80 | 2.2 | ГОСТ 22180—76 | 2.2 |
| ГОСТ 9336—75 | 2.2, 3.2 | | |