

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения ванадия

ГОСТ

2604.7-84

Взамен ГОСТ 2604.7-77

Alloy cast iron.

Methods for determination of vanadium

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 января 1984 г. № 358 дата введения установлена

01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

Настоящий стандарт устанавливает метод амперометрического титрования ванадия (при массовой доле ванадия от 0,02 до 0,20 %) и титриметрический метод (при массовой доле ванадия от 0,05 до 1,0 %) в легированном чугуне.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4947-86 в части потенциометрического метода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473-90.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не должна превышать предела Δ , приведенного в таблице при выполнении следующих условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_2(d_3)$, приведенного в таблице;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,95) значение δ , приведенное в таблице.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли ванадия. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненного в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_s , приведенного в таблице.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВАНАДИЯ МЕТОДОМ АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

2.1. Сущность метода — по ГОСТ 12351-2003.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 12351-2003 с дополнениями.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77 и разбавленная 1:1, 1:2, 1:4, 1:10.

Стандартные растворы пятиокиси ванадия.

Раствор А с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³: 1,7852 г пятиокиси ванадия растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты (1:2), прибавляют 5 см³ азотной кислоты, кипятят раствор до удаления окислов азота и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения прибавляют 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой (1:10) и перемешивают.

Раствор Б с массовой концентрацией ванадия 0,0001 г/см³: 100 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой (1:10) и перемешивают.

2.3. Проведение анализа — по ГОСТ 12351—2003 с дополнением.

Если при растворении навески остается нерастворимый остаток, содержащий кремниевую кислоту и графит, то его отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озолят и прокаливают. Осадок в тигле смачивают 2—3 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 550—600 °C, охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Тигель охлаждают, плав растворяют при нагревании в 30—40 см³ воды в стакане вместимостью 250 см³. Полученный раствор присоединяют к фильтрату.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ванадия (IV) марганцовокислым калием в сернокислой среде с амперометрической, потенциометрической или визуальной индикацией конечной точки титрования ванадия (V) раствором двойной сернокислой соли закисного железа и аммония.

Хром при массовой доле выше 3,5 % удаляют отгонкой в виде хлористого хромила.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Любые установки для амперометрического или потенциометрического титрования ванадия, обеспечивающие необходимую точность определения.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор 0,002 г/см³.

Кислота фенилантраниловая, индикатор: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см³ горячего раствора углекислого натрия, охлаждают.

Остальные реактивы, растворы и их приготовление — по п. 2.2

3.3. Проведение анализа

Навеску чугуна массой 1 г — при массовой доле ванадия от 0,05 до 0,5 % или 0,5 г — при массовой доле ванадия от 0,5 до 1,0 % помещают в стакан вместимостью 400 см³ и в зависимости от химического состава чугуна растворяют одним из способов.

3.3.1. При массовой доле хрома до 3,5 % навеску растворяют в 50 см³ серной кислоты (1:4) при умеренном нагревании, осторожно, по каплям прибавляют азотную кислоту до прекращения вспенивания и избыток ее 3—5 см³. Нагревают до удаления окислов азота и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Если навеска не растворяется в серной кислоте (1:4), то ее растворяют в 30—40 см³ соляной кислоты при нагревании, осторожно, по каплям прибавляют азотную кислоту до прекращения вспенивания и избыток ее 3—5 см³. Нагревают до удаления окислов азота. Раствор охлаждают, приливают 50 см³ серной кислоты (1:4) и выпаривают до выделения паров серной кислоты. После охлаждения приливают 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

3.2—3.3.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.1.1. Если при растворении навески остается нерастворимый остаток, содержащий кремниевую кислоту и графит, то его отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озолят и прокаливают. Осадок в тигле смачивают

С. 3 ГОСТ 2604.7-84

2—3 каплями воды, прибавляют 3—4 капли серной кислоты, 3—4 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до удаления паров серной кислоты. Тигель прокаливают при температуре 550—600 °С, охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пирофернокислого калия. Тигель охлаждают, плав растворяют при нагревании в 30—40 см³ воды в стакане вместимостью 250 см³. Полученный раствор присоединяют к фильтрату.

3.3.2. При массовой доле хрома выше 3,5 % навеску растворяют в 20—30 см³ соляной кислоты при нагревании, приливают 10—15 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до полного растворения навески. Затем приливают 40—50 см³ хлорной кислоты, раствор нагревают до окисления хрома и отгоняют хлористый хромил, как указано в п. 2.3.

Раствор дважды выпаривают до выделения густых паров хлорной кислоты, обмывая стенки стакана водой, приливают 50 см³ серной кислоты (1:4) и охлаждают.

К раствору, полученному любым из способов, приведенных в пп. 3.3.1 и 3.3.2, приливают 10 см³ раствора железа (II) сернокислого для восстановления частично окисленного хрома. Растворы охлаждают до 20 °С, при постоянном перемешивании прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия 25 г/дм³ до появления устойчивой розовой окраски. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия 0,02 г/см³ до исчезновения розовой окраски и немедленно 10 см³ раствора мочевины. Через 3 мин раствор титруют раствором соли Мора, фиксируя конечную точку титрования потенциометрическим или амперометрическим методом.

При визуальной фиксации конечной точки титрования к раствору, подготовленному для титрования, прибавляют 10 см³ фосфорной кислоты, 80 см³ серной кислоты (1:1), охлаждают, прибавляют 5—6 капель фенилантраниловой кислоты и титруют его раствором соли Мора до перехода вишневой окраски раствора в желто-зеленую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ванадия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора соли Мора по ванадию, г/см³;

m — масса навески чугуна, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в таблице.

Массовая доля ванадия, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Δ	d_1	d_2	d_3	δ
От 0,02 до 0,05 включ.	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
Св. 0,05 » 0,1 »	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
» 0,1 » 0,2 »	0,017	0,021	0,017	0,021	0,011
» 0,2 » 0,5 »	0,026	0,033	0,028	0,034	0,017
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).