

**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 фенилантрахилиновой 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

С. 2 ГОСТ 19863.2—91

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-фенилантрапиловая 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 фенилантрапиловой 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.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль 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 фенилантрапиловой 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  $0,02 \text{ моль/дм}^3$  при массовой доле ванадия менее 0,5% или раствором  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  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  $\text{г/см}^3$  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> 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 сляной кислоты 1:1, по 10 см<sup>3</sup> борофтористоводородной 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,<br>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—75                              | 2.2          |
| ГОСТ 25086—87                              | 1.1          |
| ТУ 6-09-3501—74                            | 2.2          |