

**СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ****Методы определения хрома и ванадия**

Vanadium base alloys and alloying elements.  
Methods for determination of chromium and vanadium

**ГОСТ**  
**26473.10-85**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 752 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.91

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения хрома (от 5 до 10% и от 30 до 40%) и титриметрический метод последовательного определения ванадия (30—40%) и хрома (от 5 до 10% и от 30 до 40%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50
Кремний	1
Железо	5
Марганец	2,5
Молибден	25

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА**

Метод основан на окислении хрома до шестивалентного состояния надсерническим аммонием в присутствии катализатора

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



(азотнокислого серебра) и на последующем титровании избытка соли Мора, введенного для восстановления шестивалентного хрома, раствором марганцовокислого калия.

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 500 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 50 см<sup>3</sup> без делений.

Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 1:5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот готовят следующим образом: к 320 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 80 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, доводят до 1 дм<sup>3</sup> водой, перемешивают.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор концентрацией 250 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Марганец (II) сернокислый 5-водный по ГОСТ 435—77.

Калий марганцовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Калий двуххромовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Соль закисен железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: 39,5 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, содержащей 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

N-фенилантранильная кислота, раствор концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>: 0,1 г углекислого натрия растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды, добавляют 0,1 г фенилантранильной кислоты и доводят объем до 100 см<sup>3</sup> водой.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

2.1.1. Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и двуххромовокислого калия ( $K_1$ ): в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вводят из бюретки 10 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавлен-

ной 1:5, пять капель раствора соли фенилантравиловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода сине-фиолетовой окраски в зеленую.

Соотношение ( $K_1$ ) объемов растворов соли Мора и двуххромовокислого калия вычисляют по формуле:

$$K_1 = \frac{V_1}{V_2},$$

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

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

Соотношение ( $K_1$ ) устанавливают перед применением соли Мора.

2.1.2. Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и марганцовокислого калия ( $K_2$ ): в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> приливают 200 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:5, вводят из бюретки 15 см<sup>3</sup> раствора соли Мора и титруют раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

Соотношение ( $K_2$ ) объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия вычисляют по формуле

$$K_2 = \frac{V_1}{V_2},$$

где  $V_1$  — объем раствора соли Мора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

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

Соотношение ( $K_2$ ) устанавливают перед проведением определения хрома.

## 2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Растворение навески анализируемой пробы и подготовку раствора для определения хрома проводят, как описано в ГОСТ 26473.4—85.

### 2.2.2. Проведение определения

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 50 см<sup>3</sup> «основного раствора» (см. ГОСТ 26473.4—85), содержащего 0,01—0,04 г хрома, приливают 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, 150 см<sup>3</sup> воды и нагревают до кипения. К раствору добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 60—80 см<sup>3</sup> раствора надсерниокислого аммония, кипятят 1—2 мин, добавляют несколько кристаллов серниокислого марганца и кипятят раствор до полного окисления хрома (до появления розовой окраски марганцовой кислоты) и до полного разложения избытка надсерниокислого аммония (прекращение выделения мелких пузырьков).

Затем приливают 6—10 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия и кипятят до перехода малиновой окраски раствора в желтую.

Раствор охлаждают до 15—17°C, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора соли Мора и титруют избыток соли Мора раствором марганцовокислого калия до появления слабо-розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

### 2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю хрома ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,001733 \cdot K_1 \cdot (V_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot V_3 \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где  $V_1$  — объем раствора соли Мора, добавленный к анализируемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование избытка соли Мора, см<sup>3</sup>;

$K_1$  — соотношение объемов растворов соли Мора и двуххромовокислого калия;

$K_2$  — соотношение объемов растворов соли Мора и марганцовокислого калия;

0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см<sup>3</sup> хрома;

$V_3$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хрома, %	Допускаемое расхождение, %
5	0,5
10	0,6
30	1,0
40	1,2

2.3.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплавов и лигатур.

## 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ И ХРОМА

Метод основан на последовательном титровании ванадия (V) и ванадия с хромом раствором соли Мора в сернокислой среде.

Ванадий окисляют до пятивалентного состояния марганцовокислым калием. Для окисления ванадия и хрома в высшее валент-

ное состояние применяют надсерникоислый аммоний в присутствии катализатора (азотнокислого серебра).

### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 400 и 500 см<sup>3</sup>.

Колбы конические вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup> и 1 дм<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 10 см<sup>3</sup> без делений.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 500 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, раствор концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрацией 2,5 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсерникоислый по ГОСТ 20478—75, раствор концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор концентрацией 150 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий двухромовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

Соль закиси железа и аммония, двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>: 39,5 г соли Мора помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, содержащей 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Калий двухромовокислый, раствор молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из стандарт-титра, 0,1 н.

N-фенилантраниловая кислота, раствор концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>: 0,1 г углекислого натрия растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты и доводят объем до 100 см<sup>3</sup> водой.

3.1.1. Устанавливают соотношение между растворами соли Мора и двухромовокислого калия ( $K_1$ ) по п. 2.1.1.

### 3.2. Подготовка к анализу

Навеску анализируемой пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 120 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до кипения и в горячий раствор приливают 20—25 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. Если проба растворяется плохо, то добавляют еще 15—20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают до полного растворения пробы, упаривают до 50—70 см<sup>3</sup>, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой (основной раствор).

### 3.3. Проведение определения

3.3.1. Определение ванадия: в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> основного раствора (п. 3.2), приливают 15—20 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, упаривают дважды до выделения паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>, охлаждают в холодной воде до 15—20°C и приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски. Через 10—15 мин избыток марганцовокислого калия разрушают раствором щавелевой кислоты, приливая ее по каплям до исчезновения розовой окраски и 1—2 капли в избыток. Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора ортофосфорной кислоты, 5—7 капель раствора соли фенилантраниловой кислоты и титруют ванадий раствором соли Мора до перехода окраски из красно-фиолетовой в зеленую ( $V_1$ ) (раствор сохраняют для определения хрома).

3.3.2. Определение хрома: раствор после определения в нем ванадия (п. 3.3.1) разбавляют водой до 250 см<sup>3</sup>, нагревают до 50—70°C, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра, 50 см<sup>3</sup> раствора надсерниокислого аммония, приливая постепенно небольшими порциями, нагревают до появления розовой окраски марганцовой кислоты и кипятят до прекращения выделения пузырьков кислорода. Стенки колбы обмывают водой и снова кипятят в течение 2—3 мин. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия и нагревают до исчезновения малиновой окраски. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора ортофосфорной кислоты, 5—7 капель раствора соли фенилантраниловой кислоты, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, выдерживают 2—3 мин, периодически взбалтывая, и титруют ванадий и хром раствором соли Мора до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в зеленую ( $V_2$ ).

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю ванадия ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,005095 \cdot K \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

где  $V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование,  $\text{см}^3$ ;

0,005095 — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в  $\text{г}/\text{см}^3$  ванадия;

$K$  — соотношение объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия;

$V_2$  — вместимость мерной колбы,  $\text{см}^3$ ;

$V_3$  — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

3.4.2. Массовую долю хрома ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,001733 \cdot K \cdot V_3 \cdot 100}{m \cdot V_4}$$

где  $V_2$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование суммы ванадия и хрома,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия,  $\text{см}^3$ ;

0,001733 — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в  $\text{г}/\text{см}^3$  хрома;

$K$  — соотношение объемов растворов соли Мора и двухромовокислого калия;

$V_3$  — объем мерной колбы,  $\text{см}^3$ ;

$V_4$  — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

3.4.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля, %		Допускаемое расхождение, %
Ванадий	30	0,9
	40	1,2
Хром	5	0,7
	10	0,8
	30	1,3
	40	1,6

Изменение № 1  
тоды определени

Утверждено и в  
СССР по управл

Пункт 2.3.2.  
емых расходов



таблица 2.  
10 на 10,0; 30 на 30,0;  
Пункт 3.1.  
Пункт 3.4.  
емых расхожде  
таблица 3.  
30 на 30,0; 40