

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ**Методы определения ванадия**

Alloy cast iron.
Methods for determination of vanadium

**ГОСТ
2604.7—84**

Взамен
ГОСТ 2604.7—77

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 января 1984 г. № 358 срок действия установлен

с 01.01.85

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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 1,00 %) в легированном чугуне.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2604.0—77.

2. МЕТОД АМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

2.1. Сущность метода — по ГОСТ 12351—81.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы — по ГОСТ 12351—81 с дополнениями.

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

Стандартные растворы ванадия.

Стандартный раствор А с массовой концентрацией ванадия 0,001 г/см³: 1,7852 г пятиоксида ванадия растворяют 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, обмыва-

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Переиздание. Март 1986 г.

ют 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.

Стандартный 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—81 с дополнением.

Если при растворении навески остается нерастворимый остаток, содержащий кремневую 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, озоляют 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 550—600 °С, 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.

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 свыше 3,5 % удаляют отгонкой в виде хлористого хрома.

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 с массовой долей 0,2 %.

Кислота фенилантраниловая, раствор с массовой долей 0,2 %: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см³ горячего раствора углекислого натрия.

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 0,50 % или 0,5 г — при массовой доле ванадия от 0,50 до 1,00 % 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 раствора и избыток 3—5 см³, продолжают нагревать до удаления окислов азота и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Если навеска нерастворима в серной кислоте, то ее растворяют в 30—40 см³ соляной кислоты, затем осторожно по каплям прибавляют азотную кислоту до прекращения вспенивания и избыток 3—5 см³, продолжают нагревать до удаления окислов азота, приливают 50 см³ серной кислоты (1 : 4), выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты. Содержимое стаканов охлаждают, приливают 100 см³ воды и растворяют соли при нагревании. К охлажденному раствору прибавляют 10 см³ железа (II) сернокислого для восстановления частично окисленного хрома.

3.3.1.1. Если при растворении навески остается нерастворимый остаток, содержащий кремневую 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, озоляют 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 550—600 °С, охлаждают, остаток в тигле сплавляют с 2—3 г пирокислого 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 свыше 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 подготовленному вышеуказанным способом раствору 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 с массовой долей 2,5 % до появления ус-

тойчивой розовой окраски. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия с массовой долей 2 % до исчезновения розовой окраски и немедленно 10 см³ раствора мочевины. Через 3 мин раствор титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией эквивалента, равной 0,01 моль/дм³, 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.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где V — количество раствора соли Мора, израсходованное на титрование, см³;

T — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ ванадия;

m — масса навески чугуна, г.

4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать указанных в таблице.

Массовая доля ванадия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,02 до 0,05	0,008
Св. 0,05 » 0,10	0,01
» 0,10 » 0,20	0,02
» 0,20 » 0,50	0,03
» 0,50 » 1,00	0,05

Изменение № 1 ГОСТ 2604.7—84 Чугун легированный. Методы определения ванадия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.89 № 1159

Дата введения 01.01.90

По всему тексту стандарта заменить слово: «кремневой» на «кремниевой» (пп. 2.3, 3.3.1.1).

Вводная часть. Заменить значение: 1,00 на 1,0;

дополнить абзацем: «Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 4947—86 в части потенциометрического метода».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «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_k , приведенного в таблице».

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции: «**Определение ванадия методом амперометрического титрования**».

Пункт 2.2. Третий абзац. Заменить слово: «ванадия» на «пятиокиси ванадия»;

после слов «1,7852 г пятиокиси ванадия растворяют» дополнить словами: «при нагревании»;

четвертый, пятый абзацы. Исключить слово: «Стандартный».

Пункты 2.3, 3.3.1.1 после слов «Тигель прокаливают при» дополнить словом: «температуре».

Пункт 3.2. Заменить слова: «раствор с массовой долей 0,2 %» на «раствор 0,002 г/см³», «раствор с массовой долей 0,2 %» на «индикатор»;

пятый абзац дополнить словом: «охлаждают».

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2604.7—84)

Пункт 3.3. Заменить значения: 0,50 на 0,5 % (2 раза); 1,00 на 1,0 %.

Пункт 3.3.1 изложить в новой редакции: «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».

Пункт 3.3.2. Третий абзац. Заменить слова. «К подготовленному вышеуказанным способом раствору приливают» на «К раствору, полученному любым из способов, приведенных в пп 3.3.1 и 3.3.2, приливают»; «раствор марганцовокислого калия с массовой долей 2,5 %» на «раствор марганцовокислого калия 25 г/дм³»; «раствор азотистокислого натрия с массовой долей 2 %» на «раствор азотнокислого натрия 0,02 г/см³»;

исключить слова: «с молярной концентрацией эквивалента, равной 0,01 моль/дм³».

Пункт 4.1. Экспликация. Заменить слова: «количество» на «объем», «израсходованное» на «израсходованный», «соли Мора, выраженное в г/см³ ванадия» на «соли Мора по ванадию, г/см³».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «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_K	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

(ИУС № 7 1989 г.)