

## СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

## Метод определения циркония и алюминия

Vanadium base alloys and alloying elements.  
Method for determination of zirconium and aluminium

ГОСТ  
26473.11-85

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 комплексонометрический метод определения циркония (от 5 до 25%) и алюминия (от 5 до 30%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Железо	0,5
Кремний	0,5
Ниобий	25
Углерод	0,5

Метод основан на отделении циркония и алюминия от ванадия и ниобия осаждением аммиаком в присутствии перекиси водорода, последовательном определении циркония и алюминия в одном растворе путем прямого комплексонометрического титрования циркония в солянокислом растворе с индикатором ксиленоловым оранжевым и обратного титрования избытка трилона Б, добавленного для связывания алюминия, раствором соли цинка при pH 5,5 с индикатором ксиленоловым оранжевым.

здание официальное

Перепечатка воспрещена



## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1100°C.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Чашки кварцевые.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 200, 250 и 500 см<sup>3</sup>.

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

Колбы мерные вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 10 и 20 см<sup>3</sup> без делений.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» или «желтая лента».

Воронки стеклянные конические.

Тигли фарфоровые.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 25, 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Бумага индикаторная «конго».

Бумага индикаторная универсальная.

Калий пиросульфидный по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:5 и 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, растворы концентрацией 100 и 20 г/дм<sup>3</sup>.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

Промывной раствор: к 1000 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>, добавляют 2—3 см<sup>3</sup> перекиси водорода и 2 см<sup>3</sup> аммиака.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Ксиленоловый оранжевый, раствор концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Циркония хлорокись.

Стандартный раствор циркония, содержащий около 5 мг/см<sup>3</sup> циркония: 17,65 г хлорокиси циркония помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 300 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения навески. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

Точную массовую концентрацию циркония устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают до 50—80°C и осаждают гидроксид циркония раствором аммиака. Осадок отфильтровывают через фильтр «белая лента», промывают горячей водой, содержащей 10 см<sup>3</sup> аммиака на 500 см<sup>3</sup> воды. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, подсушивают, озоляют, прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин при 1000—1100°C, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до постоянной массы.

Массовую концентрацию ( $C_1$ ) стандартного раствора циркония, выраженную в мг/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot 0,7403}{20},$$

где  $m$  — масса осадка двуокиси циркония, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий.

Трилон Б (соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 18,61 г трилона Б растворяют в воде при нагревании до 70—80°C, раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Трилон Б (соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрацией 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 9,3 г трилона Б растворяют в воде при нагревании до 70—80°C, раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

Уротропин технический по ГОСТ 1381—73.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

Цинк хлористый, раствор концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 3,2690 г металлического цинка помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, смачивают 20—30 см<sup>3</sup> воды и приливают небольшими порциями 25 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения цинка и упаривают до влажных солей. Соли растворяют при нагревании в воде, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

2.1. Установка массовой концентрации (0,025 моль/дм<sup>3</sup>) раствора трилона Б по цирконию

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония, добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1, 60 см<sup>3</sup> воды, нагревают до 60—70°C, добавляют 2—3 капли раствора ксиленолового оран-

жевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из малиновой в желтую. Раствор нагревают до кипения, добавляют еще 1 каплю раствора ксиленолового оранжевого и при появлении малиновой окраски раствора прибавляют еще по каплям раствор трилона Б до перехода окраски в желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б ( $C_2$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> циркония, вычисляют по формуле:

$$C_2 = \frac{10 \cdot C_1}{V},$$

где  $C_1$  — массовая концентрация стандартного раствора циркония, выраженная в г/см<sup>3</sup> циркония;

10 — объем стандартного раствора циркония, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

2.2. Установка соотношения между растворами трилона Б (0,05 моль/дм<sup>3</sup>) и хлористого цинка: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого цинка, приливают 80 см<sup>3</sup> воды, нейтрализуют аммиаком до рН 3,5—4,0 по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 1,5—2 г уротропина, 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую.

Соотношение ( $K$ ) объемов растворов трилона Б и хлористого цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{20}{V},$$

где 20 — объем раствора хлористого цинка, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевую чашку, добавляют 3—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при 800—900°C до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в смеси 20—25 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 5, с 10—15 см<sup>3</sup> перекиси водорода. Полученный раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 20—25 см<sup>3</sup> раствора хлористого аммония концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>, нагревают до кипения и осторожно прибавляют аммиак, разбавленный 1 : 1, до слабого избытка его по запаху (рН раствора

около 7 по универсальной индикаторной бумаге) и продолжают кипячение несколько минут.

Дают осадку скоагулировать, быстро фильтруют раствор с осадком через бумажный фильтр средней плотности «белая лента» и осадок на фильтре промывают 6—7 раз горячим промывным раствором.

Фильтр с осадком помещают в колбу, в которой велось осаждение, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до полного растворения осадка, добавляют 3—5 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют цирконий раствором трилона Б (0,025 моль/дм<sup>3</sup>) до перехода окраски раствора из малиновой в желтую. Раствор нагревают до кипения, добавляют еще 1 каплю раствора ксиленолового оранжевого и при появлении малиновой окраски раствора прибавляют еще по каплям раствор трилона Б до перехода окраски в желтую ( $V_1$ ).

К раствору после определения в нем циркония добавляют из бюретки 25—30 см<sup>3</sup> раствора трилона Б (0,05 моль/дм<sup>3</sup>), нейтрализуют аммиаком (около 20 см<sup>3</sup> аммиака) по индикаторной бумаге «конго» до перехода окраски из синей в сиренево-розовую. Раствор нагревают и кипятят 10—15 мин. По охлаждению до комнатной температуры добавляют 1—1,5 г уротропина, 3—4 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором цинка до перехода окраски раствора из розовой в малиновую ( $V_2$ ).

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю циркония ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_2 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б (0,025 моль/дм<sup>3</sup>), израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> циркония;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Массовую долю алюминия ( $X_2$ ) в процентах исчисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 \cdot K - V_2) \cdot 0,001349 \cdot 100}{m},$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б (0,05 моль/дм<sup>3</sup>), добавленный к анализируемому раствору, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора цинка, израсходованный на титрование избытка трилона Б,  $\text{см}^3$ ;

0,001349 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в  $\text{г}/\text{см}^3$  алюминия;

$K$  — соотношение объемов растворов трилона Б и хлористого цинка;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Цирконий 5	0,5
15	0,6
25	0,7
Алюминий 5	0,2
15	0,4
20	0,5
30	0,7

**Изменение № 1 ГОСТ 26473.11—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения циркония и алюминия**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677**

**Дата введения 01.01.92**

Раздел 2. Исключить слова и ссылку: «Кальций хлористый (плавленный) по ГОСТ 4460—77», ГОСТ 989—75.

*(Продолжение см. с. 40)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.11—85)*

Пункт 4.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «4.3. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля, %». Заменить значения для циркония — 5 на 5,0; 15 на 15,0; 25 на 25,0; для алюминия — 5 на 5,0; 15 на 15,0; 20 на 20,0; 30 на 30,0.

(ИУС № 8 1991 г.)