УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения железа

Titanium alloys.
Methods for the determination of iron

ГОСТ
19863.5—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 2,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0%) методы определения железа.

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. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного гидрохлоридом гидроксиламина, образовании оранжевого комплекса двухвалентного железа с 1,10-фенантролином при pH 5 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4202 плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1 : 3.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и раствор 1 : 1.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.

1,10-фенантролин.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Смесь реактивов: в коническую колбу вместимостью 1 дм³ помещают 1,25 г 1,10-фенантролина, приливают 500 см³ воды и нагревают до растворения. К раствору добавляют 40 г винной кислоты, 500 г уксуснокислого натрия, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают. Раствор пригоден для применения в течение 3 недель.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартные растворы железа

Раствор А: 0,1 г железа помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 80 см³ раствора соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, ополаскивают часовое стекло водой в стакан, в котором проводили растворение, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и нагревают до растворения пробы, поддерживая первоначальный объем водой.

В раствор приливают по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски и в избыток пять капель, кипятят 1—2 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.4.2. Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают воду до 60 см³, 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, 20 см³ смеси реактивов, через 10 мин доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,1 включ.	25
Св. 0,1 » 0,5 »	5
» 0,5 » 1,0 »	2
» 1,0 » 2,0 »	1

2.4.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин при длине волны 510 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по пп. 2.4.1 и 2.4.2 со всеми используемыми в анализе реактивами.

При анализе сплавов, содержащих хром, никель и ванадий, раствором сравнения служит компенсирующий раствор: аликвотную часть раствора пробы согласно табл. 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В этом случае оптическую плотность раствора контрольного опыта измеряют по отношению к воде и вычитают из оптической плотности растворов пробы.

Массовую долю железа рассчитывают по градуировочному графику.

2.4.4. *Построение градуировочного графика*

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003; 0,000035; 0,000035, 0,00004; 0,000045; 0,00005 г железа, во все колбы приливают по 5 см³ раствора контрольного опыта и далее продолжают по пп. 2.4.2 и 2.4.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,006
Св. 0,030 » 0,100 »	0,006	0,010
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,06
» 1,00 » 2,00 »	0,08	0,10

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени ацетилен - воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для железа.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 2 : 1 и 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм³: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 160 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм³: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 1 г чистого карбонильного железа растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, добавляют несколько капель азотной кислоты, кипятят раствор в течение 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г железа.

3.3. Подготовка к анализу — по п. 2.3.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески пробы, см³	Вместимость мерной колбы, см³	Объем добавляемого раствора соляной кислоты 1 : 1, см³
От 0,01 до 0,10 включ.	0,5	100	2
Св. 0,10 » 1,0 »	0,25	250	5
» 1,0 » 5,0 »	0,25	250	—

После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 (см. табл. 3), доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.2. При массовой доле железа свыше 1,0 до 5,0% отбирают аликвотную часть раствора 20 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.4.1 и 3.4.2.

3.4.4. *Построение градуировочного графика*

3.4.4.1. При массовой доле железа от 0,01 до 0,1%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0 см³ стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006 г железа.

3.4.4.2. При массовой доле железа свыше 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г железа.

3.4.4.3. При массовой доле железа свыше 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г железа.

3.4.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.4.4.1, 3.4.4.2, 3.4.4.3, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию железа при длине волны 248,3 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация железа, г/см³».

Массовую концентрацию железа в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески в растворе пробы или в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

3.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 » 0,050 »	0,005	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,015
» 0,100 » 0,250 »	0,015	0,020
» 0,250 » 0,500 »	0,025	0,030
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,15
» 2,50 » 5,00 »	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; **Л. В. Антоненко**; **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 19863.5—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 13610—79	3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 25086—87	1.1

gost.e-ecolog.ru