УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВ ТИТАН-НИКЕЛЬ

Метод определения титана

Titanium-nickel alloy.
Method for the determination of titanium

ГОСТ
19863.15—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает дифференциальный фотометрический метод определения титана при массовой доле от 40,0 до 50,0%.

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. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, образовании оранжево-желтого комплекса титана с диантипирилметаном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 480 нм.

Из разных аликвотных частей одного раствора пробы определяют содержание титана, никеля, а также железа и меди (атомно-абсорбционным методом соответственно по ГОСТ 19863.5—90 и ГОСТ 19863.14—90).

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр.

Фильтры беззольные по ТУ 6-09-1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3 и раствор 1 : 2.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

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

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

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

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Диантипирилметан по ТУ 6-09-3835.

Смесь реактивов: 40 г диантипирилметана, 16 г тиомочевины помещают в коническую колбу вместимостью 2000 см³, приливают 700—800 см³ раствора соляной кислоты и перемешивают вращением колбы до полного растворения реактивов, добавляют 6 см³ раствора сернокислой меди, доливают до 1000 см³ раствором соляной кислоты и перемешивают.

При необходимости раствор фильтруют через складчатый фильтр из фильтровальной бумаги в сухую или слегка подогретую колбу во избежание кристаллизации.

Раствор готовят непосредственно перед употреблением.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100 или титан йодидный.

Стандартные растворы титана

Раствор А: 0,4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 160 см³ раствора серной кислоты, поддерживая первоначальный объем водой После окончания растворения добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски и 3—4 капли в избыток. Стенки колбы обмывают 50—70 см³ воды, перемешивают раствор и кипятят 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 0,0004 г титана.

Раствор Б: 0,1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 160 см³ раствора серной кислоты и проводят растворение, как указано для раствора А.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г титана.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора серной кислоты и растворяют при нагревании.

4.1.1. В раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски, 3—4 капли в избыток, приливают 50 см³ воды, перемешивают и кипятят 1—2 мин.

4.1.2. При наличии в сплаве меди в раствор вместо гидрохлорида гидроксиламина добавляют по каплям азотную кислоту до

исчезновения фиолетовой окраски и полного растворения частиц меди, затем нагревают до выделения белых паров серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды, перемешивают и кипятят 1—2 мин.

4.2. Раствор, полученный по п. 4.1.1 или п. 4.1.2, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 4,0 см³, содержащую от 1,6 до 2,0 мг титана, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

4.3. К аликвотной части раствора приливают 25 см³ смеси реактивов, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4. Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 480 нм в кюветах с толщиной фотометрируемого слоя 10 мм, имеющих строго одинаковую рабочую длину.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 1,6 мг титана в объеме 50 см³.

Массовую долю титана определяют по градуировочному графику.

4.5. Построение градуировочного графика

В пять мерных колб вместимостью по 50 см³ отмеряют по 4 см³ стандартного раствора А, затем в четыре из них отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 1,6; 1,7; 1,8; 1,9; 2,0 мг титана, и далее продолжают по пп. 4.3, 4.4.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100,$$

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

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

5.2. Абсолютное допускаемое расхождение не должно превышать: результатов параллельных определений 0,3%; результатов анализа 0,4%.

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**; **Л. В. Антоненко**; **А. И. Королева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 626

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	3
ГОСТ 4165—78	3
ГОСТ 4204—77	3
ГОСТ 4461—77	3
ГОСТ 5456—79	3
ГОСТ 6344—73	3
ГОСТ 17746—79	3
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-3935—74	3
ТУ 6-09-1678—86	3

gost.e-ecolog.ru