УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения ниобия

Titanium alloys.
Methods for the determination of niobium

ГОСТ 19863.9—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле от 0,1 до 5,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 5,0%) методы определения ниобия.

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 НИОБИЯ С РЕАГЕНТОМ 1-(2-пиридил-А30)-РЕЗОРЦИНОМ (ПАР) (при массовой доле ниобия от 0,5 до 5,0%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании в растворе соляной кислоты 0,75 моль/дм^3 окрашенного оранжево-красного комплекса с ПАР и измерении оптической плотности раствора при длине волны 536 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, раствор 1 моль/дм^3.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 200 г/дм³.

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

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Соль динатриевая этилендиамин — NNN′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм³: 4,65 г трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ воды и растворяют при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Пятиокись ниобия.

Стандартный раствор ниобия: 0,0715 г пятиокиси ниобия сплавляют в кварцевом или платиновом тигле с 3 г пиросернокислого калия при температуре (800±10)°С в муфельной печи. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 75 см³ раствора винной кислоты и выщелачивают плав при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г ниобия.

1-(2-пиридил-азо)-резорцин мононатриевая соль (ПАР), раствор 1 г/дм³: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Для проведения контрольного опыта таким же образом растворяют 0,1 г титана.

В раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски, десять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 15 см³ раствора винной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 1 см³ раствора винной кислоты, 1 см³ раствора трилона Б, 38,5 см³ раствора соляной кислоты, 1 см³ раствора ПАР, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля ниобия, %	Объем аликвотной части, см³
От 0,5 до 2,5 включ.	2,5
Св. 2,5 » 5,0 »	1

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны 536 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта со всеми используемыми в анализе реактивами по пп. 2.3.1, 2.3.2.

2.3.4. Массовую долю ниобия рассчитывают по градуировочному графику.

2.3.5. *Построение градуировочного графика*

2.3.5.1. При массовой доле ниобия от 0,5 до 2,5%

В восемь мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают по 2,5 см³ раствора титана, в семь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 см³ стандартного раствора ниобия, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 г ниобия.

2.3.5.2. При массовой доле ниобия от 2,5 до 5,0%

В восемь мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают по 1 см³ раствора титана, в семь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 см³ стандартного раствора ниобия, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 г ниобия.

2.3.5.3. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 2.3.5.1 и 2.3.5.2, приливают по 1 см³ раствора винной кислоты и далее поступают по пп. 2.3.2 и 2.3.3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен ниобий.

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

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю ниобия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы в соответствующей аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля ниобия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,04	0,05
Св. 1,00 » 2,50 »	0,06	0,07
» 2,50 » 5,00 »	0,12	0,15

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С СУЛЬФОХЛОРФЕНОЛОМ С

(при массовой доле ниобия от 0,1 до 1,5%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании в растворе соляной кислоты 1 моль/дм³ сине-фиолетового комплексного соединения ниобий — сульфохлорфенол С-тартрат и измерении оптической плотности раствора при длине волны 650 нм.

Влияние титана, циркония и железа устраняют введением, соответственно, винной кислоты, трилона Б и гидроксиламина гидрохлорида.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³, раствор 1 : 3.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817, растворы 30 г/дм³ и 200 г/дм³.

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

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм³ (готовят по п. 2.2).

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Пятиокись ниобия.

Стандартные растворы ниобия

Раствор А — готовят по п. 2.2.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г ниобия.

Раствор Б (свежеприготовленный): 10 см³ раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором винной кислоты 30 г/дм³ до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г ниобия.

Сульфохлорфенол С, раствор 10 г/дм³: 0,13 г реактива тщательно измельчают в агатовой ступке, помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 80 см³ воды и растворяют при слабом нагревании. Через 1 ч раствор фильтруют через фильтр («синяя лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Для проведения контрольного опыта таким же образом растворяют 0,1 г титана.

В раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетового окрашивания, десять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 10 см³ раствора винной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. К аликвотной части раствора в соответствии с табл. 3 в мерной колбе вместимостью 50 см³ приливают 1 см³ раствора трилона Б, 10 см³ раствора соляной кислоты, 1 см³ раствора сульфохлорфенола С, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля ниобия, %	Объем аликвотной части, см³
От 0,1 до 0,5 включ.	5
Св. 0,5 » 1,0 »	2
» 1,0 » 1,5 »	1

3.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны 650 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта со всеми используемыми в анализе реактивами.

3.3.4. Массовую долю ниобия рассчитывают по градуировочному графику.

3.3.5. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают по 2 см³ раствора контрольного опыта, в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,000025, 0,00003 г ниобия, и поступают по пп. 3.3.2 и 3.3.3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен ниобий.

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

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю ниобия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

m_1 — масса навески пробы в соответствующей аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 4

Массовая доля ниобия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,30 включ.	0,02	0,03
Св. 0,30 » 0,50 »	0,04	0,05
» 0,50 » 1,50 »	0,06	0,07

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции ниобия при длине волны 334,4 нм в пламени ацетилен — закись азота.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для ниобия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

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

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

Кислота борная по ГОСТ 9656 и насыщенный раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий хлористый по ГОСТ 3759.

Ниобий по ГОСТ 16100 марки Нбш-00.

Стандартные растворы ниобия

Раствор А: 2,5 г металлического ниобия помещают во фторопластовый стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 20 см³ смеси фтористоводородной и азотной кислот в соотношении 1 : 1. Растворение ведут при комнатной температуре, смесь кислот добавляют небольшими порциями. После растворения навески добавляют 30 см³ насыщенного раствора борной кислоты и оставляют стоять на 10 мин. Затем добавляют 5 см³ пероксида водорода и 10 см³ соляной кислоты.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают и переливают во фторопластовый стакан, в котором проводили растворение.

1 см³ раствора А содержит 0,025 г ниобия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1 см³ раствора пероксида водорода, 10 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0025 г ниобия.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 1 см³ раствора пероксида водорода, 10 см³ борофтористоводородной кислоты и 20 см³ раствора хлористого алюминия. После добавления каждого реактива раствор осторожно перемешивают. Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В пять конических колб вместимостью по 100 см³ помещают по 0,5 г сплава, аналогичного по составу анализируемому, но не содержащего ниобий, в четыре из них отмеряют 1,0; 4,0; 7,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0025; 0,01; 0,0175; 0,025 г ниобия, и проводят растворение по п. 4.3.1.

4.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — закись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию ниобия при длине волны 334,4 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям ниобия строят градуировочный

график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация ниобия, г/см³».

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

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю ниобия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

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

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

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески в растворе пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля ниобия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,10
Св. 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; **А. И. Королева**; **О. Л. Скорская**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 5.05.91 № 625**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19863.9—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 3759—75	4.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4461—77	4.2
ГОСТ 5456—79	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	4.2
ГОСТ 5817—77	2.2; 3.2
ГОСТ 7172—76	2.2; 3.2
ГОСТ 9656—75	4.2
ГОСТ 10484—78	4.2
ГОСТ 10652—73	2.2; 3.2
ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 16100—79	4.2
ГОСТ 17746—79	2.2; 3.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6—09—1678—86	2.2; 3.2

gost.e-ecolog.ru