

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

ГОСТ 6689.21—92

Издание официальное

БЗ 5—92/646

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения титана

Nickel, nickel and copper-nickel alloys. Methods for the determination of titanium

ГОСТ 6689.21—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические и атомно-абсорбционный методы определения титана (при массовой доле титана от 0,05 до 0,4%) в медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа – по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с перекисью водорода желто-оранжевого комплекса и измерения оптической плотности полученного раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.
Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:4.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.
Водорода перекись по ГОСТ 10929.
Титан металлический с содержанием титана не менее 99,5%.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Калий-титан фтористый.

Стандартный раствор титана А

Из металлического титана раствор готовят: 0,2 г титана растворяют при нагревании в 100 см³ серной кислоты (1 : 4). Затем при кипячении окисляют титан, прибавляя по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 0,0004 г титана.

Из фтористого калия-титана раствор готовят: 1,002 г препарата помещают в платиновую чашку, растворяют в 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до получения влажного остатка, который растворяют в 50 см³ серной кислоты (1 : 4). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ серной кислоты (1 : 4) и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0004 г титана

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ азотной и 1 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. К раствору добавляют 20 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при 410 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. Раствором сравнения служит тот же раствор, но без добавления перекиси водорода.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, 25 см³ серной кислоты (1 : 4), 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ перекиси водорода и доливают до метки водой. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %	
	d	D
От 0,05 до 0,2 включ.	0,01	0,01
Св. 0,2 » 0,4 »	0,02	0,03

2.4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавки, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании титаном комплекса с диантипирилметаном, окрашенного в золотисто-желтый цвет, и измерении оптической плотности полученного раствора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота аскорбиновая, раствор 100 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор 10 г/дм³: 10 г реактива растворяют в 200 см³ воды, добавляют 80 см³ соляной кислоты (концентрированной), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают

Титан металлический с содержанием не менее 99,5% титана.

Калий-титан фтористый.

Стандартный раствор титана А готовят, как указано в п. 2.2.

Стандартный раствор титана Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают, готовят в день применения.

1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г титана.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску массой 5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1:1), 2 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и раствор выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении остаток растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли титана отбирают аликвотную часть раствора — 10 см³ (от 0,05 до 0,1%) и 5 см³ (от 0,1 до 0,4%) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ воды и устанавливают pH=7—8 раствором уксуснокислого натрия по универсальной индикаторной бумажке. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), 2,5 см³ аскорбиновой кислоты, 25 см³ диантипирилметана, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, с синим светофильтром ($\lambda_{эф}$=400 нм) или на спектрофотометре при 365 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. В качестве раствора сравнения применяют такой же раствор, но без добавления диантипирилметана.

3.3.2 *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б титана, добавляют по 10 см³ воды и устанавливают pH=7—8 раствором уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана

3.4. Обработка результатов

3.4.1 Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.4.3.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами титана, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен — закись азота.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для титана.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди

Титан металлический.

Стандартный раствор титана: 0,1 г титана помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ серной кислоты (1 : 4) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 г титана.

4.3. Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию титана в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 364,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Построение градуировочного графика*

В четыре мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 3,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, что соответствует 1,0; 3,0; 5,0 и 6,0 мг титана, приливают по 20 см³ стандартного раствора меди и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию титана, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация титана, найденная по градуировочному графику г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

4.4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Богданова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167
3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.21—80
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3; 4.4.3
ГОСТ 199—78	3.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 859—78	4.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4461—76	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 6689.1—91	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3, 4.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 29.06.92. Подп. в печ. 20.08.92. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр. отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,43. Тир. 678 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1327

gost.e-ecolog.ru