УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения олова

Titanium alloys.
Methods for the determination of tin

ГОСТ 19863.10—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,5 до 6,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 6,0%) методы определения олова.

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. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, восстановлении олова до двухвалентного фосфорноватистокислым натрием в присутствии катализатора — хлорида одновалентной ртути и титровании олова раствором йода в присутствии крахмала в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Натрий фосфорноватистокислый 1-водный по ГОСТ 200, раствор 400 г/дм³.

Хлорид одновалентной ртути (каломель).

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Йод по ГОСТ 4159.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Раствор йода 0,025 моль/дм³: 40 г йодистого калия помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Затем добавляют 6,4 г йода, тщательно перемешивают до полного растворения, переливают в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор выдерживают в течение 2—3 дней, после чего устанавливают массовую концентрацию.

Титан по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Олово по ГОСТ 860 марки О1.

Стандартный раствор олова: 1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, накрывают воронкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании, не доводя раствор до кипения.

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г олова.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 2 г/дм³. Раствор готовят перед употреблением.

Для установления массовой концентрации раствора йода по олову (T) в три конические колбы вместимостью по 500 см³ помещают 0,5 г титана, приливают по 80 см³ раствора соляной кислоты, накрывают воронкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. В охлажденный до 50—60°С раствор приливают 10 см³ стандартного раствора олова, 40 см³ раствора соляной кислоты, 8 см³ раствора фосфорноватистокислого натрия, добавляют 0,02 г каломели, доливают водой до 200 см³ и перемешивают.

Колбу закрывают пробкой с обратным воздушным холодильником длиной 80 см, раствор медленно нагревают до кипения и кипятят в течение 15 мин.

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 100 см³ воды, 5 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода до резкого изменения сиреневой окраски раствора в темно-синюю.

Массовую концентрацию раствора йода по олову (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1}, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация стандартного раствора олова, г/см³;

V — объем стандартного раствора олова, используемый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 80 см³ раствора соляной кислоты, накрывают воронкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты.

В охлажденный до 50—60°С раствор приливают 40 см³ раствора соляной кислоты, 8 см³ раствора фосфорноватистокислого натрия, добавляют 0,02 г каломели, доливают водой до 200 см³ и перемешивают.

Колбу закрывают пробкой с обратным воздушным холодильником длиной 80 см, раствор медленно нагревают до кипения и кипятят в течение 15 мин.

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 100 см³ воды, 5 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода до резкого изменения сиреневой окраски раствора в темно-синюю.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V_2 \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где V_2 — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

T — установленная массовая концентрация раствора йода по олову, г/см³;

m — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,50 включ.	0,05	0,06
Св. 1,50 » 3,00 »	0,08	0,09
» 3,00 » 6,00 »	0,15	0,20

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции олова при длине волны 286,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для олова.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

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.

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. Реактив 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.

Олово по ГОСТ 860 марки О1.

Стандартный раствор олова — по п. 2.2.

1 см³ раствора содержит 0,001 г олова.

3.3. Проведение анализа

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

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г
От 0,5 до 2,0 включ.	0,5
Св. 2,0 » 6,0 »	0,25

После растворения пробы добавляют 3—5 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

3.3.3.1. При массовой доле олова от 0,5 до 2,0%

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана А, в четыре из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г олова.

3.3.3.2. При массовой доле олова свыше 2,0 до 6,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 0,005; 0,0075; 0,01; 0,0125; 0,015 г олова.

3.3.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — закись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию олова при длине волны 286,3 нм.

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

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

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

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

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

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,10
Св. 1,00 » 3,00 »	0,10	0,15
» 3,00 » 6,00 »	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 19863.10—80**

4. **Периодичность проверки** — 5 лет

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 200—76	2.2
ГОСТ 860—75	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4147—74	2.2
ГОСТ 4159—79	2.2
ГОСТ 4232—74	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10163—76	2.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	2.2; 3.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6—09—1678—86	2.2

gost.e-ecolog.ru