ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 19863.1-91—ГОСТ 19863.16-91

Издание официальное

БЗ 12—90/932

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.715.543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения алюминия

Titanium alloys.
Methods for the determination of aluminium

ГОСТ
19863.1—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает комплексонометрический (при массовой доле от 0,2 до 10,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 10,0%) методы определения алюминия.

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. КОМПЛЕСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ ГИДРООКИСЬЮ НАТРИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, отделении алюминия от титана, марганца и хрома гидроокисью натрия в присутствии хлорида железа (III), связывании алюминия трилоном Б и титровании избытка трилона Б уксуснокислым цинком с эриохромом черным Т в качестве индикатора. Мешающее влияние ванадия при соотношении ванадия и алюминия не более чем 1 : 1 устраняют введением пероксида водорода.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с терморегулятором.

pH-метр.

Термометр стеклянный жидкостный или ртутный до 100°С с ценой деления 1°С.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

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

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1 : 2.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и растворы 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 плотностью 1,05 г/см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 200 г/дм³.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³: 200 г гидроксида натрия растворяют в 800 см³ воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 25 см³ раствора хлористого бария, перемешивают, через одни сутки фильтруют через ватный тампон или сливают декантацией в колбу вместимостью 1 дм³ и закрывают пробкой с ловушкой для углекислого газа. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147 раствор 100 г/дм³: 100 г хлорида железа (III) растворяют в 200 см³ раствора соляной кислоты 1 : 4, приливают 700 см³ воды и перемешивают.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эриохром черный Т, раствор 5 г/дм³: 0,5 г эриохрома черного Т смешивают с 4,5 г гидрохлорида гидроксиламина и растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Индикатор метиловый оранжевый: 0,1 г реагента помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды и перемешивают.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды и перемешивают.

Индикаторная бумага конго: фильтры средней плотности («белая лента») пропитывают раствором конго, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°С, нарезают и хранят в бюксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Соль динатриевая этилендиамин — N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³: 18,61 г трилона Б растворяют в 200 см³ воды, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³: 11 г уксуснокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в

200 см³ воды, приливают 20 см³ уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Стандартный раствор алюминия

1 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1. Колбу накрывают часовым стеклом или воронкой и растворяют алюминий при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г алюминия.

Для установления массовой концентрации трилона Б по алюминию (T) в три конические колбы вместимостью по 250 см³ помещают по 10 см³ стандартного раствора алюминия, приливают по 20 см³ трилона Б, 100 см³ воды, 5 см³ раствора гидроксида натрия, две капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1 : 1 до перехода желтой окраски индикатора в красную, затем приливают 5 см³ соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора из красной в желтую и добавляют 15—20 капель в избыток, устанавливая значение pH 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Раствор охлаждают до температуры 15—20°С, приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного T и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

Массовую концентрацию трилона Б по алюминию (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T=\frac{C\cdot V}{V_1-V_2\cdot K}, \qquad (1)$$

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

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

V_1 — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка

$$K=\frac{V_1}{V_2}. \qquad (2)$$

Устанавливают соотношение K между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка: в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 20 см³ трилона Б, приливают 100 см³ воды, две капли индикатора метилового оранжевого, нейтрализуют раствором соляной кислоты 1 : 1 до перехода окраски индикатора из желтой в красную. Затем приливают 2 см³ соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора из красной в желтую и добавляют 15—20 капель в избыток, устанавливая значение pH 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Раствор охлаждают до температуры 15—20°С, приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного Т и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески пробы, г
От 0,2 до 1,0 включ.	1
Св. 1,0 » 10,0 »	0,5

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, три капли в избыток, выпаривают до появления паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды, нагревают до кипения и кипятят до растворения солей. Затем приливают 10 см³ раствора хлорида железа (III) и при интенсивном перемешивании переводят раствор порциями по 10—15 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, содержащую 90 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Колбу охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Осадку дают отстояться в течение 15—20 мин, раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в коническую колбу вместимостью 250 см³, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 100 см³ переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют две капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1 : 1 до перехода окраски индикатора из желтой в крас-

ную. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают колбу до комнатной температуры в проточной воде.

Если в сплаве содержится ванадий, то к охлажденному раствору приливают 3 см³ пероксида водорода и выдерживают 10 мин.

Затем приливают из бюретки раствор трилона Б в соответствии с табл. 2, выдерживают 10 мин и нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора метилового оранжевого из красной в желтую.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Объем раствора трилона Б, см³
От 0,2 до 3,0 включ.	10
Св. 3,0 » 10,0 »	20

Если в сплаве содержится ванадий, то в раствор помещают бумагу конго и проводят нейтрализацию аммиаком до изменения ее окраски из синей в красную от одной капли аммиака.

Приливают 15—20 капель аммиака в избыток, устанавливая pH 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до температуры 15—20°С, приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного Т и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

2.3.3. Контрольный опыт учитывают в соотношении (K_1) между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ переносят аликвотную часть раствора контрольного опыта 100 см³ и продолжают по п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K_1) \cdot T}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

T — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по алюминию, г/см³;

K_1 — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

m — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,20 до 0,50 включ.	0,04	0,06
Св. 0,50 » 1,00 »	0,10	0,15
» 1,00 » 2,00 »	0,15	0,20
» 2,00 » 4,00 »	0,20	0,25
» 4,00 » 8,00 »	0,25	0,30
» 8,0 » 10,0 »	0,3	0,4

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для алюминия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

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

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм³.

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, переводят 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 150 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.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Стандартный раствор алюминия: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г алюминия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 4 помещают в стакан из стеклоуглерода вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 4

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

После растворения пробы добавляют десять капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 4, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 и раствор хлористого калия (согласно табл. 4), доливают водой до метки и перемешивают

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1, используя вместо навески пробы навеску губчатого титана.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

3.3.3.1. При массовой доле алюминия от 0,1 до 1,0%.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,0015, 0,0025; 0,0035; 0,005 г алюминия.

3.3.3.2. При массовой доле алюминия от 1,0 до 10,0%.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 10 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,001; 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г алюминия.

3.3.3.3. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, по 10 см³ раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетиленазакись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм. По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям алюминия строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация алюминия, г/см³».

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

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \qquad (4)$$

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

C_2 — массовая концентрация алюминия 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. 5.

Таблица 5

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,25 включ.	0,02	0,03
Св. 0,25 » 0,50 »	0,05	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,15
» 1,00 » 2,50 »	0,15	0,20
» 2,50 » 5,00 »	0,20	0,25
» 5,00 » 7,50 »	0,25	0,30
» 7,5 » 10,0 »	0,3	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**; **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 05.05.91 № 625

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19863.1—80**

4. **Периодичность проверки — 5 лет**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на которую дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2
ГОСТ 3117—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4108—72	2.2
ГОСТ 4147—74	2.1
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4234—77	3.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 5823—78	2.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 13928—76	2.2
ГОСТ 14069—74	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 18300—87	2.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6-09-1678—86	2.2

gost.e-ecolog.ru