УДК 669.292.3:546.821.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

## Метод определения титана

Vanadium base alloys and alloying elements. Method for determination of titanium

**ГОСТ 26473.8—85**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 752 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана (от 5 до 25%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

| Сопутствующий компонент | Массовая доля, %, не более |
|---|---|
| Алюминий | 50 |
| Железо | 3 |
| Кремний | 1 |
| Марганец | 2,5 |
| Молибден | 20 |

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения титана с диантипирилметаном в солянокислом растворе и фотометрировании окраски раствора.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 100, 200 см³.

Чашки кварцевые вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Пипетки вместимостью 2 и 5 см³ с делениями.

Микробюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 9, 1 : 10.

Кислота аскорбиновая пищевая.

Диантипирилметан, раствор концентрацией 20 г/дм³ в соляной кислоте: 2 г диантипирилметана помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 9, перемешивают, разбавляют водой до объема 100 см³, если раствор окрашен в желтый цвет, добавляют на кончике шпателя ~0,1 г аскорбиновой кислоты. Раствор готовят в день употребления.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74 марки ВТ1—00.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см³ титана: 0,1 г металлического титана в виде мелкой стружки помещают в кварцевую чашку, прибавляют 3 г пиросернокислого калия, 3—4 капли концентрированной серной кислоты, сплавляют в муфельной печи при 850—900°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят водой до метки.

Раствор титана (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ (100 мкг/см³), готовят разбавлением стандартного запасного раствора в 10 раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 10.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Подготовка пробы

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбав-

ленной 1 : 1, и 5 см³ азотной кислоты. Нагревают до полного растворения пробы, продолжая нагревание до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, осторожно по стенкам колбы приливают 50 см³ воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят до метки водой.

3.2. Проведение определения

Для определения титана в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают 1—2 см³ раствора пробы, содержащего 100—600 мкг титана, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 10 см³ воды, помещают колбу в кипящую водяную баню, нагревают в течение 5 мин и, не охлаждая, приливают 15 см³ раствора диантипирилметана. После этого раствор охлаждают до комнатной температуры (не допуская резкого охлаждения) и доводят водой до метки. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~490 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора титана.

Массу титана находят по градуировочному графику.

3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ рабочего стандартного раствора титана, что соответствует 100; 200; 300; 400; 500 и 600 мкг титана. Приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и далее поступают, как описано в п. 3.2.

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

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10^4},$$

где $m_1$ — масса титана, найденная по градуировочному графику, мкг;

$V$ — вместимость мерной колбы, см³;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

$m$ — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля титана, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| 5 | 0,4 |
| 10 | 0,6 |
| 15 | 0,7 |
| 20 | 0,9 |
| 25 | 1,0 |

**Изменение № 1 ГОСТ 26473.8—85 Сплавы и лигатура на основе ванадия. Метод определения титана**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677**

**Дата введения 01.01.92**

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: «(от 5 до 25 %)» на «(от 1 до 25 %)».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «отбирают 1—2 $см^3$ раствора пробы» на «отбирают пипеткой 1—10 $см^3$ раствора пробы».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2.

*(Продолжение см. с. 38)*

Таблица 2

| Массовая доля титана, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| 1,0 | 0,1 |
| 5,0 | 0,4 |
| 10.0 | 0,6 |
| | 0,7 |
| 20,0 | 0,9 |
| 25,0 | 1,0 |

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 8 1991 г.)