УДК 669.018.25—131.8 : 546.821.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ

Методы определения титана

Sintered hardmetals. Methods for the determination of titanum

ГОСТ 25599.3—83

(СТ СЭВ 2950—81)

ОКП 19 6100

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 января 1983 г. № 291 срок действия установлен

с 01.01.84
до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения титана: фотоколориметрический при массовой доле его от 1 до 20% и дифференциальный фотоколориметрический при массовой доле его от 10 до 40% в твердых спеченных сплавах, твердосплавных карбидных смесях и сложных карбидах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2950—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14339.0—82.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислой среде и измерении оптической плотности раствора при длине волны от 400 до 434 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Август 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³ и растворы 1 : 4 и 5%-ный.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 30%-ный раствор.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Титана двуокись или титан металлический.

Растворы титана стандартные.

Аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546—75.

Раствор А: 0,1668 г предварительно прокаленной до постоянной массы двуокиси титана растворяют в смеси 20 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония при нагревании. Раствор после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют раствором серной кислоты (1 : 4) до метки и перемешивают, или 0,1 г металлического титана растворяют в 20 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония на открытой плитке в жаропрочном стакане, покрытом часовым стеклом. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют раствором серной кислоты (1 : 4) до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г титана.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора А, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г титана.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой 0,1 г помещают в стакан, добавляют от 5 до 10 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония.

Стакан накрывают часовым стеклом и растворяют пробу при интенсивном нагревании.

После охлаждения в стакан приливают 30 см³ раствора винной кислоты. Затем раствор пробы переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

В зависимости от ожидаемого содержания титана в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора пробы в соответствии с табл. 1, затем вводят 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки 5%-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см³	Толщина поглощающего слоя кюветы, мм
От 1 до 4	20	50
Св. 4 » 9	10	50
» 9 » 20	25	10

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 400 нм, пользуясь кюветой с толщиной поглощающего слоя 50 мм,

или при длине волны 434 нм, пользуясь кюветой с толщиной поглощающего слоя 10 мм. Раствором сравнения служит анализируемый раствор.

Массовую долю титана находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм в семь мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора титана А, приливают 5 см³ серной кислоты, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при длине волны 434 нм.

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм в десять мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ стандартного раствора титана Б, приливают 5 см³ серной кислоты, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при длине волны 400 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание титана в реактивах.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям титана строят градуировочные графики.

2.3.3. Когда анализируемая проба содержит ванадий из раствора, подготовленного для измерения оптической плотности, отливают 30 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 0,1 г кислого фтористого аммония. Через 3 мин измеряют оптическую плотность окрашенного от ванадия раствора и вычитают ее от оптической плотности Ti+V, ранее измеренной.

2.4. Обработка результатов

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

$$X=\frac{m\cdot V}{m_1\cdot V_1}\cdot 100,$$

где m — масса титана в аликвотной части анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

Примечание. 1% молибдена соответствует 0,08% титана, поэтому, если в анализируемых пробах содержится молибден, эту величину вычитают из массовой доли титана, рассчитанной по формуле.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
От 1,0 до 2,5	0,05
Св. 2,5 » 5,0	0,1
» 5 » 10	0,15
» 10 » 20	0,25

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислой среде с последующим определением титана методом дифференциальной фотоколориметрии.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура в соответствии с п. 2.2.

Реактивы и растворы — по п. 2.2 и раствор сравнения.

Раствор сравнения готовят перед началом анализа: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 5 или 8 см³ стандартного раствора титана А, вводят 5%-ный раствор серной кислоты до 90 см³, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. В зависимости от содержания титана берут навеску массой в соответствии с табл. 3 и растворяют по п. 2.3.1.

Таблица 3

Массовая доля титана, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см³	Содержание титана в растворе сравнения, г	Толщина поглощающего слоя кюветы, мм
От 10 до 14	0,1	—	0,008	50
Св. 14 » 20	0,2	25	0,005	30
» 20 » 25	0,2	25	0,008	50
» 20 » 28	0,1	50	0,008	50
» 20 » 28	0,2	20	0,005	30
» 25 » 30	0,2	20	0,008	50
» 30 » 40	0,1	25	0,005	30

В охлажденный раствор приливают 1 см³ раствора перекиси водорода, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Для определения содержания титана в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают

аликвотную часть анализируемого раствора в соответствии с табл. 3, вводят 5%-ный раствор серной кислоты до 90 см³, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют при длине волны 490 нм, пользуясь кюветой и раствором сравнения в соответствии с табл. 3.

Содержание титана находят по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм в семь мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0 и 14,0 см³ стандартного раствора титана А, приливают 5%-ный раствор серной кислоты до 90 см³, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 490 нм. Раствором сравнения служит раствор, содержащий 0,008 г титана.

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего слоя 30 мм в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0 см³ стандартного раствора титана А и далее поступают, как указано выше.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 490 нм.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 0,005 г титана.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям титана строят градуировочный график.

3.3.3. При наличии в анализируемой пробе ванадия анализ проводят, как указано в п. 2.3.3.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю титана вычисляют по п. 2.4.1.

3.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
От 10 до 20	0,25
Св. 20 » 30	0,35
» 30 » 40	0,5

Изменение № 1 ГОСТ 25599.3—83 Сплавы твердые спеченные. Методы определения титана

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1184

Дата введения 01.01.89

Пункт 2.2 дополнить абзацем: «Весы аналитические типа ВЛР-200 или любого другого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более ±0,0002 г».

Пункт 2.3.1. Четвертый абзац дополнить словами: «Если раствор мутный, то часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухой стакан»;

gost.e-ecolog.ru

[illegible] дополнить словами: «не содержащий перекиси водорода».

(ИУС № 7 1988 г.)