УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения титана

Alloys and foundry alloys of rare metals. Methods for determination of titanium

ГОСТ 25278.9—82

ОКСТУ 1709

Срок действия установлен с 01.07.83 до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения титана:

фотометрический (от 1 до 20%) — для сплавов (лигатур) на основе циркония, содержащих не более 30% ниобия, и на основе ванадия, содержащих не более 10% хрома;

дифференциальный фотометрический (от 40 до 50%) — для бинарных сплавов ниобий-титан.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в тартратно-солянокислом (1,2 моль/дм³ по соляной кислоте) растворе. Гидролиз ниобия предотвращают введением винной кислоты. Ванадий (IV), железо (II), цирконий определению не мешают.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

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

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Баня водяная.
Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.
Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.
Пипетки без деления на 5, 10 и 15 см³.
Бюретка вместимостью 10 см³.
Мензурки мерные вместимостью 25 и 500 см³.
Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 150 г/дм³.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.
Кислота аскорбиновая.

Диантипирилметан, раствор 20 г/дм³: 20 г реагента растворяют в смеси, состоящей из 300 см³ воды, 60 см³ серной кислоты (1:1) и 2,0 г аскорбиновой кислоты, хорошо перемешивая до полного растворения реагента. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. (Если при стоянии из раствора выделяются кристаллы реагента, то раствор слегка подогревают до их растворения).

Титан металлический, содержащий не менее 99,9% титана, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см³ титана: 0,1 г металлического титана помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 2—4 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 700—800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор титана (рабочий), содержащий 100 мкг/см³ титана, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают. При ожидаемом содержании титана более 10% полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 10 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ винной кислоты и доводят до метки водой.

Для определения титана отбирают 5, 10 и 15 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 10 см³ винной кислоты, помещают колбы в кипящую водяную баню на 5 мин, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см³ раствора диантипирилме-

тана, 10 см³ соляной кислоты. Растворы охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=508$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору.

Массу титана находят по градуировочному графику.

2.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из микробюретки от 1,0 до 6,0 см³ рабочего раствора титана с интервалом в 1,0 см³. Добавляют 10 см³ винной кислоты, помещают колбы в кипящую водяную баню на 5 мин и, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см³ раствора диантипирилметана и 10 см³ соляной кислоты. Растворы охлаждают (сначала при комнатной температуре в течение 10—15 мин, по истечении этого времени можно охлаждать растворы в холодной воде, но нельзя допускать резкого охлаждения растворов), доводят до метки водой и перемешивают. В одну из колб приливают все реактивы за исключением титана (нулевой раствор). Измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=508$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса титана. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

2.3. Обработка результатов

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

$$X=\frac{m\cdot V\cdot V_3}{m_1\cdot V_2\cdot V_3\cdot 10},$$

где m — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы при первом разбавлении, см³;

V_1 — вместимость мерной колбы при втором разбавлении, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, см³;

V_3 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,1
5,0	0,4
10,0	0,8
15,0	1,3
20,0	1,7

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в тартратно-солянокислом (1,2 моль/дм³ по соляной кислоте) растворе. Измерение оптической плотности растворов производят по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг титана. Гидролиз ниобия предотвращают введением винной кислоты.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр СФ-4А или аналогичный прибор.

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

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Пипетки без деления на 5 см³.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 500 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

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

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 150 г/дм³.

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

Кислота аскорбиновая.

Диантипирилметан, раствор 20 г/дм³: 20 г реагента растворяют в смеси, состоящей из 300 см³ воды, 60 см³ серной кислоты (1:1) и 2,0 г аскорбиновой кислоты, хорошо перемешивая до полного растворения реагента. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают. (Если при стоянии из раствора выделяются кристаллы реагента, то раствор слегка подогревают до их растворения).

Титан металлический, содержащий не менее 99,9% титана, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см³ титана: 0,1 г металлического титана помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 2—4 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 700—800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор титана (рабочий), содержащий 200 мкг/см³ титана, готовят разбавлением стандартного раствора водой в пять раз.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см³ раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Для определения титана в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают 5 см³ раствора, содержащие 2,1—2,5 мг титана, добавляют 10 см³ винной кислоты, помещают колбу в кипящую водяную баню на 5 мин, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см³ раствора диантипирилметана, 10 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают (сначала при комнатной температуре в течение 10—15 мин, по истечении этого времени можно охлаждать раствор в холодной воде, так как нельзя допускать резкого охлаждения растворов), доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при λ=480 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг титана. Массу титана находят по градуировочному графику.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят по 10 см³ рабочего раствора титана, содержащего 200 мкг/см³ титана, а затем 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ рабочего раствора титана, содержащего 100 мкг/см³ титана (в одну из колб не приливают дополнительно рабочего раствора титана, содержащего 100 мкг/см³ титана), что соответствует 2,0; 2,1; 2,2; 2,3; 2,4 и 2,5 мг титана. Добавляют 10 см³ винной кислоты, помещают колбы в кипящую водяную баню на 5 мин, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см³ раствора диантипирилметана, 10 см³ соляной кислоты. Раствор охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов, содержащих от 2,1 до 2,5 мг титана, по отношению к раствору, содержащему 2,0 мг титана на спектрофото-

метре при $\lambda=480$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса титана. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

3.3. Обработка результатов

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

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

где m — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятой для определения, см^3;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
40,0	1,1
45,0	1,3
50,0	1,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120.**

3. **Срок проверки — 1993 г.**
Периодичность проверки — 5 лет.

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 5817—77	2.1, 3.1
ГОСТ 7172—76	2.1
ГОСТ 26473.0—85	1.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).**

Изменение № 2 ГОСТ 25278.9—82 Сплавы и лигатуры редких металлов. Методы определения титана

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2759

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России

(Продолжение см. с. 28)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 25278.9—82)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «дифференциальный фотометрический (от 40 до 50 %) — для бинарных сплавов ниобий-титан; (от 20 до 80 %) — для бинарных сплавов галлий-титан».

Раздел 3. Наименование дополнить словами: **«в сплавах ниобий-титан»**.

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. **Дифференциальный фотометрический метод определения титана в сплавах галлий - титан**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислом растворе. Измерение

(Продолжение см. с. 29)

оптической плотности растворов производят по отношению к раствору сравнения, содержащему 5,0 мг титана. Галлий определению не мешает.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр СФ-26 или аналогичный прибор

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 200 см³.

Пипетки с делениями на 5 и 10 см³.

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

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Титан металлический по ГОСТ 19807—91 марки ВТ1-00.

Стандартный раствор титана, содержащий 1 мг/см³ титана: 0,1 г металлического титана помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения навески, затем добавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты (до обесцвечивания раствора титана) и продолжают нагревание до появления паров серной кислоты. В охлажденную колбу добавляют 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей; полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 10—15 капель концентрированной азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески и далее до появления паров серной кислоты. В охлажденную колбу добавляют 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей; полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Для определения титана в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть полученного раствора, содержащую 5—8 мг титана, приливают 2 см³ ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см³ перекиси водорода, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят водой до метки. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при $\lambda = 410$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 5,0 мг титана.

(Продолжение см. с. 30)

Массу титана находят по градуировочному графику или пользуясь градуировочным фактором.

4.2.2. *Построение градуировочного графика*

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая пипеткой вводят 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см³ раствора титана, что соответствует 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 г титана, приливают 2 см³ ортофосфорной кислоты и далее поступают, как описано в п. 4.2.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам титана строят градуировочный график или вычисляют градуировочный фактор по ГОСТ 26473.0—85, п. 16.

4.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 + A \cdot F) \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10},$$

где m_1 — масса титана в растворе сравнения, мг;

A — оптическая плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения;

F — градуировочный фактор;

V — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать допускаемые расхождения, приведенные в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
20,0	0,4
50,0	1,1
80,0	1,8

(ИУС № 6 1998 г.)

gost.e-ecolog.ru