УДК 669.14:660.13:006.354:546.821.06 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения титана

Carbon steel and unalloyed cast iron.
Methods for determination of titanium

ГОСТ 22536.11—87

ОКСТУ 0809

с 01.01.88
Срок действия до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле титана от 0,005 до 0,10 %) и экстракционно-фотометрический (при массовой доле титана от 0,005 до 0,20 %) методы определения титана в углеродистой стали и нелегированном чугуне.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22536.0—87.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в кислой среде и измерении светопоглощения полученного комплекса при длине волны 395 нм. Влияние железа (III) и ванадия (V) устраняют прибавлением аскорбиновой кислоты.

2.2. Аппаратура и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:4, 1:2 и 1:20.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

ВНИИКИ

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1, 1:6 и 1:9.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³, свежеприготовленный.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Диантипирилметан по нормативно-технической документации, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³, свежеприготовленный: 50 г диантипирилметана растворяют в 300 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:6, фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Индикатор универсальный, бумага.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Титана диоксид по нормативно-технической документации.

Титан сернокислый, стандартные растворы.

Раствор А: 0,1668 г свежепрокаленного при 1000 °С диоксида титана помещают в платиновый тигель и сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия при 750—800 °С.

После охлаждения плав растворяют в 300 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки разбавленной 1:20 серной кислотой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г титана.

Массовую концентрацию стандартного раствора устанавливают следующим образом: 50 см³ стандартного раствора А помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, разбавляют водой до 100 см³, приливают при перемешивании раствор аммиака до pH 8—9 по универсальному индикатору и затем в избыток 3—5 см³. Раствор с выпавшим осадком нагревают до кипения, осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 3—4 раза теплой водой, содержащей в 1 дм³ 10 см³ аммиака. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 1000—1100 °С до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию сернокислого титана *(T)*, выраженную в граммах титана на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0{,}5996}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком диоксида титана, г;

m_2 — масса тигля без осадка диоксида титана, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;

m_4 — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

0,5996 — коэффициент пересчета диоксида титана на титан;

V — объем раствора сернокислого титана, взятый для установки титра, см³.

Приготовление стандартного раствора А допускается из металлического титана. Для этого 0,1 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, приливают 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, и растворяют при нагревании. После растворения в стакан добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно смывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, и перемешивают.

Раствор Б: (готовят непосредственно перед применением): 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:20, и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г титана.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску стали или чугуна массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, при умеренном нагревании, накрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения навески осторожно приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и в избыток 1 см³. Раствор кипятят до удаления окислов азота, после чего выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло водой, приливают 30 см³ воды и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. При анализе чугунов или в случае выпадения в осадок кремневой кислоты раствор после растворения солей фильтруют через фильтр «белая лента» с небольшим количеством фильтробумажной массы и промывают осадок и фильтр 5—6 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при 600—700 °С и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют при нагревании в 20—30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9. Полученный раствор присоединяют к фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор в колбе доводят до метки водой

и перемешивают. Часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают аликвотные части раствора по 25 см³ при массовой доле титана 0,005—0,05 % и по 10 см³ при массовой доле титана 0,05—0,1 %. Добавляют в первом случае по 15 см³, а во втором случае — по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают 5—7 мин. Затем прибавляют по 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и в одну колбу 10 см³ раствора диантипирилметана. Растворы в колбах доливают до метки водой и перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале 390—405 нм или на спектрофотометре при длине волны 395 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор, приготовленный без добавления диантипирилметана. Толщину поглощающего слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. Массу титана находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей титана. При определении титана в интервале 0,05—0,1 % в пять из них добавляют стандартный раствор А в количестве 2,5; 3,0; 4,0; 4,5; 5,0 см³, что соответствует 0,00025; 0,0003; 0,0004; 0,00045; 0,0005 г титана. При определении титана в интервале 0,005—0,05 % в пять стаканов добавляют стандартный раствор Б в количестве 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 25,0 см³, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000100; 0,000200; 0,000250 г титана. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. Далее проводят анализ, как указано в п. 2.3.1. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы титана строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля титана.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса титана в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	при двух параллельных определениях	при трех параллельных определениях
От 0,005 до 0,008	0,002	0,003
Св. 0,008 » 0,015	0,003	0,004
» 0,015 » 0,03	0,005	0,006
» 0,03 » 0,06	0,008	0,009
» 0,06 » 0,10	0,010	0,012

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном и хлористым оловом, экстрагировании его хлороформом и измерении светопоглощения полученного экстракта при длине волны 395 нм.

3.2. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы по п. 2.2 с дополнением:

кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:9;

хлороформ по ГОСТ 20015—74;

олово металлическое в гранулах по нормативно-технической документации;

олово хлористое по ГОСТ 4780—78, свежеприготовленный раствор: 200 г хлористого олова растворяют в 145 см³ горячей соляной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют несколько гранул олова и доливают водой до 1 дм³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску стали или чугуна массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, при умеренном нагревании, накрыв стакан часовым стеклом. После полного растворения навески осторожно приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и в избыток 1 см³. Раствор кипятят до удаления окислов азота, после чего выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло водой, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, и нагревают до растворения солей. Охлаж-

денный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают. При анализе чугунов раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³ и промывают 5—6 раз соляной кислотой, разбавленной 1:9.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при 600—700 °С и сплавляют с 1 г калия пиросернокислого. Плав охлаждают, растворяют при нагревании в 20—30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, полученный раствор присоединяют к фильтрату в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор в колбе доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

Аликвотную часть раствора, равную 20 см³, помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Через 5 мин приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, 10 см³ диантипирилметана и вновь перемешивают раствор. Через 40 мин раствор переводят в делительную воронку вместимостью 200 см³, обмывая стенки стакана соляной кислотой, разбавленной 1:9, приливают 5 см³ раствора хлористого олова, перемешивают и приливают 20 см³ хлороформа.

Делительную воронку встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстракцию повторяют два раза, добавляя по 5 см³ хлороформа и собирая органические слои в ту же колбу. Экстракт в колбе доливают до метки хлороформом, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, которую закрывают пробкой. Измеряют оптическую плотность окрашенного экстракта на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале 390—405 нм или на спектрофотометре при длине волны 395 нм. В качестве раствора сравнения применяют хлороформ.

Толщину поглощающего слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить оптимальное значение оптической плотности.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу титана находят по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей титана. В пять из них добавляют 2,5; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует

0,000025; 0,000030; 0,000050; 0,000070; 0,000100 г титана. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1. При измерении светопоглощения в качестве раствора сравнения используют экстракт шестого стакана, не содержащий титана. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы титана строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля титана.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса титана в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Д. К. Нестеров, канд. техн. наук; **С. И. Рудюк**, канд. техн. наук; **Н. Н. Гриценко**, канд. хим. наук, (руководитель темы); **В. Ф. Коваленко**, канд. техн. наук; **С. В. Спирина** канд. хим. наук (руководитель темы); **О. М. Киржнер**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.02.87 № 301

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 22536.11—77**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 22536.0—87	1.1
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 14262—78	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2, 3.2
ГОСТ 13610—79	2.2
ГОСТ 7172—76	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 19807—74	2.2
ГОСТ 20015—74	3.2
ГОСТ 4780—78	3.2

Изменение № 1 ГОСТ 22536.11—87 Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы определения титана

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.03.90 № 659

Дата введения 01.10.90

Вводная часть. Заменить значения «от 0,005 до 0,10 %» на «от 0,01 до 0,10 %», «от 0,005 до 0,20 %» на «от 0,005 до 0,10 %».

Пункт 2.1. Заменить слово: «кислой» на «солянокислой».

Пункт 2.2 дополнить абзацем (после четвертого): «Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—84».

Пункт 2.3.1. Третий абзац. Заменить значение и слова: 0,005—0,05 на 0,01—0,05; «Добавляют в первом случае по 15 см³, а во втором случае — по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают 5—7 мин» на «Добавляют по 15 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и выдерживают 5—7 мин. Затем прибавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и в одну колбу 10 см³ раствора диантипирилметана».

Пункты 2.3.1, 3.3.1. Заменить слова: «Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, прокаливают при 600—700 °С и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия» на «Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Осадок смачивают 2—3 каплями серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 5—6 см³ фтористоводородной кислоты и осторожно выпаривают до паров серной кислоты. Остаток в тиглях прокаливают в течение 5—10 мин при 800—900 °С и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия».

Пункт 2.3.2. Заменить значение: 0,005—0,05 % на 0,01—0,05 %.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли титана приведены в таблице.

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.11—87)

Массовая доля титана, %	Погрешность результатов анализа Δ, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,005 до 0,01 включ.	0,0024	0,0030	0,0025	0,0030	0,0016
Св. 0,01 » 0,02 »	0,004	0,004	0,004	0,004	0,002
» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
» 0,05 » 0,1 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,007

Пункт 3.2. Заменить слова: «олово хлористое по ГОСТ 4780—78» на «олово двухлористое 2-водное по ТУ 6—09—5393—88»;

дополнить абзацем: «Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³: 2,0 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, при умеренном нагревании. После полного растворения навески осторожно приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и в избыток 1 см³. Раствор кипятят до удаления окислов азота, после чего выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, и нагревают до растворения солей. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают».

(Продолжение см. с. 61)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.11—87)

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить слова: «массой 0,5 г» на «1 г (при массовой доле титана от 0,005 до 0,01 %) и 0,5 г (при массовой доле титана от 0,01 до 0,1 %)»;

третий абзац после слов «равную 20 см³» дополнить словами: «(при массовой доле титана от 0,005 до 0,05 %) и 10 см³ (при массовой доле титана от 0,05—0,1 %)»;

заменить слова: «10 см³ соляной кислоты» на «15 см³ соляной кислоты».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: «В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ помещают по 0,5 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей титана. В пять из них добавляют 2,5; 3,0, 5,0; 7,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00025; 0,000030; 0,000050; 0,000070; 0,000100 г титана. Далее поступают, как указано в п. 3.3.1» на «В шесть стаканов помещают по 10 см³ (при массовой доле титана 0,005—0,01 %) или по 5 см³ (при массовой доле титана

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 22536.11—87)

0,01—0,05 %) или по 2,5 см³ (при массовой доле титана 0,05—0,1 %) раствора карбонильного железа, в пять из них последовательно приливают 1; 2; 3; 4; 5 см³ стандартного раствора Б титана, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г титана. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта.

К растворам в стаканах приливают по 15 см³ раствора аскорбиновой кислоты и перемешивают. Через 5 мин приливают 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:9, 10 см³ раствора диантипирилметана и вновь перемешивают. Далее раствор подготавливают к экстракции, как указано в п. 3.3.1».

Пункт 3.4.1. Заменить слова: «масса навески, г» на «масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли титана приведены в таблице».

(ИУС № 6 1990 г.)

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб. 14.04.87 Подп. в печ. 15.06.87 3,0 усл. п. л. 3,13 усл. кр.-отт. 2,77 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 15 коп.

«Счета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1051

gost.e-ecolog.ru