ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

ГОСТ 6689.21—92

Издание официальное

12 р. 30 к. БЗ 5—92/646

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения титана

Nickel, nickel and copper-nickel alloys.
Methods for the determination of titanium

ГОСТ
6689.21—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические и атомно-абсорбционный методы определения титана (при массовой доле титана от 0,05 до 0,4%) в медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с перекисью водорода желто-оранжевого комплекса и измерения оптической плотности полученного раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.
Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.
Водорода перекись по ГОСТ 10929.
Титан металлический с содержанием титана не менее 99,5%

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Калий-титан фтористый

Стандартный раствор титана А

Из металлического титана раствор готовят: 0,2 г титана растворяют при нагревании в 100 см³ серной кислоты (1 : 4). Затем при кипячении окисляют титан, прибавляя по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой

1 см³ раствора содержит 0,0004 г титана

Из фтористого калия-титана раствор готовят: 1,002 г препарата помещают в платиновую чашку, растворяют в 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до получения влажного остатка, который растворяют в 50 см³ серной кислоты (1 : 4). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ серной кислоты (1 : 4) и доливают водой до метки

1 см³ раствора А содержит 0,0004 г титана

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску сплава массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ азотной и 1 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. К раствору добавляют 20 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при 410 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 см. Раствором сравнения служит тот же раствор, но без добавления перекиси водорода.

2.3.2 *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ добавляют 0,5, 1,0; 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, 25 см³ серной кислоты (1 : 4), 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ перекиси водорода и доливают до метки водой. Далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.4 Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески, г.

2 4 2 Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице

Массовая доля титана %	Допускаемые расхождения %	
	d	D
От 0,05 до 0 2 включ	0,01	0,01
Св 0,2 » 0,4 »	0,02	0,03

2 4 3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8 315, или методом добавки, или сопоставлением результатов, полученных атомно абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086

3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

3 1 Сущность метода

Метод основан на образовании титаном комплекса с диантипирилметаном, окрашенного в золотисто-желтый цвет, и измерении оптической плотности полученного раствора

3 2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр

Кислота азотная по ГОСТ 4461

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 1

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 1

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Кислота аскорбиновая, раствор 100 г/дм^3

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм^3

Диантипирилметан, раствор 10 г/дм^3 10 г реактива растворяют в 200 см^3 воды, добавляют 80 см^3 соляной кислоты (концентрированной), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают

Титан металлический с содержанием не менее 99,5% титана

Калий титан фтористый

Стандартный раствор титана А готовят, как указано в п 2 2.

Стандартный раствор титана Б. 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают, готовят в день применения

1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г титана

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навеску массой 5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1·1), 2 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 1) и раствор выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении остаток растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли титана отбирают аликвотную часть раствора — 10 см³ (от 0,05 до 0,1%) и 5 см³ (от 0,1 до 0,4%) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ воды и устанавливают pH=7—8 раствором уксуснокислого натрия по универсальной индикаторной бумажке. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), 2,5 см³ аскорбиновой кислоты, 25 см³ диантипирилметана, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, с синим светофильтром ($\lambda_{эф}$=400 нм) или на спектрофотометре при 365 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. В качестве раствора сравнения применяют такой же раствор, но без добавления диантипирилметана.

3.3.2 *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б титана, добавляют по 10 см³ воды и устанавливают pH=7—8 раствором уксуснокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

3.4 Обработка результатов

3.4.1 Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.4.3.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами титана, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен — закись азота.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для титана.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 4.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

Титан металлический.

Стандартный раствор титана: 0,1 г титана помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ серной кислоты (1 : 4) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 г титана.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1 : 1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию титана в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 364,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3 2. *Построение градуировочного графика*

В четыре мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 3,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, что соответствует 1,0; 3,0; 5,0 и 6,0 мг титана, приливают по 20 см³ стандартного раствора меди и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию титана, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация титана, найденная по градуировочному графику г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

4 4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8 315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Богданова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167
3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.21—80
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, раздела
ГОСТ 8.315—91	2.4.3, 4.4.3
ГОСТ 199—78	3.2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 859—78	4.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4461—76	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 6689.1—91	Разд. 1
ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 25086—87	Разд. 1, 2.4.3, 4.4.3

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *А. С. Черноусова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 29.06.92 Подп. в печ. 20.08.92 Усл. п. л. 0,5 Усл. кр.-отт. 0,5 Уч.-изд. л. 0,43. Тир. 678 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1327