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 $см^3$.

Чашки кварцевые вместимостью 50 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50 и 100 $см^3$.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 $см^3$.

Пипетки вместимостью 2 и 5 $см^3$ с делениями.

Микробюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

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 $г/дм^3$ в соляной кислоте: 2 г диантипирилметана помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$, приливают 30 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 : 9, перемешивают, разбавляют водой до объема 100 $см^3$, 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 $мг/см^3$ 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 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1 . 1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, охлаждают и доводят водой до метки.

Раствор титана (рабочий), содержащий 0,1 $мг/см^3$ (100 $мкг/см^3$), 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 $см^3$, приливают 10 $см^3$ 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
15,0	0,7
20,0	0,9
25,0	1,0

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 8 1991 г.)