Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Метод определения титана

Alloy cast iron.
Method for determination of titanium

ГОСТ 2604.10—77

Взамен ГОСТ 2604—44 в части разд. XI

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 22 марта 1977 г. № 680 дата введения установлена

01.01.78

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана (при массовой доле от 0,01 до 1,5 %) в легированном чугуне.

Метод основан на образовании окрашенного в желто-оранжевый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в солянокислой среде. Реакция протекает при молярной концентрации эквивалента 1—4 моль/дм^3.

Мешающее влияние железа (III) и ванадия (V) устраняют прибавлением аскорбиновой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473—90.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4 и 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота аскорбиновая, 10 %-ный свежеприготовленный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм^3, разбавленная 1:1 и 1:100.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5 %, свежеприготовленный: 50 г диантипирилметана растворяют в соляной кислоте с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм^3, доводят до объема 1 дм^3 соляной кислотой той же концентрации и перемешивают.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79, 0,2 %-ный раствор, готовят следующим образом: в стакан вместимостью 300 см^3 помещают 2 г карбонильного железа, приливают 80 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, стакан накрывают часовым стеклом и умеренно нагревают до полного растворения навески. Затем, приоткрыв часовое стекло, осторожно по каплям приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания и раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, приливают 100 см^3 воды, нагревают до растворения солей и охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан металлический по ГОСТ 17746—96, стандартные растворы титана.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1982 г., апреле 1985 г. (ИУС 3—83, 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор А с массовой концентрацией 0,0001 г/см³: 0,1 г металлического титана растворяют при умеренном нагревании в 15 см³ серной кислоты. После полного растворения навески прибавляют для окисления титана 1 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты для удаления окислов азота, приливают 30 см³ воды и вновь выпаривают.

Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

Стандартный раствор Б с массовой концентрацией 0,00001 г/см³: 100 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для определения массовой доли титана берут следующие навески чугуна: массой 0,5 г (при массовой доле титана от 0,01 до 0,6 %), массой 0,2 г (при массовой доле титана свыше 0,6 до 1,5 %).

Навеску чугуна помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 40 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, стакан накрывают часовым стеклом и умеренно нагревают до полного растворения навески. Затем, приоткрыв часовое стекло, осторожно по каплям приливают азотную кислоту до прекращения вспенивания и раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения солей.

В тех случаях, когда проба не растворяется в серной кислоте, разбавленной 1:4, растворение ведут в 40 см³ соляной кислоты, прибавляя по каплям азотную кислоту до полного растворения навески. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток смачивают 10 см³ соляной кислоты, нагревают в течение 2—3 мин, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Кремниевую кислоту и графит отфильтровывают на фильтр «белая лента». Осадок на фильтре промывают несколько раз соляной кислотой, разбавленной 1:100.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотные части раствора по 20 см³ (при массовой доле титана от 0,01 до 0,1 %) и по 5 см³ (при массовой доле титана от 0,1 до 1,5 %) помещают в две мерные колбы вместимостью по 100 см³.

В каждую колбу приливают по 5 см³ 10 %-ного раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и оставляют на 5—7 мин до полного восстановления трехвалентного железа и пятивалентного ванадия. Затем прибавляют по 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. В одну колбу приливают 10 см³ раствора диантипирилметана с массовой долей 5 %. Раствор во второй колбе (без диантипирилметана) служит раствором сравнения. В обе колбы доливают воду до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 20—30 мин на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 390 нм.

Массовую долю титана в процентах находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2а. Построение градуировочного графика при массовой доле титана от 0,01 до 0,1 %.

Аликвотные части раствора карбонильного железа по 50 см³ помещают в одиннадцать мерных колб вместимостью по 100 см³.

В десять мерных колб приливают последовательно 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 см³ стандартного раствора Б титана, что соответствует 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 мкг титана по отношению к исходной навеске чугуна 0,5 г и аликвотной части раствора 20 см³.

В каждую колбу приливают по 5 см³ 10 %-ного раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и оставляют на 10—15 мин до полного восстановления трехвалентного железа и пятивалентного ванадия. Затем прибавляют по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Во все колбы прибавляют по 25 см³ раствора диантипирилметана с массовой долей 5 %.

В каждую колбу приливают воду до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют через 20—30 мин на фотоэлектроколориметре с синим фильтром при длине волны 390 нм.

Раствором сравнения служит раствор в одиннадцатой колбе, содержащий карбонильное железо, а не титан, прошедший все стадии анализа, к которому прибавляют те же реактивы, что и к анализируемой пробе.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им концентрациям титана строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Построение градуировочного графика для титана от 0,1 до 0,6 %

Аликвотные части карбонильного железа по 12,5 см³ помещают в семь мерных колб вместимостью по 100 см³.

В шесть мерных колб приливают последовательно 2,5; 5,0; 7,5; 10; 12,5 и 15,0 см³ стандартного раствора Б титана, что соответствует 10; 20; 30; 40; 50; 60 мкг титана по отношению к исходной навеске чугуна 0,5 г и аликвотной части раствора 5 см³.

В каждую колбу приливают по 5 см³ 10 %-ного раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и оставляют на 5—7 мин до полного восстановления трехвалентного железа и пятивалентного ванадия. Затем прибавляют по 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Во все колбы приливают по 10 см³ раствора диантипирилметана с массовой долей 5 %.

В каждую колбу приливают воду до метки и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют через 45 мин на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 390 нм.

В качестве раствора сравнения служит раствор в седьмой колбе, содержащий карбонильное железо, проведенный через все стадии анализа, к которому прибавляют те же реактивы, что и к анализируемой пробе, но не содержащий титана.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им концентрациям титана строят градуировочный график.

3.3. Построение градуировочного графика для массовой доли титана от 0,6 до 1,5 %

Аликвотные части раствора карбонильного железа по 5 см³ помещают в одиннадцать мерных колб вместимостью по 100 см³.

В десять мерных колб приливают последовательно 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0; 14,0 и 15,0 см³ стандартного раствора Б титана, что соответствует 60; 70; 80; 90; 100; 110; 120; 130; 140; 150 мкг титана по отношению к исходной навеске чугуна 0,2 г и аликвотной части раствора 5 см³.

В каждую колбу приливают по 2 см³ 10 %-ного раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и оставляют на 5—7 мин до полного восстановления трехвалентного железа и пятивалентного ванадия. Затем прибавляют по 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Во все колбы приливают по 10 см³ раствора диантипирилметана с массовой долей 5 %.

В каждую колбу приливают воду до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов через 20—30 мин на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 390 нм.

В качестве раствора сравнения служит раствор в одиннадцатой колбе, содержащий карбонильное железо, проведенный через все стадии анализа, к которому прибавляют те же реактивы, что и к анализируемой пробе, но не содержащий титана.

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им концентрациям титана строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана в процентах находят по градуировочному графику.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,005
Св. 0,2 » 0,05 »	0,008
» 0,05 » 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,03
» 0,20 » 0,50 »	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,05
» 1,0 » 1,5 »	0,07

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru