МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Методы определения титана

ГОСТ 23859.10—79

Bronze fire-resistance.
Methods for the determination of titanium

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок введения установлен

с 01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения титана (при массовой доле от 0,02 до 0,09 % и от 0,5 до 2 %) в жаропрочных медных сплавах.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения; смешивают один объем концентрированной азотной кислоты и три объема концентрированной соляной кислоты.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Титан металлический с содержанием не менее 99,5 % титана.

Титан-калий фтористый.

Стандартные растворы титана.

Раствор А. 0,2 г металлического титана растворяют при нагревании в 100 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4. Затем при кипячении окисляют титан (III) до титана (IV), прибавляя по каплям азотную кислоту, разбавленную 1:1, до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор А можно готовить также из калия-титана фтористого. Для этого 1,0024 г калия-титана (IV) фтористого выпаривают в платиновой чашке с 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, до влажного остатка. Содержимое чашки растворяют в 50 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4, и разбавляют водой до метки. 1 $см^3$ раствора А содержит 0,0004 г титана.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 9—85, 7—90).

gost.e-ecolog.ru

Раствор Б готовят в день применения: 25 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,0001 г титана.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г (при массовой доле титана от 0,02 до 0,09 %) и 0,1 г (при массовой доле титана от 0,5 до 2 %) помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 10 $см^3$ смеси кислот для растворения и растворяют при нагревании. Затем прибавляют 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты, 1 $см^3$ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при 410 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор анализируемого сплава, проведенный через весь ход анализа, но без добавления перекиси водорода.

3.2. Построение градуировочных графиков

3.2.1. При массовой доле титана от 0,02 до 0,09 %

В мерные колбы вместимостью по 100 $дм^3$ последовательно вливают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б титана, добавляют по 25 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4, по 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты, по 1 $см^3$ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

3.1.—3.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.2.2. При массовой доле титана от 0,5 до 2 %

В мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ последовательно помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора А титана, добавляют по 25 $см^3$ серной кислоты (1:4), по 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты, по 1 $см^3$ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

Примечание. Ортофосфорную кислоту добавляют в случае присутствия в бронзах железа для маскирования железа (III).

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля титана (X) в процентах вычисляется по формуле

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

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

m_1 — масса навески, г.

4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формулам:

$$d = 0{,}0015 + 0{,}08X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%)};$$
$$d = 0{,}005 + 0{,}05X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%)},$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, вычисленных по формулам:

$$D = 0{,}002 + 0{,}1X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%)};$$
$$D = 0{,}007 + 0{,}07X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%)},$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученными атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

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

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 4 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм^3.

Квасцы железо-аммонийные по ТУ 6-09-5359—87, раствор 50 г/дм^3.

Диантипирилметан, раствор 10 г/дм^3: 10 г реактива растворяют в 200 см^3 воды, добавляют 80 см^3 соляной кислоты (конц.), 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.

Титан-калий фтористый.

Стандартные растворы титана А и Б готовят, как указано в разд. 2.

Стандартный раствор титана В: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают; готовят в день применения.

1 см^3 раствора В содержит 0,00002 г титана.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 15 см^3 азотной кислоты (1:1), 2 см^3 фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем добавляют 10 см^3 серной кислоты (1:1) и раствор выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой, растворяют, раствор переносят в стакан вместимостью 300 см^3 и разбавляют водой до 100 см^3. К раствору добавляют 2 см^3 раствора азотнокислого серебра, 10 см^3 раствора надсернокислого аммония и раствор кипятят в течение 30 мин. Раствор охлаждают, добавляют 1 см^3 раствора железо-аммонийных квасцов, осаждают гидроокиси железа и титана раствором аммиака и раствор выдерживают при 50—60 °С для коагуляции осадка в течение 30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают горячим раствором аммиака (1:50). Осадок растворяют в 20 см^3 серной кислоты (1:4) в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают водой и повторяют осаждение гидроокиси, фильтрование, растворение осадка и промывание фильтра. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли титана отбирают аликвотную часть раствора — 20 см^3 (от 0,02 до 0,09 %) и 10 см^3 (от 0,5 до 2 %) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и устанавливают pH=7—8 раствором аммиака по универсальной индикаторной бумажке. Затем добавляют 10 см^3 соляной кислоты, 2,5 см^3 аскорбиновой кислоты, 25 см^3 диантипирилметана, доливают до метки водой 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 используют раствор контрольного опыта.

6.2. Построение градуировочных графиков

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б титана или 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора В титана,

добавляют по 10 см^3 соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 5.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

Разд. 6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. 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.

7.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формулам:

$$d = 0{,}0015 + 0{,}08X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%)};$$
$$d = 0{,}005 + 0{,}05X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%)},$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

7.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель сходимости), не должны превышать значений, вычисленных по формулам:

$$D = 0{,}002 + 0{,}1X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%)};$$
$$D = 0{,}007 + 0{,}07X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%)},$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

7.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или составлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87.

7.5. Метод применяется при разногласиях в оценке качества жаропрочных бронз.

Разд. 7. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru