МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида титана (IV)

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.9—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.9—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида титана (IV)

Melted welding fluxes. Methods of titanium oxide (IV) determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном и с хромотроповой кислотой при содержании от 0,5 до 10 % и с перекисью водорода при содержании от 7 до 40 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титана деформируемые. Марки

ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы разложения флюсов

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном

4.1 **Сущность метода**

Метод основан на взаимодействии в кислой среде четырехвалентного титана с диантипирилметаном с образованием комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 480 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы массовых концентраций 0,05 г/см^3 и 0,1 г/см^3 и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1,19 г/см^3 и разбавленная 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Титана диоксид.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Кислота аскорбиновая, раствор массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Бумага конго.

Диантипирилметан, раствор массовой концентрации 0,01 г/см^3: 10 г диантипирилметана и 5 г аскорбиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, вливают 150 см^3 воды и осторожно 15 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, нагревают до растворения навески, охлаждают и доливают водой до метки. Раствор фильтруют на фильтр «белая лента».

Стандартные растворы оксида титана.

Раствор А: 1 г свежепрокаленного диоксида титана при температуре 1000 °С сплавляют в платиновой чашке с 10 г пиросернокислого калия до просветления расплава при температуре 800—900 °С. Охлажденный плав растворяют в 50 см^3 серной кислоты массовой концентрации 0,1 г/см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой массовой концентрации 0,05 г/см^3 и перемешивают. 0,5995 г титановой губки растворяют при нагревании в 50 см^3 серной кислоты (1:4) в колбе вместимостью 250 см^3, покрыв часовым стеклом. По растворении навески титана раствор окисляют до обесцвечивания азотной кислотой и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 50 см^3 раствора серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и этой же кислотой доводят до метки.

Раствор А имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,001 г/см^3.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки серной кислотой массовой концентрации 0,05 г/см^3 и перемешивают.

Раствор Б имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,0001 г/см^3.

4.3 **Проведение анализа**

4.3.1 После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1 25 см^3 основного раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см^3 концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, обмывают водой стенки стакана и выпаривание повторяют вновь, затем раствор в стакане снова охлаждают, приливают 100 см^3 воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см^3 (в зависимости от содержания оксида титана во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см^3, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до розовой окраски бумаги конго, затем по каплям прибавляют раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски бумаги конго в синюю. Прибавляют 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 10—15 мин до полного восстановления железа. Затем прибавляют 10 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 для разрушения окрашенного соединения, образуемого титаном с аскорбиновой кислотой, добавляют 25 см^3 раствора диантипирилметана, доводят водой до метки и перемешивают. Через 30—50 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре длиной волны 480 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

4.3.2 После разложения флюса растворением в кислотах по ГОСТ 22974.1 25 см^3 основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 $см^3$ и далее анализ проводят по 4.3.1.

4.4 **Построение градуировочного графика**

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ последовательно вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида титана (IV). В седьмую колбу стандартного раствора оксида титана (IV) не добавляют. Прибавляют 5 $см^3$ аскорбиновой кислоты и далее анализ проводят по 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в котором нет стандартного раствора оксида титана (IV).

4.5 **Обработка результатов**

4.5.1 Массовую долю оксида титана (IV) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида титана (IV)	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		$d_к$	d_2	d_3	
От 0,5 до 1 включ.	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
Св. 1 » 2 »	0,11	0,14	0,12	0,14	0,07
» 2 » 5 »	0,18	0,22	0,18	0,22	0,12
» 5 » 10 »	0,24	0,30	0,25	0,31	0,16
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,2
» 20 » 40 »	0,6	0,7	0,6	0,7	0,4

5 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с хромотроповой кислотой

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с хромотроповой кислотой, окрашенного в зависимости от концентрации титана от желтого до красно-бурого цвета. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

5.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы массовых концентраций 0,05 г/$см^3$, 0,1 г/$см^3$ и разбавленная 1:4.

Соль железа (II) и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор массовой концентрации 0,04 г/$см^3$ (40 г соли Мора растворяют в 900 $см^3$ воды. После полного растворения соли Мора прибавляют 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты).

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Щавелевая кислота по ГОСТ 22180, раствор массовой концентрации 0,05 г/$см^3$.

Хромотроповой кислоты динатриевая соль: 3 г растворяют в 100 $см^3$ воды.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартные растворы оксида титана (IV) готовят по 4.2.

5.3 **Проведение анализа**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 25 $см^3$ раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с

раствором охлаждают, хорошо обмывают водой стенки стакана и выпаривают, затем содержимое стакана снова охлаждают, приливают 100 см^3 воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 10—50 см^3 (в зависимости от содержания оксида титана (IV) во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора соли Мора, 20 см^3 раствора щавелевой кислоты, 4 см^3 хромотроповой кислоты (после прибавления каждого реактива хорошо перемешивают), доводят до метки водой и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре длиной волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

5.4 **Построение градуировочного графика**

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 последовательно вносят 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0006 г оксида титана (IV). В седьмую колбу не добавляют стандартный раствор оксида титана (IV). Прибавляют соответственно 9; 8; 7; 6; 5; 4 см^3 серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см^3 и 10 см^3 соли Мора и далее анализ проводят по 5.3.

5.5 **Обработка результатов**

5.5.1 Массовую долю оксида титана (IV) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.5.2 Нормы точности и нормативы точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

6 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с перекисью водорода

6.1 **Сущность метода**

Метод основан на способности ионов титана образовывать с перекисью водорода в кислой среде комплексное соединение, окрашенное в желтый цвет. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняется добавлением в раствор ортофосфорной кислоты. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

6.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4, и массовой концентрации 0,05 г/см^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Титана диоксид.

Стандартный раствор оксида титана (IV) готовят по 4.2.

6.3 **Проведение анализа**

6.3.1 После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1 2—5 см^3 основного раствора помещают в стакан вместимостью 200—250 см^3, добавляют 2—3 см^3 концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см^3 концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, обмывают водой стенки стакана и выпаривание повторяют вновь, затем раствор в стакане охлаждают, добавляют 20 см^3 воды для растворения сернокислых солей и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Приливают 10 см^3 серной кислоты (1:4), 30 см^3 воды, 2 см^3 ортофосфорной кислоты, 5 см^3 перекиси водорода,

доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

6.3.2 После кислотного разложения флюса по ГОСТ 22974.1 2—5 $см^3$ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ серной кислоты (1:4), 50 $см^3$ воды, 2 $см^3$ ортофосфорной кислоты, 5 $см^3$ перекиси водорода и далее анализ проводят по 6.3.1.

6.4 **Построение градуировочного графика**

В шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,0020; 0,0025 и 0,0030 г оксида титана (IV). В седьмую колбу вносят 3 $см^3$ серной кислоты массовой концентрации 0,05 $г/см^3$. Затем приливают по 10 $см^3$ серной кислоты (1:4), 10 $см^3$ воды, 2 $см^3$ ортофосфорной кислоты, 5 $см^3$ перекиси водорода, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре длиной волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не вводился стандартный раствор оксида титана (IV).

6.5 **Обработка результатов**

6.5.1 Массовую долю оксида титана (IV) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

6.5.2 Нормы точности и нормативы точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

УДК 621.791.048:006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: метод определения, оксид титана, кислота, массовая частица оксида титана, раствор, анализ, флюс, реактивы, нормы точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07 99 Подписано в печать 13.09.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,73.
Тираж 228 экз. С3533. Зак. 680.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru