УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ
Методы определения оксида титана (IV)

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

ГОСТ 22974.9—85

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4475 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV): с диантипирилметаном и с хромотроповой кислотой (при массовой доле оксида титана (IV) от 0,30 до 10,0%) и перекисью водорода (при массовой доле оксида титана (IV) от 7,0 до 40,0 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0—85.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА (IV) С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

2.1. Сущность метода

В кислой среде четырехвалентный титан взаимодействует с диантипирилметаном с образованием комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 480 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой концентрацией 0,05 и 0,1 г/см³ и разбавленная 1:4.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³, и разбавленная 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с массовой концентрацией 0,05 г/см³.

Титана двуокись.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 0,05 г/см³.

Индикаторная бумага конго.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см³: 10 г диантипирилметана и 5 г аскорбиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, вливают 150 см³ воды и осторожно 15 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³, нагревают до растворения навески, охлаждают и доливают водой до метки. Раствор фильтруют на фильтр «белая лента».

Стандартные растворы оксида титана.

Раствор А: 1 г свежепрокаленной двуокиси титана при 1000°С сплавляют в платиновой чашке с 10 г пиросернокислого калия до просветления раствора при 800—900°С. Охлажденный плав растворяют в 50 см³ серной кислоты с массовой концентрацией 0,1 г/см³, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой с массовой концентрацией 0,05 г/см³ и перемешивают. 0,5995 г титановой губки растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты (1:4) в колбе вместимостью 250 см³, 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 см³ раствора серной кислоты с массовой концентрацией 0,05 г/см³, переносят в мерную колбу на 1000 см³ и этой же кислотой доводят до метки.

Раствор А с массовой концентрацией оксида титана 0,001 г/см³.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки серной кислотой с массовой концентрацией 0,05 г/см³ и перемешивают.

Раствор Б с массовой концентрацией оксида титана 0,0001 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1—85 25 см³ основного раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ 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 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см³ (в зависимости от содержания оксида титана во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до розовой окраски бумаги конго, затем по каплям прибавляют раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски бумаги конго в синий цвет. Прибавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 10—15 мин до полного восстановления железа. Затем прибавляют 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ для разрушения окрашенного соединения, образуемого титаном с аскорбиновой кислотой, 25 см³ раствора диантипирилметана, доводят водой до метки и перемешивают. Через 30—50 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре с длиной волны 480 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

2.3.2. После разложения флюса растворенным в кислотах по ГОСТ 22974.1—85, 25 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см³ и далее анализ проводят по п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ последовательно вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида титана. В седьмую колбу стандартного раствора оксида титана (IV) не добавляют. Прибавляют 5 см³ аскорбиновой кислоты и далее анализ проводят по п. 2.3.1.

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

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида титана (IV) (*X*) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля оксида титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,40 до 1,00 включ.	0,08
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10
» 2,00 » 5,00 »	0,15
» 5,00 » 10,00 »	0,20
» 10,0 » 25,0 »	0,4
» 25,0 » 40,0 »	0,6

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА С ХРОМОТРОПОВОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. 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.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой концентрацией 0,05, 0,1 г/см³ и разбавленная 1:4.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с массовой концентрацией 0,04 г/см³ (40 г соли Мора растворяют в 900 см³ воды. После полного растворения соли Мора прибавляют 100 см³ концентрированной серной кислоты).

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Щавелевая кислота по ГОСТ 22180—76, раствор с массовой концентрацией 0,05 г/см³.

Хромотроповой кислоты динатриевая соль: 3 г растворяют в 100 см³ воды. Используют свежеприготовленный раствор.

Титана двуокись.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Стандартные растворы оксида титана (IV) готовят по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 25 см³

раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, хорошо обмывают водой стенки стакана и выпаривают, затем раствор в стакане снова охлаждают, приливают 100 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 10—50 см³ (в зависимости от содержания оксида титана (IV) во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ раствора соли Мора, 20 см³ раствора щавелевой кислоты, 4 см³ хромотроповой кислоты (после прибавления каждого реактива хорошо перемешивают), доводят до метки водой и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре с длиной волны 453 нм или фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

3.3.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вносят 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см³ 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 см³ серной кислоты с массовой концентрацией 0,05 г/см³ и 10 см³ соли Мора и далее анализ проводят по п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида титана (IV) *(X)* в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА (IV) С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

4.1. 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 фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4 и с массовой концентрацией 0,05 г/см^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Титана двуокись.

Стандартный раствор оксида титана (IV) готовят по п. 2.2.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1—85 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 с толщиной слоя 30 мм.

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

Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

4.3.2. После кислотного разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 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 п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ 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 см³ серной кислоты с массовой концентрацией 0,05 г/см³. Затем приливают по 10 см³ серной кислоты (1:4), 50 см³ воды, 2 см³ ортофосфорной кислоты, 5 см³ перекиси водорода, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре с длиной волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с толщиной слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не вводился стандартный раствор оксида титана (IV).

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю оксида титана (IV) (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

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

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

gost.e-ecolog.ru