ГОСТ 21639.5—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ ДЛЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Российской Федерацией — Техническим комитетом ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 17 февраля 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 14.06.95 № 300 межгосударственный стандарт ГОСТ 21639.5—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1996 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 21639.5—76

© ИПК Издательство стандартов, 1995

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

СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Общие требования 2
4 Аппаратура, реактивы и растворы 2
5 Проведение анализа 3
6 Обработка результатов 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Флюсы для электрошлакового переплава

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

Fluxes for electroslag remelting
Method for determination of titanium dioxide

Дата введения 1996—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения двуокиси титана в флюсах для электрошлакового переплава при массовой доле от 0,01 до 0,5 %

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в солянокислой среде и измерении степени поглощения полученного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная Технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки

ГОСТ 21639.0—93 Флюсы для электрошлакового переплава. Общие требования к методам анализа.

Издание официальное

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 21639.0.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:5 и 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная с массовой концентрацией 1510 г/дм³, разбавленная 1:1, насыщенная борной кислотой при температуре 45—55 °С.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Метиловый красный.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³: 10 г диантипирилметана растворяют в 300—400 см³ воды, содержащей 15 см³ серной кислоты. Раствор фильтруют в мерную колбу 1 дм³, добавляют 5 г аскорбиновой кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Титана двуокись.

Стандартный раствор А готовят из титана металлического (вариант I) и из двуокиси титана (вариант II).

Вариант I: 0,5995 г металлического титана растворяют в 50—100 см³ серной кислоты (1:5). После растворения титана добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора и выпаривают до появления густых белых паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки стакана водой и снова выпаривают до паров серной кислоты. Эту операцию повторяют. Раствор после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой (1:5) и перемешивают.

Вариант II: 1,0 г двуокиси титана помещают в платиновую чашку и сплавляют с 12 г пиросернокислого калия при температуре 800—850 °С. Сплав растворяют в 400 см³ серной кислоты (1:5) при слабом нагревании. После полного растворения сплава раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки серной кислотой (1:9) и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора сернокислого титана устанавливают следующим образом: 50 см³ раствора А помещают в стакан вместимостью 300 см³, нейтрализуют аммиаком по метиловому красному и приливают 3—4 см³ аммиака в избыток. Раствор с выпавшим осадком нагревают до кипения, осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности и промывают 4—5 раз горячей водой с добавлением аммиака (2—3 капли). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре (1000±20) °С до постоянной массы.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора сернокислого титана (T), выраженную в г двуокиси титана на 1 см³ раствора, вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m - m_1) - (m_2 - m_3)}{V}$$

где m — масса тигля с осадком двуокиси титана, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_3 — масса пустого тигля контрольного опыта, г;

V — объем раствора сернокислого титана, взятый для установки массовой концентрации, см³.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Навеску флюса массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты и нагревают в течение 5—7 мин. Затем добавляют 10 см³ хлорной кислоты, насыщенной борной кислотой, и выпаривают досуха. Сухой остаток осторожно нагревают, затем прокаливают при температуре 750—800 °С в течение 2—3 мин.

Прокаленный остаток сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия при температуре 750 -800 °С В чашку наливают 50 см³ раствора серной кислоты (1 9) и нагревают при перемешивании палочкой до растворения осадка.

Содержимое чашки переводят в мерную колбу 100 см³, охлаждают, доводят до метки серной кислотой (1.9) и перемешивают. Нерастворившиеся сернокислые соли кальция отфильтровывают

через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

Аликвотную часть фильтрата 50 см^3 (при массовой доле двуокиси титана от 0,01 до 0,1 %) или 10 см^3 (при массовой доле двуокиси титана свыше 0,1 %) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Прибавляют 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, выдерживают 10 мин до полного восстановления железа. Прибавляют 10 см^3 соляной кислоты, 25 см^3 раствора диантипирилметана, доводят до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 45 –50 мин на спектрофотометре при длине волны 395 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 400 до 440 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.2 Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 вводят 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003 г двуокиси титана. Затем в каждую колбу прибавляют по 5 см^3 аскорбиновой кислоты, 10 см^3 соляной кислоты, 25 см^3 раствора диантипирилметана. Раствор в колбах доводят до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 45—50 мин на спектрофотометре при длине волны 395 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн от 400 до 440 нм.

Для раствора сравнения применяют воду.

По найденным значениям оптической плотности растворов с учетом поправки на содержание титана в реактивах строят градуировочный график.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю двуокиси титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

6.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли двуокиси титана приведены в таблице 1.

Таблица 1 — **Нормативы контроля точности**

Массовая доля двуокиси титана, %	Допускаемые расхождения, %				
	погрешности результатов анализа Δ	двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,01 до 0,02 включ	0,007	0,009	0,008	0,009	0,005
Св 0,02 » 0,05 »	0,013	0,017	0,014	0,017	0,009
» 0,05 » 0,1 »	0,024	0,03	0,025	0,031	0,016
» 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 0,2 » 0,5 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04

УДК66.046.52:546.824—31:006.354 ОКС 71.040.040 В09 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: флюсы, электрошлаковый переплав, метод определения двуокиси титана, аппаратура, реактивы, растворы, массовая концентрация раствора, массовая доля

gost.e-ecolog.ru