УДК 669.715'782 : 546.821.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СИЛУМИН В ЧУШКАХ

Методы определения титана

ГОСТ 1762.4-71

Aluminium-silicon alloy ingots.
Methods for determination of titanium

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.73
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод (при массовой доле титана от 0,005 до 0,25%) и атомно-абсорбционный метод определения титана (при массовой доле титана от 0,1 до 0,25%).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 1762.0—71.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в присутствии аскорбиновой кислоты, которая восстанавливает трехвалентное железо.

Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 385$ нм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК, спектрофотометр типа СФ-16, СФ-26 или аналогичные.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим нагрев 900°С.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5% в раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3, соляной кислоты. Если при

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

хранении выпадает кристаллический осадок, то раствор нагревают при 40—50°С до растворения осадка.

Аскорбиновая кислота, свежеприготовленный раствор с массовой долей 2%.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой долей 5%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:2, раствор с массовой долей 5%.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Титана двуокись.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Стандартные растворы титана

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1670 г прокаленной при 900°С двуокиси титана сплавляют с двадцатикратным количеством пиросернокислого калия до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Затем приливают 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1000 г титана растворяют в 15 см³ раствора серной кислоты 1:2, после растворения окисляют концентрированной азотной кислотой, добавляемой по каплям, раствор выпаривают до паров серного ангидрида. Затем растворяют в воде, добавляют 100 см³ раствора серной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 100 см³ раствора серной кислоты 1:1 и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг титана.

Раствор Б, готовят (перед применением) следующим образом 25 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см и доливают до метки раствором с массовой долей серной кислоты 5%.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Аликвотную часть раствора 20—50 см³, приготовленного для определения содержания железа (разд. 3 ГОСТ 1762.2—71) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 75 см³, затем приливают при перемешивании 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и две капли раствора сернокислой меди. Спустя 3—4 мин приливают 10 см³ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же реактивами, что и при растворении пробы, проводят его через все стадии анализа.

Массовую долю титана определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,12 мг титана, добавляют по 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и разбавляют водой до 50 см³, затем во все колбы приливают по 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:2, и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам титана строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{v_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см³;

v_1 — аликвотная часть раствора, см³;

m — навеска силумина, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,005
Св. 0,010 » 0,030 »	0,005	0,008
» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,01
» 0,10 » 0,25 »	0,01	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 2).

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомной абсорбции титана в пламени ацетилен-закись азота при длине волны 365,4 нм.

5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрометр модели Перкин Эльмер, «Сатурн» или аналогичные.

Лампа с полым катодом, предназначенная для определения титана.

Ацетилен в баллонах технический — по ГОСТ 5457—75.

Закись азота.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 0,2%.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069—74.

Раствор алюминия А, 20 г/дм^3: 10,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют 250 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании с добавлением 1 см^3 хлористого никеля. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Раствор кремния Б, 1 г/дм^3: 2,14 г тонко растертой в агатовой или из оргстекла ступке и прокаленной в течение одного часа при температуре 1000°С двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 15 г углекислого натрия при температуре 900°С до получения прозрачного плава в течение 15 мин.

Плав растворяют в воде платиновой, серебряной или никелевой чашке при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:5.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Раствор оксида натрия В, 100 г/дм^3: 190 г высушенного при температуре 105°С в течение 30 мин хлористого натрия растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Титан металлический по ГОСТ 19807—74.

Стандартные растворы титана.

Раствор Д: 0,500 г титана растворяют в 50 см³ раствора серной кислоты 1:5, после растворения окисляют концентрированной азотной кислотой, добавляемой по каплям, раствор выпаривают до паров серного ангидрида. Затем растворяют в воде, добавляют 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 200 см³ раствора серной кислоты 1:1, и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,5 мг титана.

Раствор Е: пипеткой отбирают 10 см³ раствора Д в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Е содержит 0,05 мг титана.

Метиловый оранжевый раствор с массовой долей 0,1%.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску пробы силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ раствора гидроокиси натрия. По окончании бурной реакции раствор нагревают на песчаной бане до полного растворения сплава, добавляют примерно 100 см³ воды и в охлажденный раствор осторожно прибавляют 50 см³ раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до просветления, прибавляют 1 см³ раствора пероксида водорода и кипятят 3—5 мин для разрушения избытка пероксида. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см, доливают до метки водой и перемешивают. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт с добавлением 20 см³ раствора алюминия А. Измеряют атомную абсорбцию титана в растворе пробы, растворе контрольного опыта и в растворах, приготовленных для построения градуировочного графика при длине волны $\lambda = 365{,}4$ нм в пламени закись азот-ацетилена.

Перед проведением определения юстируют горелку и устанавливают высоту пламени так, чтобы получить максимальную величину атомной абсорбции.

Массовую долю титана определяют по градуировочному графику, который строят при каждой съемке.

6.2. Построение градуировочного графика

В четыре мерных колбы вместимостью 250 см³ приливают последовательно по 12,5 см³ раствора А, по 7 см³ раствора В и соответственно 0; 10,0; 15,0; 25,0 см³ стандартного раствора Е, что соответствует 0; 0,10; 0,15; 0,25% массовой доле титана в силумине. Доводят водой до объема 100 см³ и медленно по порциям,

тщательно перемешивая, приливают по 25 $см^3$ раствора Б, прибавляют 3—4 капли индикатора метилового оранжевого и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, до изменения окраски индикатора в красный цвет. Затем растворы в колбах доводят до метки водой, перемешивают и измеряют абсорбцию титана, как указано в п. 6.1.

По полученным значениям атомной абсорбции растворов и известным массовым долям титана строят градуировочный график.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю титана в процентах находят по градуировочному графику, за вычетом контрольного опыта.

7.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Разд. 5—7. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА

А. А. Костюков, Г. А. Романов, Н. М. Герцева, А. П. Нечитайлов, В. А. Лавров

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.10.77 № 141

3. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1762—51 (в части разд. V)

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	Разд. 5
ГОСТ 1762.0—71	1.1
ГОСТ 1762.2—71	3.1
ГОСТ 3118—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4038—79	Разд. 5
ГОСТ 4165—78	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4233—77	Разд. 5
ГОСТ 4328—77	Разд. 5
ГОСТ 4461—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 5457—75	Разд. 5
ГОСТ 7172—76	Разд. 2
ГОСТ 9428—73	Разд. 5
ГОСТ 10929—76	Разд. 5
ГОСТ 11069—74	Разд. 5
ГОСТ 19807—74	Разд. 2, 5

6. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.03.89 № 742

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1984 г., в марте 1989 г. (ИУС 12—84, 6—89)

gost.e-ecolog.ru