Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения титана

Non-tin bronze.
Methods for the determination of titanium

ГОСТ 15027.14—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические и атомно-абсорбционный методы определения титана (при массовой доле титана от 0,05 % до 0,3 %) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

2а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с перекисью водорода желто-оранжевого комплекса и изменении его оптической плотности.

Разд. 2а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:1.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

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

Калий-титан (IV) фтористый.

Раствор титана стандартный; готовят следующим образом: 0,201 г металлического титана растворяют при нагревании в 100 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:4. Затем при кипячении окисляют титан, 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.

1 $см^3$ раствора содержит 0,4 мг титана.

Из калия-титана фтористого стандартный раствор титана готовят следующим образом: 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,

gost.e-ecolog.ru

разбавленной 1:4, переливают 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 содержит 0,4 мг титана.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан, приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Затем прибавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 5 см^3 ортофосфорной кислоты, 1 см^3 перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 410—450 нм или на спектрофотометре при длине волны 410 нм в кювете длиной 1 см.

Раствором сравнения служит раствор анализируемого сплава, проведенный через все стадии анализа, но без добавления перекиси водорода.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 последовательно заливают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 стандартного раствора 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 и перемешивают. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

По полученным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют 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. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

Массовая доля титана, %	d, %	D, %
От 0,05 до 0,15	0,01	0,02
Св. 0,15 » 0,30	0,02	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Абсолютные 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, приведенных в таблице.

4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

4.3, 4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ПРИМЕНЕНИЕМ ДИАНТИПИРИЛМЕТАНА

5.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплекса титана с диантипирилметаном в среде 0,5 моль/дм^3 соляной кислоты и измерении его оптической плотности. Мешающее влияние железа устраняют введением аскорбиновой кислоты.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

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

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 100 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Диантипирилметан ($C_{23}H_{24}N_4O_2$), раствор 10 г/дм^3 в растворе 0,5 моль/дм^3 соляной кислоты; готовят следующим образом: 10 г препарата растворяют в 200 см^3 воды, добавляют 80 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь металлическая марки МО по ГОСТ 859.

Раствор меди; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, удаляют окислы азота кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан металлический с массовой долей титана не менее 99,5 %.

Стандартные растворы титана.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1005 г титана растворяют в 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г титана.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г титана.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 5 см^3 азотной кислоты при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. В две мерные колбы вместимостью по 100 см^3 переносят по 5 см^3 раствора. Растворы разбавляют водой до объема 20 см^3, нейтрализуют аммиаком до появления синей окраски комплекса меди, затем добавляют по 10 см^3 соляной кислоты и по 2,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. В одну из колб добавляют 25 см^3 раствора диантипирилметана и обе колбы доливают водой до метки и перемешивают. Через 50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с фиолетовым светофильтром или на спектрофотометре при длине волны 389 нм в кювете длиной 1 см.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий диантипирилметана.

5.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см^3 помещают 5 см^3 раствора меди и в пять из них помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 стандартного раствора Б. Растворы разбавляют водой до объема 20 см^3 и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана и диантипирилметана. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю титана (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в таблице.

5.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 4.4.

5.4.3, 5.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

6.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами титана, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен—закись азота.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для титана.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:10.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота по ГОСТ 9293.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 $см^3$ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 г меди.

Титан металлический с массовой долей титана не менее 99,5 %.

Стандартный раствор титана: 0,1 г титана растворяют при нагревании в 50 $см^3$ серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки серной кислотой (1:10).

1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г титана.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Навеску пробы массой 3 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ азотной кислоты 1:1, затем добавляют 10 $см^3$ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию титана в пламени ацетилен—закись азота при длине волны 365,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

6.3.2. *Построение градуировочного графика*

В пять мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ помещают 0; 1,5; 3,0; 6,0 и 9,0 $см^3$ стандартного раствора титана, добавляют по 30 $см^3$ стандартного раствора меди, по 10 $см^3$ серной кислоты (1:1) и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию титана, как указано в п. 6.3.1. По полученным значениям строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю титана (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100 ,$$

где C — концентрация титана, найденная по градуировочному графику, г/$см^3$;

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в таблице.

6.4.3. Абсолютные 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, приведенных в таблице.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по п. 4.4.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.06.77 № 1614

3. ВЗАМЕН ГОСТ 15027.14—69

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1538—79

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 859—2001	5.2, 6.2	ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 3118—77	5.2	ГОСТ 9293—74	6.2
ГОСТ 3760—79	5.2	ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 4204—77	2, 5.2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 4461—77	2, 5.2, 6.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 5457—75	6.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 4.4

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)

gost.e-ecolog.ru