МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Метод определения титана

Издание официальное

БЗ 4—98/563

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 16—99 от 8 октября 1999 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 18 февраля 2000 г. № 41-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11739.20—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 11739.20—82

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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 1
3 Общие требования 1
4 Сущность метода 1
5 Аппаратура, реактивы и растворы 1
6 Проведение анализа 2
7 Обработка результатов 3
Приложение А Библиография 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Метод определения титана

Aluminium casting and wrought alloys.
Method for determination of titanium

Дата введения 2000—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в алюминиевых литейных и деформируемых сплавах при массовой доле титана от 0,003 % до 0,4%.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4038—79 Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия
ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.
3.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты с добавлением пероксида водорода, устранении влияния железа (III) и ванадия (V) восстановлением аскорбиновой кислотой в присутствии сернокислой меди (II), образовании в растворе соляной кислоты 3 моль/дм^3 желтого комплексного соединения титана с диантипирилметаном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400 нм.

5 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
Печь муфельная.
Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см^3, растворы 2:1, 1:1 и 1:99.
Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3 и растворы 1:5, 1 моль/дм^3 и 0,5 моль/дм^3.
Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Издание официальное

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор 50 г/дм^3 (в расчете на безводный сульфат меди): 7,8 г 5-водного сульфата меди растворяют в воде, приливают воду до объема 100 см^3 и перемешивают.

Кислота аскорбиновая, раствор 20 г/дм^3 свежеприготовленный: 2 г аскорбиновой кислоты растворяют в воде, приливают воду до объема 100 см^3 и перемешивают.

Диантипирилметан [1], раствор 40 г/дм^3: 40 г реагента помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 600 см^3 раствора соляной кислоты 2:1, встряхивают до полного растворения, доливают раствором соляной кислоты 2:1 до объема 1000 см^3 и перемешивают.

Никель (II) хлорид 6-водный по ГОСТ 4038, раствор 2 г/дм^3,

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 10 г/дм^3: 10 г алюминия, не содержащего титана, помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 500 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании, добавляя 1 см^3 раствора хлорида никеля (II). В раствор добавляют 2—3 капли пероксида водорода и кипятят в течение 3—5 мин для удаления избытка, приливают воду до объема 600 см^3, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-90 или титан йодидный.

Стандартные растворы титана.

Раствор А: 0,5 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 раствора серной кислоты 1:5 и растворяют при нагревании, поддерживая первоначальный объем водой. По окончании растворения добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, 2—3 капли в избыток и выпаривают до появления белых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки колбы обмывают водой и снова выпаривают до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, стенки колбы обмывают 50 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3 и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают тем же раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0005 г титана.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,00005 г титана.

Раствор В: 5 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают раствором серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 до метки и перемешивают.

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

Растворы Б и В готовят перед применением.

6 Проведение анализа

6.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 воды и осторожно, небольшими порциями, 50 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Колбу накрывают часовым стеклом, нагревают до растворения навески, добавляют 1 см^3 пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3— 5 мин.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем раствора алюминия, см^3	Масса навески в аликвотной части раствора, г
От 0,003 до 0,01 включ.	1	25	—	0,25
Св. 0,01 " 0,1 "	1	10	15	0,1
" 0,1 " 0,4 "	0,5	5	20	0,025

6.1.1 Прозрачный раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.1.2 Если остается осадок, указывающий на наличие кремния, раствор фильтруют в мерную колбу

вместимостью 100 см^3 через фильтр средней плотности ("белая лента"), осадок на фильтре промывают 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 10 см^3 (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, полностью озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 5—10 мин. После охлаждения в тигель добавляют десять капель серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1—2 см^3) до получения прозрачного раствора. Раствор выпаривают досуха и прокаливают при температуре 650—700 °С в течение 2—3 мин.

К сухому остатку приливают 5 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. После охлаждения раствор присоединяют к основному раствору (при необходимости фильтруют), доливают водой до метки и перемешивают.

6.2 Аликвотную часть раствора и раствор алюминия в соответствии с таблицей 1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, при отсутствии в сплаве меди добавляют две капли раствора сернокислой меди (II), приливают 1 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают в течение 1—2 мин, приливают 10 см^3 раствора диантипирилметана, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3 Оптическую плотность раствора измеряют через 5 мин при длине волны 400 нм в кювете с толщиной слоя 30 мм для массовой доли титана от 0,003 % до 0,010 % или 10 мм для массовой доли титана от 0,010 % до 0,40 %. Раствором сравнения служит раствор, в который не введен титан (см. 6.4.1 или 6.4.2).

Массу титана определяют по градуировочному графику.

6.4 Построение градуировочных графиков

6.4.1 При массовой доле титана от 0,003 % до 0,010 %

В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая приливают по 25 см^3 раствора алюминия, в шесть из них отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г титана.

6.4.2 При массовой доле титана от 0,010 % до 0,40 %

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая приливают по 25 см^3 раствора алюминия, в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,000075; 0,0001; 0,000125 г титана.

6.4.3 В растворы, полученные по 6.4.1 и 6.4.2, добавляют по две капли раствора сернокислой меди (II) и далее поступают по 6.2 и 6.3. Раствором сравнения служит раствор, в который не введен титан.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам титана строят градуировочный график.

7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю титана X, %, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

7.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2 В процентах

Массовая доля титана	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,003 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 " 0,025 "	0,003	0,005
" 0,025 " 0,050 "	0,005	0,007
" 0,050 " 0,100 "	0,007	0,010
" 0,10 " 0,20 "	0,02	0,03
" 0,20 " 0,40 "	0,03	0,04

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6—09—3835—74 Диантипирилметан (Львовский завод "Реактив" — г. Львов)

УДК 669.715.001.4:006.354 МКС 77.120.10 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: сплавы алюминиевые, метод определения титана, аппаратура, реактивы, растворы, анализ

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.04.2000. Подписано в печать 01.06.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 297 экз. С 5225. Зак. 509.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru