УДК 669.715:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения титана

Aluminium casting and deformable alloys. Methods for determination of titanium

ГОСТ 11739.20—82

(СТ СЭВ 1549—79)

Взамен ГОСТ 11739.20—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2603 срок введения установлен

с 01.07.83

Постановлением Госстандарта СССР от 03.12.87 № 4365 срок действия продлен до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения титана (при массовой доле титана от 0,005 до 0,5 % и от 0,01 до 0,7 %) для сплавов, не содержащих ванадий, церий, молибден, хром.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1549—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА (ОТ 0,005 ДО 0,5 %)

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в соляной кислоте или в растворе гидроокиси натрия с последующим восстановлением трехвалентного железа и пятилевалентного ванадия в сернокислой среде в присутствии сульфата меди аскорбиновой кислотой, образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400 нм.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Переиздание. Ноябрь 1989 г.

gost.e-ecolog.ru

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:1 и 1:50.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:1, 1:6, 1:19 и 1 н. раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 20 %-ный раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Калий пиросернокислый ($K_2S_2O_7$) по ГОСТ 7172—76, безводный.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, 5 %-ный раствор.

Кислота аскорбиновая, 2 %-ный свежеприготовленный раствор.

Диантипирилметан, 5 %-ный раствор в 1 н. растворе серной кислоты. Для ускорения растворения раствор нагревают до 40—50 °С. Для стабилизации диантипирилметана к раствору добавляют 3—5 г аскорбиновой кислоты. Раствор хранят в темном сосуде.

Титана двуокись по ГОСТ 9808—84.

Титан металлический.

Стандартные растворы титана.

Раствор А: 0,1670 г двуокиси титана, предварительно прокаленной при температуре 1000 °С в течение 30 мин и охлажденной в эксикаторе, сплавляют в платиновом тигле с 5 г пиросульфата калия. Охлажденный тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 100 см³ раствора серной кислоты (1:1) и растворяют плав при нагревании. Тигель промывают примерно 60 см³ воды и нагревают до получения прозрачного раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 100 см³ раствора серной кислоты (1:1) и перемешивают. После охлаждения доливают до метки раствором серной кислоты (1:19) и перемешивают или

0,1000 г титана растворяют при нагревании в стакане вместимостью 600 см³ в 100 см³ раствора серной кислоты (1:6). Добавляют 1 см³ азотной кислоты и далее нагревают до удаления окислов азота. После охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую примерно 200 см³ раствора серной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг титана.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора серной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг титана.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Взвешивают навеску сплава массой 0,5 г при массовой доле титана менее 0,05 % или 0,25 г при массовой доле свыше 0,05 %.

2.3.1.1. Навеску сплава помещают в стакан вместимостью 250 см³ и в зависимости от массы пробы растворяют в 10 или 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1), прибавляя по каплям 3 см³ раствора перекиси водорода. Во время растворения стакан накрывают часовым стеклом. После растворения пробы избыток перекиси водорода удаляют кипячением, часовое стекло и стенки стаканов промывают водой, а раствор упаривают до выпадения влажных солей. Остаток растворяют в небольшом количестве горячей воды.

2.3.1.2. При массовой доле кремния не более 2 % растворяют сплав в растворе гидроокиси натрия. Навеску сплава в пластмассовом стакане в зависимости от величины навески растворяют в 15 или 10 см³ раствора гидроокиси натрия, добавляя небольшими порциями 10 или 15 см³ раствора перекиси водорода. Во время растворения стакан накрывают часовым стеклом. После растворения навески избыток перекиси водорода удаляют кипячением в течение 10—15 мин, а часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой. Затем раствор охлаждают и добавляют 20—30 см³ раствора серной кислоты (1:1). Раствор упаривают до влажных солей. К остатку добавляют примерно 100 см³ горячей воды и слабо нагревают в течение 20 мин.

2.3.2. Раствор, полученный после кислотного или щелочного растворения, фильтруют через фильтр средней плотности в стакан вместимостью 250 см³, содержащий 4 см³ раствора серной кислоты (1:1). Остаток на фильтре промывают горячим раствором соляной кислоты (1:50), затем до нейтрализации — горячей водой. Фильтрат упаривают до объема примерно 40 см³. Фильтр с осадком прокаливают в платиновом тигле при температуре примерно 500 °С, остаток увлажняют 3—4 каплями раствора серной кислоты (1:1) и 3—4 каплями азотной кислоты и затем приливают 2—5 см³ раствора фтористоводородной кислоты. Выпаривают досуха и прокаливают тигель при 600—700 °С. Остаток сплавляют с 0,5—1 г пиросернокислого калия. Плав в тигле растворяют в 5 см³ раствора серной кислоты (1:6), раствор присоединяют к основному фильтрату, тигель промывают раствором серной кислоты (1:6) и промывную жидкость присоединяют к первому фильтрату.

Объединенный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть анализируемого раствора и доливают раствор серной кислоты (1:1) объемами согласно табл. 1.

2.3.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 2.3.1 и 2.3.2

аналогично анализируемому раствору, но без добавления сплава.

2.3.4. Для построения градуировочного графика в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отмеряют по 25 см³ раствора серной кислоты (1:1) и 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 и 0,14 мг титана. В восьмую колбу раствор титана не добавляют.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Объем аликвотной части раствора, см³	Объем раствора серной кислоты (1 : 1), см³
От 0,005 до 0,01	Весь раствор	—
Св. 0,01 » 0,05	50	12,5
» 0,05 » 0,2	20	20,0
» 0,2 » 0,5	10	22,5

2.3.5. Растворы в мерных колбах вместимостью 100 см³ разбавляют водой до 60—70 см³, добавляют две капли раствора сернокислой меди, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и затем 10 см³ раствора диантипирилметана. После добавления каждого реактива растворы перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют через 1 ч при длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптических плотностей и известным содержанием титана строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где m_1 — масса титана в аликвотной части раствора сплава, найденная по градуировочному графику, г;

m_2 — масса титана в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01	0,003
Св. 0,01 » 0,05	0,005
» 0,05 » 0,1	0,01
» 0,1 » 0,3	0,03
» 0,3 » 0,5	0,05

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА (ОТ 0,01 ДО 0,7 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия титана с перекисью водорода в кислой среде, в результате чего образуется перекисное соединение титана желтого цвета. Метод не применим к сплавам, легированным ванадием, церием, молибденом и хромом.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:3.

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

Смесь кислот, состоящая из 10 частей серной кислоты (1:3) и одной части соляной кислоты (1:1).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Двуокись титана по ГОСТ 9808—84, х. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калий пиросульфат по ГОСТ 7172—76.

Стандартный раствор титана: навеску двуокиси титана массой 0,1663 г сплавляют в фарфоровом тигле с 20-кратным количеством пиросульфата. Плав растворяют без нагревания, а затем при нагревании в 150 $см^3$ серной кислоты (1:3). Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ полученного раствора содержит $1 \cdot 10^{-4}$ г титана.

Устанавливают титр раствора титана: в три колбы отбирают по 50 $см^3$ приготовленного раствора, нагревают раствор до кипения и осаждают титан раствором аммиака. Осадку ортотитановой кислоты дают отстояться в течение 30 мин при 60—70 °С, отфильтровывают его, промывают на фильтре три-четыре раза горячей водой, фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, сжигают и прокаливают при 1200—1250 °С.

Титр стандартного раствора титана в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0{,}5995}{50},$$

где m — масса прокаленной двуокиси титана, г;

0,5995 — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан;

50 — аликвотная часть стандартного раствора титана, см³.

3.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ смеси кислот и растворяют при умеренном нагревании. После растворения тотчас же отфильтровывают нерастворившиеся медь и кремний, осадок на фильтре промывают пять-шесть раз горячей водой, подкисленной серной кислотой, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 см³ при массовой доле титана до 0,2 % и вместимостью 250 см³ при массовой доле титана свыше 0,2 %.

Раствор в колбе охлаждают, добавляют 3—5 капель перекиси водорода, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром с максимумом пропускания лучей длиной волны $\lambda = 458$ нм в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор одновременно проведенного контрольного опыта со всеми применяющимися реактивами.

3.3.1. При массовой доле кремния более 2 % осадок после растворения сплава фильтруют и промывают, помещают фильтр с осадком в платиновый тигель, озоляют, прокаливают, затем отгоняют кремний, обрабатывая осадок азотной и фтористоводородной кислотами. Остаток после обработки сплавляют в 2 г пиросульфата калия и выщелачивают водой. Полученный раствор присоединяют к основному раствору и переводят в мерную колбу для дальнейшего анализа.

3.3.2. Для определения содержания титана строят два градуировочных графика:

для массовой доли титана от 0,01 до 0,1 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают из микробюретки стандартный раствор титана в количестве от 1 до 10 см³ с интервалом в 1 см³ и далее проводят анализ, как указано в п. 3.3;

для массовой доли титана от 0,1 до 0,7 % в мерные колбы вместимостью 250 см³ приливают из бюретки стандартный раствор титана в количестве от 10 до 70 см³ с интервалом 10 см³ и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.

По полученным данным строят градуировочные графики.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю титана в процентах находят по градуировочному графику.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,05	0,003
Св. 0,05 » 0,1	0,015
» 0,1 » 0,3	0,03
» 0,3 » 0,7	0,05

gost.e-ecolog.ru