



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

---

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**  
**МЕТОДЫ АНАЛИЗА**  
**ГОСТ 19863.1-91 — ГОСТ 19863.16-91**

Издание официальное

БЗ 12—90/932

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР  
Москва

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**

Методы определения алюминия

Titanium alloys.

Methods for the determination of aluminium

**ГОСТ****19863.1—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.07.92**

Настоящий стандарт устанавливает комплексометрический (при массовой доле от 0,2 до 10,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 10,0%) методы определения алюминия.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

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

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

**2. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ ГИДРООКСИДЬЮ НАТРИЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, отделении алюминия от титана, марганца и хрома гидрооксидом натрия в присутствии хлорида железа (III), связывании алюминия трилоном Б и титровании избытка трилона Б уксуснокислым цинком с эриохромом черным Т в качестве индикатора. Мешающее влияние ванадия при соотношении ванадия и алюминия не более чем 1:1 устраняют введением пероксида водорода.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Шкаф сушильный с терморегулятором.

рН-метр.

Термометр стеклянный жидкостный или ртутный до 100°C с ценой деления 1°C.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

С. 2 ГОСТ 19863.1—91

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> и раствор 1:2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и растворы 1:1 и 1:4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 плотностью 1,05 г/см<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>: 200 г гидроксида натрия растворяют в 800 см<sup>3</sup> воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 25 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария, перемешивают, через одни сутки фильтруют через ватный тампон или сливают декантацией в колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и закрывают пробкой с ловушкой для углекислого газа. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147 раствор 100 г/дм<sup>3</sup>: 100 г хлорида железа (III) растворяют в 200 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:4, приливают 700 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эриохром черный Т, раствор 5 г/дм<sup>3</sup>: 0,5 г эриохрома черного Т смешивают с 4,5 г гидрохлорида гидроксиламина и растворяют в 100 см<sup>3</sup> этилового спирта.

Индикатор метиловый оранжевый: 0,1 г реагента помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см<sup>3</sup> воды и перемешивают.

Индикаторная бумага конго: фильтры средней плотности («белая лента») пропитывают раствором конго, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°C, нарезают и хранят в боксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Соль динатриевая этилендиамина — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 18,61 г трилона Б растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 11 г уксуснокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в

200 см<sup>3</sup> воды, приливают 20 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Стандартный раствор алюминия

1 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1. Колбу накрывают часовым стеклом или воронкой и растворяют алюминий при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г алюминия.

Для установления массовой концентрации трилона Б по алюминию (*T*) в три конические колбы вместимостью по 250 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, приливают по 20 см<sup>3</sup> трилона Б, 100 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия, две капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 до перехода желтой окраски индикатора в красную, затем приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора из красной в желтую и добавляют 15—20 капель в избыток, устанавливая значение pH 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Раствор охлаждают до температуры 15—20°C, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного *T* и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

Массовую концентрацию трилона Б по алюминию (*T*), г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1 - V_2 \cdot K}, \quad (1)$$

где *C* — массовая концентрация стандартного раствора алюминия, г/см<sup>3</sup>;

*V* — объем стандартного раствора алюминия, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>1</sub> — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>2</sub> — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

*K* — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка

$$K = \frac{V_1}{V_2}. \quad (2)$$

Устанавливают соотношение  $K$  между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка: в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> трилона Б, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, две капли индикатора метилового оранжевого, нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 до перехода окраски индикатора из желтой в красную. Затем приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора из красной в желтую и добавляют 15—20 капель в избыток, устанавливая значение pH 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Раствор охлаждают до температуры 15—20°C, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного Т и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

| Массовая доля алюминия, % | Масса навески пробы, г |
|---------------------------|------------------------|
| От 0,2 до 1,0 включ.      | 1                      |
| Св. 1,0 » 10,0 »          | 0,5                    |

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, три капли в избыток, выпаривают до появления паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до кипения и кипятят до растворения солей. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида железа (III) и при интенсивном перемешивании переводят раствор порциями по 10—15 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащую 90 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроксида натрия. Колбу охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Осадку дают отстояться в течение 15—20 мин, раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 100 см<sup>3</sup> переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют две капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 до перехода окраски индикатора из желтой в крас-

ную. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают колбу до комнатной температуры в проточной воде.

Если в сплаве содержится ванадий, то к охлажденному раствору приливают 3 см<sup>3</sup> пероксида водорода и выдерживают 10 мин.

Затем приливают из бюретки раствор трилона Б в соответствии с табл. 2, выдерживают 10 мин и нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора метилового оранжевого из красной в желтую.

Таблица 2

| Массовая доля алюминия, % | Объем раствора трилона Б, см <sup>3</sup> |
|---------------------------|---|
| От 0,2 до 3,0 включ.      | 10  |
| Св. 3,0 » 10,0 »          | 20  |

Если в сплаве содержится ванадий, то в раствор помещают бумагу конго и проводят нейтрализацию аммиаком до изменения ее окраски из синей в красную от одной капли аммиака.

Приливают 15—20 капель аммиака в избыток, устанавливая рН 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до температуры 15—20°С, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного Т и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

2.3.3. Контрольный опыт учитывают в соотношении ( $K_1$ ) между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> переносят аликвотную часть раствора контрольного опыта 100 см<sup>3</sup> и продолжают по п. 2.3.1.

#### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K_1) \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $V_1$  — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$T$  — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по алюминию, г/см<sup>3</sup>;

$K_1$  — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

$m$  — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля алюминия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |                     |
|---------------------------|---------------------------------------|---------------------|
|                           | результатов параллельных определений  | результатов анализа |
| От 0,20 до 0,50 включ.    | 0,04                                  | 0,06                |
| Св. 0,50 » 1,00 »         | 0,10                                  | 0,15                |
| » 1,00 » 2,00 »           | 0,15                                  | 0,20                |
| » 2,00 » 4,00 »           | 0,20                                  | 0,25                |
| » 4,00 » 8,00 »           | 0,25                                  | 0,30                |
| » 8,0 » 10,0 »            | 0,3                                   | 0,4                 |

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и бромфтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для алюминия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, растворы 1:1, 2:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота бромфтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм<sup>3</sup>: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 160 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2:1, 8 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при

умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 150 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Стандартный раствор алюминия: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 : 1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора содержит 0,001 г алюминия.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 4 помещают в стакан из стеклоглассера вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см<sup>3</sup> бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 4

| Массовая доля алюминия,<br>% | Масса<br>навески<br>пробы, г | Вместимость<br>мерной колбы,<br>см <sup>3</sup> | Объем добавляемого<br>раствора, см <sup>3</sup> |                     |
|------------------------------|------------------------------|---|---|---------------------|
|                              |                              |   | соляной<br>кислоты 1 : 1                        | хлористого<br>калия |
| От 0,1 до 1,0 включ.         | 0,5                          | 100   | 2   | 10                  |
| Св. 1,0 > 10,0 >             | 0,25                         | 250   | 5   | 25                  |

После растворения пробы добавляют десять капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 4, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 и раствор хлористого калия (согласно табл. 4), доливают водой до метки и перемешивают.



3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1, используя вместо навески пробы навеску губчатого титана.

3.3.3. Построение градуировочного графика

3.3.3.1. При массовой доле алюминия от 0,1 до 1,0%.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,0015; 0,0025; 0,0035; 0,005 г алюминия.

3.3.3.2. При массовой доле алюминия от 1,0 до 10,0%.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,001; 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г алюминия.

3.3.3.3. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, добавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1, по 10 см<sup>3</sup> раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен-кислородного азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм. По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям алюминия строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация алюминия, г/см<sup>3</sup>».

Массовую концентрацию алюминия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

| Массовая доля алюминия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |                     |
|---------------------------|---------------------------------------|---------------------|
|                           | результатов параллельных определений  | результатов анализа |
| От 0,10 до 0,25 включ.    | 0,02                                  | 0,03                |
| Св. 0,25 » 0,50 »         | 0,05                                  | 0,06                |
| » 0,50 » 1,00 »           | 0,10                                  | 0,15                |
| » 1,00 » 2,50 »           | 0,15                                  | 0,20                |
| » 2,50 » 5,00 »           | 0,20                                  | 0,25                |
| » 5,00 » 7,50 »           | 0,25                                  | 0,30                |
| » 7,5 » 10,0 »            | 0,3                                   | 0,4                 |

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

### РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; В. А. Мошкин, канд. техн. наук; Г. И. Фридман, канд. техн. наук; Л. А. Тенякова; М. Н. Горлова, канд. хим. наук; А. И. Королева; О. Л. Скорская, канд. хим. наук

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.1—80

## 4. Периодичность проверки — 5 лет

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение ИТД,<br>на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|
| ГОСТ 61—75                                 | 2.2          |
| ГОСТ 3117—78                               | 2.2          |
| ГОСТ 3118—77                               | 2.2; 3.2     |
| ГОСТ 3769—79                               | 2.2          |
| ГОСТ 4108—72                               | 2.2          |
| ГОСТ 4147—74                               | 2.2          |
| ГОСТ 1204—77                               | 2.2          |
| ГОСТ 4234—77                               | 3.2          |
| ГОСТ 4328—77                               | 2.2          |
| ГОСТ 4461—77                               | 2.2; 3.2     |
| ГОСТ 5156—79                               | 2.2          |
| ГОСТ 5457—75                               | 3.2          |
| ГОСТ 5823—78                               | 2.2          |
| ГОСТ 9636—75                               | 3.2          |
| ГОСТ 10481—78                              | 3.2          |
| ГОСТ 10652—73                              | 2.2          |
| ГОСТ 13920—76                              | 2.2          |
| ГОСТ 11069—74                              | 2.2; 3.2     |
| ГОСТ 17746—79                              | 3.2          |
| ГОСТ 18300—87                              | 2.2          |
| ГОСТ 25086—87                              | 1.1          |
| ТУ 6-04-1678—86                            | 2.2          |