



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

ГОСТ 6689.21—92

Издание официальное

Б3 5—92/646

12 р. 30 к.

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва**

НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ

Методы определения титана

Nickel, nickel and copper-nickel alloys.
Methods for the determination of titanium

ГОСТ

6689.21—92

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические и атомно-абсорбционный методы определения титана (при массовой доле титана от 0,05 до 0,4%) в медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ТИТАНА С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании титаном в сернокислой среде с перекисью водорода желто-оранжевого комплекса и измерения оптической плотности полученного раствора.

2.2. 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.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Титан металлический с содержанием титана не менее 99,5%

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Калий-титан фтористый

Стандартный раствор титана А

Из металлического титана раствор готовят: 0,2 г титана растворяют при нагревании в 100 см³ серной кислоты (1:4). Затем при кипячении окисляют титан, прибавляя по каплям азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки водой

1 см³ раствора содержит 0,0004 г титана

Из фтористого калия-титана раствор готовят: 1,002 г препарата помещают в платиновую чашку, растворяют в 10 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до получения влажного остатка, который растворяют в 50 см³ серной кислоты (1:4). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ серной кислоты (1:4) и доливают водой до метки

1 см³ раствора А содержит 0,0004 г титана

23 Проведение анализа

23.1 Навеску сплава массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см³ азотной и 1 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. К раствору добавляют 20 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром или на спектрофотометре при 410 нм в кювете с толщиной поглощающего света слоя 1 см. Раствором сравнения служит тот же раствор, но без добавления перекиси водорода.

23.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ добавляют 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, 25 см³ серной кислоты (1:4), 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ перекиси водорода и доливают до метки водой. Далее поступают, как указано в п. 23.1

24 Обработка результатов

24.1 Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, г.

m — масса навески, г

242 Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице

Массовая доля титана %	Допускаемые расхождения %	
	d	D
От 0,05 до 0,2 включ	0,01	0,01
Св 0,2 > 0,4 >	0,02	0,03

243 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8 315, или методом добавки, или сопоставлением результатов, полученных атомно абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086

3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

3.1 Сущность метода

Метод основан на образовании титаном комплекса с диантитирилмеганом, окрашенного в золотисто-желтый цвет, и измерении оптической плотности полученного раствора

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр

Кислота азотная по ГОСТ 4461

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Кислота аскорбиновая, раствор 100 г/дм³

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм³

Диантитирилметан, раствор 10 г/дм³ 10 г реактива растворяют в 200 см³ воды, добавляют 80 см³ соляной кислоты (концентрированной), раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают

Титан металлический с содержанием не менее 99,5% титана

Калий титан фтористый

Стандартный раствор титана А готовят, как указано в п. 2.2.

Стандартный раствор титана B . 5 см³ раствора A помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают, готовят в день применения

1 см³ раствора B содержит 0,00002 г титана

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навеску массой 5 г помещают в платиновую чашку, добавляют 15 см³ азотной кислоты (1:1), 2 см³ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и раствор выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении остаток растворяют в воде, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли титана отбирают аликовтную часть раствора — 10 см³ (от 0,05 до 0,1%) и 5 см³ (от 0,1 до 0,4%) в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ воды и устанавливают $pH=7-8$ раствором уксусно-кислого натрия по универсальной индикаторной бумажке. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты (1:1), 2,5 см³ аскорбиновой кислоты, 25 см³ диантамилметана, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, с синим свегофильтром ($\lambda_{\text{оп}}=400$ нм) или на спектрофотометре при 365 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. В качестве раствора сравнения применяют такой же раствор, но без добавления диантамилметана.

3.3.2 Построение градуировочного графика

В черные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора B титана, добавляют по 10 см³ воды и устанавливают $pH=7-8$ раствором уксусно-кислого натрия и далее поступают, как указано в п 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

3.4 Обработка результатов

3.4.1 Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески пробы, соответствующая аликовтной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизведимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.4.3.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

4.1. Сущность метода

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

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для титана.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

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

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

Титан металлический.

Стандартный раствор титана: 0,1 г титана помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ серной кислоты (1:4) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,001 г титана.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1:1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³ воды при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию титана в пламени ацетилена — закись азота при длине волны 364,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. Построение градуировочного графика

В четыре мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 3,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, что соответствует 1,0; 3,0; 5,0 и 6,0 мг титана, приливают по 20 см³ стандартного раствора меди и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию титана, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация титана, найденная по градуировочному графику г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

4.4.3 Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8 315, или методом добавок, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством metallurgии СССР РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Б. П. Краснов, А. Н. Боганова, Л. В. Морейская, И. А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92 № 167

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.21—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, раздела
ГОСТ 8 315—91	2 4 3, 4 4 3
ГОСТ 199—78	3 2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 859—78	4 2
ГОСТ 3118—77	3 2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 4461—76	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 6552—80	2 2
ГОСТ 6689.1—91	Разд 1
ГОСТ 10484—78	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 10929—76	2 2
ГОСТ 25086—87	Разд 1, 2 4 3, 4 4 3

Редактор И. В. Виноградская
Технический редактор В. Н. Прусакова
Корректор А. С. Черноусова

6689.21-92
Сдат в наб 29.06.92 Подп в печ 20.08.92 Усл п л 0,5 Усл кр отт 0,5 Уч изд л 0,43.
Гир 678 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6 Зак 1327