

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ
Методы определения титанаNon-tin bronze.
Methods for the determination of titanium**ГОСТ**
15027.14—77**(СТ СЭВ 1538—79)**

ОКСТУ 1709

Срок действия

с 01.01.79

до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические и атомно-абсорбционные методы определения титана (при массовой доле титана от 0,05 до 0,3%) в безоловянных бронзах по ГОСТ 18175—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2а. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ ПЕРОКСИДНЫЙ 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—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76.

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 см³ 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 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, до влажного остатка. Содержимое чашки растворяют в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и разбавляют водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,4 мг титана.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан, приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Затем прибавляют 10 см³ 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 см³, прибавляют 5 см³ ортофосфорной кислоты, 1 см³ 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 см³ последовательно заливают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора титана, добавляют по 25 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, по 5 см³ ортофосфорной кислоты, по 1 см³ 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—87.

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 0,5М 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—77, разбавленная 1:1.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:5.

Кислота аскорбиновая по нормативно-технической документации, раствор 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Диантипирилметан (C₂₃H₂₄N₄O₂), раствор 10 г/дм³ в растворе 0,5 моль/дм³ соляной кислоты; готовят следующим образом: 10 г препарата растворяют в 200 см³ воды, добавляют 80 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь металлическая марки МО по ГОСТ 859—78.

Раствор меди; готовят следующим образом: 0,5 г меди растворяют в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, удаляют окислы азота кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г титана.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ 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 см³ и растворяют в 5 см³ азотной кислоты при нагревании. Окислы азота удаляют кипячением, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ переносят по 5 см³ раствора. Растворы разбавляют водой до объема 20 см³, нейтрализуют аммиаком до появления синей окраски комплекса меди, затем добавляют по 10 см³ соляной кислоты и по 2,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. В одну из колб добавляют 25 см³ раствора диантипирилметана и обе колбы доливают водой до метки и перемешивают. Через 50 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектро-

колориметре 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 см³ помещают по 5 см³ раствора меди и в пять из них помещают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б. Растворы разбавляют водой до объема 20 см³ 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. **(Введен 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—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:10.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Закись азота по ГОСТ 9293—74.

Медь по ГОСТ 859—78.

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

1 см³ 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 см³ серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки серной кислотой (1:10).

1 см³ раствора содержит 0,001 г титана.

6.3. Проведение анализа

6.3.1. Навеску пробы массой 3 г растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1:1), затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³ помещают 0; 1,5; 3,0; 6,0 и 9,0 см³ стандартного раствора титана, добавляют по 30 см³ стандартного раствора меди, по 10 см³ 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/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

6.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать 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**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. Ф. Шевакин, д-р техн. наук; Н. В. Егызарова; И. А. Воробьева

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 пункта, подпункта
ГОСТ 859—78	5.2, 6.2
ГОСТ 3118—77	5.2
ГОСТ 3760—79	5.2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2, 5.2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2, 5.2, 6.2
ГОСТ 5457—75	6.2
ГОСТ 6552—80	Разд. 2
ГОСТ 9293—74	6.2
ГОСТ 10484—73	Разд. 2
ГОСТ 10929—76	Разд. 2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1, 4.4

6. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 25.03.88 № 758**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ [май 1988 г.] с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)**

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 15027.1—77 (СТ СЭВ 1527—79)	Бронзы безоловянные. Метод определения меди	3
ГОСТ 15027.2—77 (СТ СЭВ 1532—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения алюминия	11
ГОСТ 15027.3—77 (СТ СЭВ 1534—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения железа	36
ГОСТ 15027.4—77 (СТ СЭВ 1533—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения марганца	55
ГОСТ 15027.5—77 (СТ СЭВ 1535—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения никеля	69
ГОСТ 15027.6—77 (СТ СЭВ 1539—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения кремния	82
ГОСТ 15027.7—77 (СТ СЭВ 1530—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения свинца	92
ГОСТ 15027.8—77 (СТ СЭВ 1541—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения мышьяка	111
ГОСТ 15027.9—77 (СТ СЭВ 1542—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения сурьмы	121
ГОСТ 15027.10—77 (СТ СЭВ 1528—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения олова	133
ГОСТ 15027.11—77 (СТ СЭВ 1531—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения фосфора	152
ГОСТ 15027.12—77 (СТ СЭВ 1529—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения цинка	164
ГОСТ 15027.13—77 (СТ СЭВ 1536—79)	Бронзы безоловянные. Метод определения бериллия	179
ГОСТ 15027.14—77 (СТ СЭВ 1538—79)	Бронзы безоловянные. Методы определения титана	184

Редактор *И. В. Виноградская*
 Технический редактор *Э. В. Мигляй*
 Корректор *С. И. Ковалева*

Слано в наб. 02.06.88 Подп. в печ. 19.09.88 12,0 усл. п. л. 12,125 усл. кр.-отт. 12,04 уч.-изд. л.
 Тираж 6000 Цена 60 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
 Новопросненский пер., д. 3.
 Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 93. Зак. 2106.