

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ**Метод определения титана**Bronze fire-resistance. Method for the determination
of titanium**ГОСТ****23859.10—79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана при его массовой доле от 0,02 до 0,09%.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23859.0—79

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, разбавленная 1 : 1.

Смесь кислот для растворения; смешивают один объем концентрированной азотной кислоты и три объема концентрированной соляной кислоты.

Перекись водорода (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Титан металлический с содержанием не менее 99,5% титана.

Титан-калий фтористый.

Стандартные растворы титана.

Раствор А. 0,2 г металлического титана растворяют при нагревании в 100 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4. Затем при ки-



пячении окисляют титан (III) до титана (IV), прибавляя по каплям азотную кислоту, разбавленную 1 : 1, до обесцвечивания раствора. Раствор кипятят 2—3 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор А можно готовить также из калия-титана фтористого. Для этого 1,0024 г калия-титана (IV) фтористого выпаривают в платиновой чашке с 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, до влажного остатка. Содержимое чашки растворяют в 50 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, добавляют 50 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4, и разбавляют водой до метки. 1 мл раствора А содержит 0,0004 г титана.

Раствор Б готовят в день применения: 25 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,0001 г титана.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 10 мл смеси кислот для растворения и растворяют при нагревании. Затем прибавляют 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения остаток растворяют в воде, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл, прибавляют 5 мл ортофосфорной кислоты, 1 мл перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектрофотометре при 410 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит раствор анализируемого сплава, проведенный через весь ход анализа, но без добавления перекиси водорода.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл последовательно вливают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 мл стандартного раствора Б титана, добавляют по 25 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 4, по 5 мл ортофосфорной кислоты, по 1 мл перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля титана (X) в процентах вычисляется по формуле

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

Изменение № 1 ГОСТ 23859.10—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения титана

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1802 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: л на дм^3 , мл на см^3 .

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «в жаропрочных медных сплавах по ГОСТ 24758—81».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений».

Пункт 2. Заменить ссылку: ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80.

Пункт 4.2. Формулу изложить в новой редакции:

$$Y = 0,015 + 0,08X.$$

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23859.10—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения титана

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Наименование стандарта. Заменить слово: «метод» на «методы»; «method» на «methods».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения титана (при массовой доле от 0,02 до 0,09 % и от 0,5 до 2 %) в жаропрочных медных сплавах».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Стандарт дополнить абзацами (после разд. 1):

«Фотометрический метод определения титана с перекисью водорода

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

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80.

Пункт 3.1 после значения 0,5 г дополнить словами: «(при массовой доле титана от 0,02 до 0,09 %) и 0,1 г (при массовой доле титана от 0,5 до 2 %)».

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции; дополнить словами (перед первым абзацем):

«3.2. Построение градуировочных графиков

3.2.1. При массовой доле титана от 0,02 до 0,09 %».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2.2:

«3.2.2. При массовой доле титана от 0,5 до 2 %

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ последовательно помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора А титана, добавляют по 25 см³ серной кислоты (1:4), по 5 см³ ортофосфорной кислоты, по 1 см³ перекиси водорода, доливают до метки водой, перемешивают и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

Примечание. Ортофосфорную кислоту добавляют в случае присутствия в бронзах железа для маскирования железа (III)».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формулам:

$$d=0,0015+0,08X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%);}$$

$$d=0,005+0,05X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%),}$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.3, 4.4:

«4.3. 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, вычисленных по формулам:

$$D=0,002+0,1X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%);}$$

$$D=0,007+0,07X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%),}$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученными атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделами 5—7:

«Фотометрический метод определения титана с диантипирилметаном

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

5. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:50.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор 4 г/дм³.

Аммоний надсернистый по ГОСТ 20478—75, раствор 200 г/дм³.

Квасцы железо-аммонийные по ТУ 6—09—5359—87, раствор 50 г/дм³.

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

Титан металлический с содержанием не менее 99,5 % титана.

Титан-калий фтористый.

Стандартные растворы титана А и Б готовят, как указано в разд. 2.

Стандартный раствор титана В: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят в день применения.

1 см³ раствора В содержит 0,00002 г титана.

6. Проведение анализа

6.1. Навеску бронзы массой 0,5 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. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой, растворяют, раствор переносят в стакан вместимостью 300 см³ и разбавляют водой до 100 см³. К раствору добавляют 2 см³ раствора азотнокислого серебра, 10 см³ раствора надсернистого аммония и раствор кипятят в течение 30 мин. Раствор охлаждают, добавляют 1 см³ раствора железо-аммонийных квасцов, осаждают гидроокиси железа и титана раствором аммиака и раствор выдерживают при 50—60 °С для коагуляции осадка в течение 30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают горячим раствором аммиака (1:50). Осадок растворяют в 20 см³ серной кислоты (1:4) в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают водой и повторяют осаждение гидроокиси, фильтрование, растворение осадка и промывание фильтра. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от массовой доли титана отбирают аликвотную часть раствора — 20 см³ (от 0,02 до 0,09 %) и 10 см³ (от 0,5 до 2 %) в мерную колбу вместимостью 100 см³ и устанавливают рН=7—8 раствором аммиака по универсальной индикаторной бумажке. Затем добавляют 10 см³ соляной кислоты, 2,5 см³ аскорбиновой кислоты, 25 см³ диантипирилметана, доливают до метки водой и перемешивают. Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора на

фотоэлектроколориметре с синим светофильтром ($\lambda_{\text{эф}} = 400$ нм) или на спектрофотометре при 365 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

6.2. Построение градуировочных графиков

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора В титана или 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора В титана, добавляют по 10 см³ соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 5.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий титана.

7. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2},$$

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

m_2 — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

7.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формулам:

$$d = 0,0015 + 0,08X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%);}$$

$$d = 0,005 + 0,05X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%),}$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

7.3. 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, вычисленных по формулам:

$$D = 0,002 + 0,1X \text{ (для интервала от 0,02 до 0,09 \%);}$$

$$D = 0,007 + 0,07X \text{ (для интервала от 0,5 до 2 \%),}$$

где X — массовая доля титана в сплаве, %.

7.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87.

7.5. Метод применяется при разногласиях в оценке качества жаропрочных бронз».