

СПЛАВЫ ТВЕРДЫЕ СПЕЧЕННЫЕ**Методы определения титана**Sintered hardmetals. Methods for the
determination of titanium**ГОСТ**
25599.3—83
(СТ СЭВ 2950—81)

ОКП 19 6100

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 января
1983 г. № 291 срок действия установленс 01.01.84
до 01.01.89**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения титана: фотоколориметрический при массовой доле его от 1 до 20% и дифференциальный фотоколориметрический при массовой доле его от 10 до 40% в твердых спеченных сплавах, твердосплавных карбидных смесях и сложных карбидах.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2950—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14339.0—82.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислой среде и измерении оптической плотности раствора при длине волны от 400 до 434 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³ и растворы 1 : 4 и 5%-ный.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 30%-ный раствор.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Титана двуокись или титан металлический.

Растворы титана стандартные.

Аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546—75.

Раствор А: 0,1668 г предварительно прокаленной до постоянной массы двуокиси титана растворяют в смеси 20 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония при нагревании. Раствор после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют раствором серной кислоты (1 : 4) до метки и перемешивают, или 0,1 г металлического титана растворяют в 20 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония на открытой плитке в жаропрочном стакане, покрытом часовым стеклом. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют раствором серной кислоты (1 : 4) до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г титана.

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 10 см³ раствора А, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г титана.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску массой 0,1 г помещают в стакан, добавляют от 5 до 10 см³ серной кислоты и 5 г сернокислого аммония.

Стакан накрывают часовым стеклом и растворяют пробу при интенсивном нагревании.

После охлаждения в стакан приливают 30 см³ раствора винной кислоты. Затем раствор пробы переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

В зависимости от ожидаемого содержания титана в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора пробы в соответствии с табл. 1, затем вводят 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки 5%-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см ³	Толщина поглощающего слоя кюветы, мм
От 1 до 4	20	50
Св. 4 » 9	10	50
» 9 » 20	25	10

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 400 нм, пользуясь кюветой с толщиной поглощающего слоя 50 мм,

или при длине волны 434 нм, пользуясь кюветой с толщиной поглощающего слоя 10 мм. Раствором сравнения служит анализируемый раствор.

Массовую долю титана находят по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм в семь мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 7,0 см³ стандартного раствора титана А, приливают 5 см³ серной кислоты, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при длине волны 434 нм.

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм в десять мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ стандартного раствора титана Б, приливают 5 см³ серной кислоты, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при длине волны 400 нм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание титана в реактивах.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям титана строят градуировочные графики.

2.3.3. Когда анализируемая проба содержит ванадий из раствора, подготовленного для измерения оптической плотности, отливают 30 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 0,1 г кислого фтористого аммония. Через 3 мин измеряют оптическую плотность окрашенного от ванадия раствора и вычитают ее от оптической плотности T_{i+V} , ранее измеренной.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1} \cdot 100,$$

где m — масса титана в аликвотной части анализируемого раствора, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

Примечание. 1% молибдена соответствует 0,08% титана, поэтому, если в анализируемых пробах содержится молибден, эту величину вычитают из массовой доли титана, рассчитанной по формуле.

2.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
От 1,0 до 2,5	0,05
Св. 2,5 » 5,0	0,1
» 5 » 10	0,15
» 10 » 20	0,25

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислой среде с последующим определением титана методом дифференциальной фотоколориметрии.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура в соответствии с п. 2.2.

Реактивы и растворы — по п. 2.2 и раствор сравнения.

Раствор сравнения готовят перед началом анализа: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают 5 или 8 см³ стандартного раствора титана А, вводят 5%-ный раствор серной кислоты до 90 см³, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. В зависимости от содержания титана берут навеску массой в соответствии с табл. 3 и растворяют по п. 2.3.1.

Таблица 3

Массовая доля титана, %	Масса навески пробы, г	Объем аликвотной части анализируемого раствора, см ³	Содержание титана в растворе сравнения, г	Толщина поглощающего слоя кюветы, мм
От 10 до 14	0,1	—	0,008	50
Св. 14 » 20	0,2	25	0,005	30
» 20 » 25	0,2	25	0,008	50
» 20 » 28	0,1	50	0,008	50
» 20 » 28	0,2	20	0,005	30
» 25 » 30	0,2	20	0,008	50
» 30 » 40	0,1	25	0,005	30

В охлажденный раствор приливают 1 см³ раствора перекиси водорода, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Для определения содержания титана в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают

аликвотную часть анализируемого раствора в соответствии с табл. 3, вводят 5%-ный раствор серной кислоты до 90 см³, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют при длине волны 490 нм, пользуясь кюветой и раствором сравнения в соответствии с табл. 3.

Содержание титана находят по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм в семь мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0; 13,0 и 14,0 см³ стандартного раствора титана А, приливают 5%-ный раствор серной кислоты до 90 см³, 1 см³ раствора перекиси водорода, разбавляют до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 490 нм. Раствором сравнения служит раствор, содержащий 0,008 г титана.

При построении градуировочного графика для кюветы с толщиной поглощающего слоя 30 мм в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ отбирают 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,0 см³ стандартного раствора титана А и далее поступают, как указано выше.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 490 нм.

Раствором сравнения служит раствор, содержащий 0,005 г титана.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям титана строят градуировочный график.

3.3.3. При наличии в анализируемой пробе ванадия анализ проводят, как указано в п. 2.3.3.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю титана вычисляют по п. 2.4.1.

3.4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0.95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля титана %	Допускаемые расхождения, %
От 10 до 20	0,25
Св 20 » 30	0,35
» 30 » 40	0,5

Изменение № 1 ГОСТ 25599.3—83 Сплавы твердые спеченные. Методы определения титана

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1184

Дата введения 01.01.89

Пункт 2.2 дополнить абзацем: «Весы аналитические типа ВЛР-200 или любого другого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более $\pm 0,0002$ г».

Пункт 2.3.1. Четвертый абзац дополнить словами: «Если раствор мутный, часть раствора отфильтровывают через сухой фильтр в сухой стакан»; пятый абзац дополнить словами: «не содержащий перекиси водорода».

(ИУС № 7 1988 г.)