Группа В59

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Метод определения титана

ГОСТ 3240.18—76

Magnesium alloys.
Method for determination of titanium

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана (при массовой доле титана от 0,001 до 0,02 %).

Метод основан на взаимодействии в солянокислой среде титана с диантипирилметаном с образованием золотисто-желтого комплексного соединения, интенсивность окраски которого пропорциональна содержанию титана. Мешающее влияние железа устраняют добавлением аскорбиновой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 10 %-ный раствор.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Кислота аскорбиновая, 10 %-ный раствор.

Диантипирилметан, 1 %-ный раствор; готовят следующим образом: 10 г диантипирилметана растворяют в 300—400 м 10 %-ного раствора соляной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки 10 %-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

Стандартные растворы титана

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г титановой губки растворяют в 20 м серной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют, добавляя по каплям азотную кислоту до обесцвечивания, и кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и разбавляют дистиллированной водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г титана.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см^3 раствора А переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, прибавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор разбавляют водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава 1 г (при массовой доле титана до 0,01 %) и 0,5 г (при массовой доле титана от 0,01 до 0,02 %) растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до полного растворения сплава. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: Rost 3240.18 1976

и при необходимости фильтруют. Затем прибавляют 2 см³ 10%-ного раствора аскорбиновой кислоты, через 3—5 мин 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 25 см³ раствора диантипирилметана, доливают водой до метки и хорошо перемешивают, после чего оставляют для полного развития окраски в течение 2 ч. Оптическую плотность раствора измеряют при λ_{max} = 413 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массовую долю титана определяют по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В серию мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; $0{,}5 \cdot 10^{-5}$; $1 \cdot 10^{-5}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$; $7 \cdot 10^{-5}$; $9 \cdot 10^{-5}$ и $1 \cdot 10^{-4}$ г титана, прибавляют по 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ аскорбиновой кислоты и 25 см³ диантипирилметана. Раствор доливают до метки водой, хорошо перемешивают и через 2 ч измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.1. По значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,005	0,0005
Св. 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли титана от 0,001 до 0,02 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли титана методом добавок.

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: Rost 3240.18 1976