

УДК 689.715 : 543.06 : 006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения циркония

Titanium alloys,
Methods for the determination of zirconium

ГОСТ

19863.13—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический (при массовой доле от 0,5 до 20,0%), фотометрический (при массовой доле от 0,02 до 0,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 20,0%) методы определения циркония.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, осаждении циркония двузамещенным фосфорнокислым аммонием в присутствии пероксида водорода, прокаливании осадка при температуре $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$ до пирофосфата циркония и взвешивании прокаленного осадка.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры беззольные по ТУ 6-09-1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью $1,84 \text{ г/см}^3$, растворы 1 : 3 и 1 : 4.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772, раствор 100 г/дм^3 .

Издание официальное

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

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 50 г/дм³.

Промывная жидкость: в коническую колбу вместимостью 1 дм³ помещают 100 см³ раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония, приливают 900 см³ раствора серной кислоты 1:4 и перемешивают.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора серной кислоты 1:3 и нагревают до полного растворения навески, поддерживая первоначальный объем водой.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Масса навески пробы, г
От 0,5 до 5,0 включ.	0,5
Св. 5,0 » 10,0 »	0,25
» 10,0 » 20,0 »	0,1

Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 150 см³ воды, 20 см³ пероксида водорода, при перемешивании небольшими порциями 20 см³ раствора двузамещенного фосфорнокислого аммония, затем нагревают до 40—50°C, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и дают отстояться при комнатной температуре не менее 3 ч.

Осадок отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают восемь раз промывной жидкостью и три раза раствором азотнокислого аммония (при этом осадок и фильтр должны быть полностью отмыты от желтой окраски).

Фильтр с осадком помещают в доведенный при температуре (1000±10)°C до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, подсушивают, осторожно озоляют, не давая воспламениться бумаге фильтра, прокаливают в муфельной печи при температуре (1000±10)°C в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,344}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса тигля, г;

m — масса навески пробы, г;

0,344 — коэффициент пересчета пирофосфата циркония на цирконий.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля циркония, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,07
Сл. 1,00 до 2,50 »	0,07	0,10
» 2,5 » 5,0 »	0,1	0,2
» 5,0 » 10,0 »	0,2	0,3
» 10,0 » 20,0 »	0,3	0,4

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, образовании оранжево-красного комплексного соединения циркония с ксиленоловым оранжевым и измерении оптической плотности раствора при длине волны 536 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³, растворы 1 : 4 и 0,05 моль/дм³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 200 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммоний азогнокислый по ГОСТ 3761, раствор 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Соль динатриевая этилендиамина — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм³: 9,3 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 200 см³ воды и растворяют при перемешивании.

Раствор фильтруют через складчатый фильтр из фильтровальной бумаги в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, раствор 1 г/дм³, свежеприготовленный.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Цирконий сернокислый по ТУ 6-09-3986.

Стандартные растворы циркония

Раствор А: 3,9 г сернокислого циркония помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ воды и рас-

творяют навеску, затем осторожно приливают 25 см³ серной кислоты, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г циркония.

Устанавливают массовую концентрацию (T) стандартного раствора циркония: аликвотную часть раствора 25 см³ помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 70—80 см³ воды, добавляют 1 г хлористого аммония, нагревают до 60—70°C и добавляют по каплям при перемешивании аммиак до осязательного запаха.

Раствор с осадком нагревают до кипения, выдерживают 20 мин в теплом месте при температуре 40—50°C, затем фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»).

Осадок на фильтре промывают пять раз раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком помещают в доведенный при температуре (1000±10)°C до постоянной массы и взвешенный платиновый тигель, подсушивают, осторожно озоляют и прокаливают в муфельной печи при температуре (1000±10)°C в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора циркония (T), г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0,7403}{V}, \quad (2)$$

где m — масса осадка после прокаливания, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуоксида циркония на цирконий;

V — объем стандартного раствора циркония, взятый для определения циркония, см³.

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают 0,05 моль/дм³ раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,00001 г циркония.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают пипеткой 15 см³ раствора серной кислоты 1:4, колбу накрывают часовым стеклом или воронкой и нагревают до растворения пробы, поддерживая первоначальный объем водой. Одновременно в тех же условиях растворяют 0,25 г губчатого титана.

В полученный раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до обесцвечивания раствора и 2—3 капли в избыток, приливают 20 см³ воды и кипятят 1—2 мин. Колбу с раствором охлаждают до комнатной температуры, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Аликвотную часть раствора согласно табл. 3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 0,05 моль/дм³