

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ
МЕТОДЫ АНАЛИЗА
ГОСТ 19863.1-91—ГОСТ 19863.16-91

Издание официальное

БЗ 12—90/932

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения алюминия

Titanium alloys.
Methods for the determination of aluminium

ГОСТ

19863.1—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает комплексометрический (при массовой доле от 0,2 до 10,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,1 до 10,0%) методы определения алюминия.

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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ ГИДРООКСИДЬЮ НАТРИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, отделении алюминия от титана, марганца и хрома гидрооксидом натрия в присутствии хлорида железа (III), связывании алюминия трилоном Б и титровании избытка трилона Б уксуснокислым цинком с эриохромом черным Т в качестве индикатора. Мешающее влияние ванадия при соотношении ванадия и алюминия не более чем 1:1 устраняют введением пероксида водорода.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Шкаф сушильный с терморегулятором.

рН-метр.

Термометр стеклянный жидкостный или ртутный до 100°C с ценой деления 1°C.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

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

С. 2 ГОСТ 19863.1—91

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1 : 2.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и растворы 1 : 1 и 1 : 4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 плотностью 1,05 г/см³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 200 г/дм³.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор 100 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³: 200 г гидроксида натрия растворяют в 800 см³ воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 25 см³ раствора хлористого бария, перемешивают, через одни сутки фильтруют через ватный тампон или сливают декантацией в колбу вместимостью 1 дм³ и закрывают пробкой с ловушкой для углекислого газа. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147 раствор 100 г/дм³: 100 г хлорида железа (III) растворяют в 200 см³ раствора соляной кислоты 1 : 4, приливают 700 см³ воды и перемешивают.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эриохром черный Т, раствор 5 г/дм³: 0,5 г эриохрома черного Т смешивают с 4,5 г гидрохлорида гидроксиламина и растворяют в 100 см³ этилового спирта.

Индикатор метиловый оранжевый: 0,1 г реагента помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды и перемешивают.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды и перемешивают.

Индикаторная бумага конго: фильтры средней плотности («белая лента») пропитывают раствором конго, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°C, нарезают и хранят в бюксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Соль динатриевая этилендиамина — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³: 18,61 г трилона Б растворяют в 200 см³ воды, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³: 11 г уксуснокислого цинка помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в

200 см³ воды, приливают 20 см³ уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Стандартный раствор алюминия

1 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Колбу накрывают часовым стеклом или воронкой и растворяют алюминий при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г алюминия.

Для установления массовой концентрации трилона Б по алюминию (*T*) в три конические колбы вместимостью по 250 см³ помещают по 10 см³ стандартного раствора алюминия, приливают по 20 см³ трилона Б, 100 см³ воды, 5 см³ раствора гидроксида натрия, две капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1:1 до перехода желтой окраски индикатора в красную, затем приливают 5 см³ соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Раствор нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора из красной в желтую и добавляют 15—20 капель в избыток, устанавливая значение рН 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Раствор охлаждают до температуры 15—20°C, приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного *T* и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

Массовую концентрацию трилона Б по алюминию (*T*), г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1 - V_2 \cdot K}, \quad (1)$$

где *C* — массовая концентрация стандартного раствора алюминия, г/см³;

V — объем стандартного раствора алюминия, используемый для титрования, см³;

*V*₁ — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см³;

*V*₂ — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

K — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка

$$K = \frac{V_1}{V_2}. \quad (2)$$