

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2005

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**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ****Методы определения титана**

Steels alloyed and highalloyed.
Methods of the determination of titanium

МКС 77.080.20

**ГОСТ
12356—81****Дата введения 01.07.81**

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения титана (при массовой доле титана от 0,005 до 0,3 %), фотометрический метод (при массовой доле титана от 0,01 до 3,5 %) в легированных и высоколегированных сталях.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 965—78.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

**2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА
В СТАЛЯХ, СОДЕРЖАЩИХ НЕ БОЛЕЕ 1 % НИОБИЯ И НЕ БОЛЕЕ 1 % ВОЛЬФРАМА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантгирилметаном, экстракции его хлороформом и измерении светопоглощения полученного экстракта при длине волны 395 нм или при 410—430 нм (в присутствии ниобия).

Масса титана в 50 см³ экстракта составляет 10—150 мкг. Железо (III) и ванадий (V) восстанавливают аскорбиновой кислотой.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:6, 1:9: 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная 1:2, 1:4, 1:5.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота аскорбиновая, раствор 100 г/дм³ свежеприготовленный.

Индикатор универсальный, бумага.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Диантгирилметан, раствор 4 г/дм³, свежеприготовленный в соляной кислоте 1:6.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Олово металлическое в гранулах.

Олово хлористое по ТУ 6-09-5393—88, раствор: 200 г хлористого олова растворяют в 145 см³ горячей соляной кислоты. Раствор охлаждают, доливают водой до объема 1 дм³ и добавляют несколько гранул олова, свежеприготовленный раствор.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Титана двуокись.

Титан сернокислый, стандартные растворы А и Б.

Раствор А: 0,1668 г свежепрокаленной при 1000 °С двуокиси титана помещают в платиновую или кварцевую чашку и сплавляют с 3—5 г пиросернокислого калия при 800—850 °С. После охлаждения плав растворяют в 400 см³ серной кислоты (1:5) в стакане вместимостью 600 см³ и оставляют на 12 ч при комнатной температуре. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 дм³, фильтр промывают 3—4 раза серной кислотой (1:5). Раствор доливают до метки серной кислотой (1:5) и перемешивают.

Устанавливают массовую концентрацию раствора А: 100 см³ стандартного раствора сернокислого титана помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают при перемешивании раствор аммиака до pH 8—9 по универсальному индикатору и затем избыток 3—5 см³. Раствор с выпавшим осадком нагревают до кипения и осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента». Фильтр с осадком промывают 3—4 раза теплой водой, содержащей 10 см³ раствора аммиака в 1 дм³ воды, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озолят и прокаливают при 1000—1100 °С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реагентов.

Массовую концентрацию раствора сернокислого титана (T), выраженную в г/см³ титана, вычисляют по формуле

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,5996}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси титана, г;

m_2 — масса тигля без осадка двуокиси титана, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;

m_4 — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

0,5996 — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан;

V — объем раствора сернокислого титана, взятый для установки массовой концентрации, см³.

Приготовление стандартного раствора А допускается из металлического титана. Для этого 0,1 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 50 см³ серной кислоты (1:2) и растворяют при нагревании. Затем к раствору добавляют по каплям азотную кислоту до обесцвечивания его и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно смывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой (1:5) и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г титана.

Раствор Б (готовят непосредственно перед применением): 100 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки серной кислотой (1:5) и перемешивают; готовят непосредственно перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Анализируемую пробу растворяют одним из трех способов.

Способ 1. Навеску стали в соответствии с табл. 1 помещают в кварцевый тигель вместимостью 100—150 см³, накрывают кварцевой крышкой и сплавляют с 5—10 г пиросернокислого калия при 700 °С. Охлажденный плав растворяют в 20 см³ соляной кислоты (1:9).

Способ 2. Навеску стали в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании, добавляя по каплям раствор перекиси водорода. После полного растворения пробы избыток перекиси водорода удаляют кипячением раствора.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Масса навески, г
От 0,005 до 0,01 включ.	0,2
Св. 0,01 » 0,3 »	0,1

Способ 3. Навеску стали в соответствии с табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты и 5—7 см³ азотной кислоты, приливая ее по каплям. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:4) и раствор выпаривают до

С. 3 ГОСТ 12356—81

появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты (1:9) и нагревают до растворения солей.

Допускаются другие способы растворения, которые обеспечивают полное разложение пробы и не требуют изменений в последующих стадиях анализа.

Полученный раствор фильтруют через фильтр «белая лента» (основной фильтрат), промывают фильтр два раза соляной кислотой (1:100) и два раза водой. Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель, высушивают, озолят, прокаливают при 600—700 °C и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют при нагревании в 20—30 см³ соляной кислоты (1:9) и раствор отфильтровывают через фильтр «белая лента». Фильтр с осадком отбрасывают, а полученный фильтрат присоединяют к основному фильтрату. Объединенные фильтраты упаривают до объема 15—20 см³.

При массовой доле титана от 0,005 до 0,15 % весь раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, обмывая стенки стакана 15 см³ соляной кислоты (1:9).

При массовой доле титана от 0,015 до 0,3 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой 1:9 и перемешивают. Аликовтную часть раствора, равную 20 см³, помещают в делительную воронку вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты (1:9), 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и раствор перемешивают. Через 3 мин в делительную воронку приливают 10 см³ раствора диантамилметана и перемешивают. Спустя 30 мин, приливают 5 см³ раствора хлористого олова, перемешивают и добавляют 20 см³ хлороформа.

Делительную воронку встряхивают в течение 1 мин и после разделения слоев органический слой сливают в мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстракцию повторяют два раза, каждый раз добавляя по 5 см³ хлороформа. Органические слои собирают в ту же мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстракт в колбе доливают до метки хлороформом, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, которую закрывают пробкой. Через 15 мин измеряют оптическую плотность окрашенного экстракта на спектрофотометре при длине волн 395 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания в интервале длин волн 390—405 нм. Толщину поглощающего слоя кюветы выбирают таким образом, чтобы получить значение оптической плотности в пределах прямолинейного участка градуировочного графика.

В качестве раствора сравнения применяют хлороформ.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Из среднего значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности контрольного опыта.

Массу титана находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок вместимостью 100 см³ вводят по 20 см³ раствора соляной кислоты (1:9) и в шесть из них последовательно приливают 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 15,0 см³ стандартного раствора Б титана. В делительные воронки добавляют по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и через 3 мин добавляют по 10 см³ раствора диантамилметана. Далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1. При измерении светопоглощения в качестве раствора сравнения используют экстракт в седьмой делительной воронке, не содержащей титан.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим массам титана строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески стали, соответствующая аликовтной части раствора, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантамилметаном в солянокислой среде и измерении светопоглощения полученного раствора