



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

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

Издание официальное

2 р. 90 к. 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 комплексонометрический (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. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ ГИДРООКИСЬЮ НАТРИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, отделении алюминия от титана, марганца и хрома гидроокисью 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.

pH-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

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 этилендиамин — 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°С, 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

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

Устанавливают соотношение K между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка: в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 20 см³ трилона Б, приливают 100 см³ воды, две капли индикатора метилового оранжевого, нейтрализуют раствором соляной кислоты 1 : 1 до перехода окраски индикатора из желтой в красную. Затем приливают 2 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°С, приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного Т и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески пробы, г
От 0,2 до 1,0 включ.	1
Св. 1,0 » 10,0 »	0,5

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, три капли в избыток, выпаривают до появления паров серной кислоты и продолжают нагревание в течение 3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды, нагревают до кипения и кипятят до растворения солей. Затем приливают 10 см³ раствора хлорида железа (III) и при интенсивном перемешивании переводят раствор порциями по 10—15 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, содержащую 90 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Колбу охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Осадку дают отстояться в течение 15—20 мин, раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в коническую колбу вместимостью 250 см³, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.3.2. Аликвотную часть раствора 100 см³ переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют две капли индикатора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором соляной кислоты 1 : 1 до перехода окраски индикатора из желтой в крас-

ную. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты, кипятят 2 мин и охлаждают колбу до комнатной температуры в проточной воде.

Если в сплаве содержится ванадий, то к охлажденному раствору приливают 3 см³ пероксида водорода и выдерживают 10 мин.

Затем приливают из бюретки раствор трилона Б в соответствии с табл. 2, выдерживают 10 мин и нейтрализуют аммиаком до изменения окраски индикатора метилового оранжевого из красной в желтую.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Объем раствора трилона Б, см ³
От 0,2 до 3,0 включ.	10
Св. 3,0 » 10,0 »	20

Если в сплаве содержится ванадий, то в раствор помещают бумагу конго и проводят нейтрализацию аммиаком до изменения ее окраски из синей в красную от одной капли аммиака.

Приливают 15—20 капель аммиака в избыток, устанавливая рН 9 (допускается применение универсальной индикаторной бумаги).

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до температуры 15—20°С, приливают 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, восемь капель раствора эриохрома черного Т и быстро титруют раствором уксуснокислого цинка до перехода синей окраски раствора в красно-фиолетовую.

2.3.3. Контрольный опыт учитывают в соотношении (K_1) между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ переносят аликвотную часть раствора контрольного опыта 100 см³ и продолжают по п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K_1) \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, используемый для титрования, см³;

V_2 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование, см³;

T — установленная массовая концентрация раствора трилона Б по алюминию, г/см³;

K_1 — соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка;

m — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,20 до 0,50 включ.	0,04	0,06
Св. 0,50 » 1,00 »	0,10	0,15
» 1,00 » 2,00 »	0,15	0,20
» 2,00 » 4,00 »	0,20	0,25
» 4,00 » 8,00 »	0,25	0,30
» 8,0 » 10,0 »	0,3	0,4

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции алюминия при длине волны 309,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для алюминия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 1 : 1, 2 : 1.

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

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 20 г/дм³.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Растворы титана

Раствор А, 20 г/дм³: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 160 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при

умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см³ азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм³: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 150 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют двадцать капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Стандартный раствор алюминия: 1 г алюминия помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г алюминия.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 4 помещают в стакан из стеклоуглерода вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 4

Массовая доля алюминия, %	Масса часовки пробы, г	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем добавляемого раствора, см ³	
			соляной кислоты 1 : 1	хлористого калия
От 0,1 до 1,0 включ.	0,5	100	2	10
Св. 1,0 » 10,0 »	0,25	250	5	25

После растворения пробы добавляют десять капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 4, добавляют раствор соляной кислоты 1 : 1 и раствор хлористого калия (согласно табл. 4), доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1, используя вместо навески пробы навеску губчатого титана.

3.3.3. Построение градуировочного графика

3.3.3.1. При массовой доле алюминия от 0,1 до 1,0%.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 2,5; 3,5; 5,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,0005; 0,0015; 0,0025; 0,0035; 0,005 г алюминия.

3.3.3.2. При массовой доле алюминия от 1,0 до 10,0%.

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают по 10 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора алюминия, что соответствует 0,001; 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г алюминия.

3.3.3.3. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.3.3.1, 3.3.3.2, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, по 10 см³ раствора хлористого калия, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилензакись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию алюминия при длине волны 309,3 нм. По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям алюминия строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация алюминия, г/см³».

Массовую концентрацию алюминия в растворе пробы и в растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

где C_1 — массовая концентрация алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация алюминия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

3.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля алюминия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,10 до 0,25 включ	0,02	0,03
Св 0,25 » 0,50 »	0,05	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,15
» 1,00 » 2,50 »	0,15	0,20
» 2,50 » 5,00 »	0,20	0,25
» 5,00 » 7,50 »	0,25	0,30
» 7,5 » 10,0 »	0,3	0,4

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Давыдов, д-р техн. наук; В. А. Мошкин, канд. техн. наук;
Г. И. Фридман, канд. техн. наук; Л. А. Тенякова; М. Н. Горлова, канд. хим. наук; А. И. Королева; О. Л. Скорская, канд. хим. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 05.05.91 № 625

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.1—80

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2 2
ГОСТ 3117—78	2 2
ГОСТ 3118—77	2 2; 3 2
ГОСТ 3760—79	2 2
ГОСТ 4108—72	2 2
ГОСТ 4147—74	2 1
ГОСТ 1204—77	2 2
ГОСТ 4234—77	3 2
ГОСТ 4328—77	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2; 3 2
ГОСТ 5456—79	2 2
ГОСТ 5457—75	3 2
ГОСТ 5823—78	2 2
ГОСТ 9656—75	3 2
ГОСТ 10481—78	3 2
ГОСТ 10652—73	2 2
ГОСТ 10929—76	2 2
ГОСТ 11069—74	2 2; 3 2
ГОСТ 17746—79	3 2
ГОСТ 18300—87	2 2
ГОСТ 25086—87	1 1
ТУ 6 09 1678—86	2 2