

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ

Методы определения железа

Titanium alloys.
Methods for the determination of iron**ГОСТ**
19863.5—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 2,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0%) методы определения железа.

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. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в серной кислоте, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного гидрохлоридом гидроксиламина, образовании оранжевого комплекса двухвалентного железа с 1,10-фенантролином при pH 5 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4202 плотностью 1,84 г/см³ и раствор 1:3.

Издание официальное

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

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

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

1,10-фенантролин.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Смесь реактивов: в коническую колбу вместимостью 1 дм³ помещают 1,25 г 1,10-фенантролина, приливают 500 см³ воды и нагревают до растворения. К раствору добавляют 40 г винной кислоты, 500 г уксуснокислого натрия, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают. Раствор пригоден для применения в течение 3 недель.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартные растворы железа

Раствор А: 0,1 г железа помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 80 см³ раствора соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, ополаскивают часовое стекло водой в стакан, в котором проводили растворение, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и нагревают до растворения пробы, поддерживая первоначальный объем водой.

В раствор приливают по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски и в избыток пять капель, кипятят 1—2 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.4.2. Аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают воду до 60 см³, 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, 20 см³ смеси реактивов, через 10 мин доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,01 до 0,1 включ.	25
Св. 0,1 > 0,5 >	5
> 0,5 > 1,0 >	2
> 1,0 > 2,0 >	1

2.4.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин при длине волны 510 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по пп. 2.4.1 и 2.4.2 со всеми используемыми в анализе реактивами.

При анализе сплавов, содержащих хром, никель и ванадий, раствором сравнения служит компенсирующий раствор: аликвотную часть раствора пробы согласно табл. 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В этом случае оптическую плотность раствора контрольного опыта измеряют по отношению к воде и вычитают из оптической плотности растворов пробы.

Массовую долю железа рассчитывают по градуировочному графику.

2.4.4. Построение градуировочного графика

В десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,000025; 0,00003; 0,000035; 0,000035; 0,00004; 0,000045; 0,00005 г железа, во все колбы приливают по 5 см³ раствора контрольного опыта и далее продолжают по пп. 2.4.2 и 2.4.3. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,006
Св. 0,030 > 0,100 >	0,006	0,010
> 0,10 > 0,30 >	0,02	0,03
> 0,30 > 0,50 >	0,03	0,04
> 0,50 > 1,00 >	0,05	0,06
> 1,00 > 2,00 >	0,08	0,10

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и борофтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени ацетилен - воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для железа.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

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

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

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

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, переносят 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 250 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.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 1 г чистого карбонильного железа растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты 1:1, добавляют несколько капель азотной кислоты, кипятят раствор в течение 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г железа.

3.3. Подготовка к анализу — по п. 2.3.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Навеску пробы массой в соответствии с табл. 3 помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 2:1, 1 см³ бромфтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески пробы, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем добавляемого раствора соляной кислоты 1:1, см ³
От 0,01 до 0,10 включ.	0,5	100	2
Св. 0,10 > 1,0 >	0,25	250	5
> 1,0 > 5,0 >	0,25	250	—

После растворения пробы добавляют 5—10 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью согласно табл. 3, добавляют раствор соляной кислоты 1:1 (см. табл. 3), доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.2. При массовой доле железа свыше 1,0 до 5,0% отбирают аликвотную часть раствора 20 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.3. Раствор контрольного опыта готовят по пп. 3.4.1 и 3.4.2.

3.4.4. Построение градуировочного графика

3.4.4.1. При массовой доле железа от 0,01 до 0,1%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана А, в пять из них отмеряют 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0 см³ стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006 г железа.

3.4.4.2. При массовой доле железа свыше 0,1 до 1,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 10 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,0001; 0,00025; 0,0005; 0,00075; 0,001 г железа.

3.4.4.3. При массовой доле железа свыше 1,0 до 5,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 2 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора железа Б, что соответствует 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г железа.

3.4.4.4. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 3.4.4.1, 3.4.4.2, 3.4.4.3, добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.4.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — воздух (окислительное) и измеряют атомную абсорбцию железа при длине волны 248,3 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация железа, г/см³».

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

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

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

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

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески в растворе пробы или в соответствующей аликвотной части раствора пробы, г.

3.5.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,025 включ.	0,003	0,005
Св. 0,025 > 0,050 >	0,005	0,007
> 0,050 > 0,100 >	0,010	0,015
> 0,100 > 0,250 >	0,015	0,020
> 0,250 > 0,500 >	0,025	0,030
> 0,50 > 1,00 >	0,05	0,07
> 1,00 > 2,50 >	0,10	0,15
> 2,50 > 5,00 >	0,15	0,20

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; Л. В. Антоненко; 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 19863.5—80

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 13610—79	3.2
ГОСТ 17746—79	3.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 25086—87	1.1