

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ**Метод определения титана**Magnesium alloys.
Method for determination of titanium**ГОСТ
3240.18—76**МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана (при массовой доле титана от 0,001 до 0,02 %).

Метод основан на взаимодействии в солянокислой среде титана с диантипирилметаном с образованием золотисто-желтого комплексного соединения, интенсивность окраски которого пропорциональна содержанию титана. Мешающее влияние железа устраняют добавлением аскорбиновой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 3240.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или ФЭК-60.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 10 %-ный раствор.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Кислота аскорбиновая, 10 %-ный раствор.

Диантипирилметан, 1 %-ный раствор; готовят следующим образом: 10 г диантипирилметана растворяют в 300—400 м 10 %-ного раствора соляной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки 10 %-ным раствором соляной кислоты и перемешивают.

Стандартные растворы титана

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г титановой губки растворяют в 20 м серной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют, добавляя по каплям азотную кислоту до обесцвечивания, и кипятят для удаления окислов азота. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют дистиллированной водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г титана.

Раствор Б; готовят следующим образом: 100 см³ раствора А переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, прибавляют 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор разбавляют водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску сплава 1 г (при массовой доле титана до 0,01 %) и 0,5 г (при массовой доле титана от 0,01 до 0,02 %) растворяют в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до полного растворения сплава. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³

и при необходимости фильтруют. Затем прибавляют 2 см³ 10%-ного раствора аскорбиновой кислоты, через 3—5 мин 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 25 см³ раствора диантипирилметана, доливают водой до метки и хорошо перемешивают, после чего оставляют для полного развития окраски в течение 2 ч. Оптическую плотность раствора измеряют при $\lambda_{\text{max}} = 413$ нм в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массовую долю титана определяют по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В серию мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,5 · 10⁻⁵; 1 · 10⁻⁵; 3 · 10⁻⁵; 5 · 10⁻⁵; 7 · 10⁻⁵; 9 · 10⁻⁵ и 1 · 10⁻⁴ г титана, прибавляют по 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ аскорбиновой кислоты и 25 см³ диантипирилметана. Раствор доливают до метки водой, хорошо перемешивают и через 2 ч измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.1. По значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m — масса титана, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,005	0,0005
Св. 0,005 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,02	0,002

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для контроля точности измерений массовой доли титана от 0,001 до 0,02 % используют государственные стандартные образцы магниевых сплавов, отраслевые стандартные образцы и стандартные образцы предприятия магниевых сплавов, выпущенные в соответствии с ГОСТ 8.315. Контроль точности измерений проводят в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности измерений массовой доли титана методом добавок. Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28.12.76 № 2889
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 5
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3240.0—76	1.1
ГОСТ 17746—96	Разд. 2
ГОСТ 25086—87	Разд. 5

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)
6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1987 г. (ИУС 11—87)