

## СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

## Методы определения титана

Alloys and foundry alloys of rare metals.  
Methods for determination of titanium

ГОСТ  
25278.9-82

ОКСТУ 1709

Срок действия установлен

с 01.07.83

до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения титана:

фотометрический (от 1 до 20%) — для сплавов (лигатур) на основе циркония, содержащих не более 30% ниобия, и на основе ванадия, содержащих не более 10% хрома;

дифференциальный фотометрический (от 40 до 50%) — для бинарных сплавов ниобий-титан.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в тартратно-солянокислом (1,2 моль/дм<sup>3</sup> по соляной кислоте) растворе. Гидролиз ниобия предотвращают введением винной кислоты. Ванадий (IV), железо (II), цирконий определению не мешают.

## 2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°C.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетки без деления на 5, 10 и 15 см<sup>3</sup>.

Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 500 см<sup>3</sup>.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 150 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая.

Диантипирилметан, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>: 20 г реагента растворяют в смеси, состоящей из 300 см<sup>3</sup> воды, 60 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и 2,0 г аскорбиновой кислоты, хорошо перемешивая до полного растворения реагента. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. (Если при стоянии из раствора выделяются кристаллы реагента, то раствор слегка подогревают до их растворения).

Титан металлический, содержащий не менее 99,9% титана, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> титана: 0,1 г металлического титана помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 2—4 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 700—800°C до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

Раствор титана (рабочий), содержащий 100 мкг/см<sup>3</sup> титана, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°C до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. При ожидаемом содержании титана более 10% полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> винной кислоты и доводят до метки водой.

Для определения титана отбирают 5, 10 и 15 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> винной кислоты, помещают колбы в кипящую водяную баню на 5 мин, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см<sup>3</sup> раствора диантипирилме-

тана, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Растворы охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\max} = 508$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору.

Массу титана находят по градуировочному графику.

### 2.2.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вводят из микробюретки от 1,0 до 6,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора титана с интервалом в 1,0 см<sup>3</sup>. Добавляют 10 см<sup>3</sup> винной кислоты, помещают колбы в кипящую водяную баню на 5 мин и, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана и 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Растворы охлаждают (сначала при комнатной температуре в течение 10—15 мин, по истечении этого времени можно охлаждать растворы в холодной воде, но нельзя допускать резкого охлаждения растворов), доводят до метки водой и перемешивают. В одну из колб приливают все реактивы за исключением титана (нулевой раствор). Измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\max} = 508$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к нулевому раствору. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса титана. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

## 2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 10},$$

где  $m$  — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — вместимость мерной колбы при первом разбавлении, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — вместимость мерной колбы при втором разбавлении, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для разбавления, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,1
5,0	0,4
10,0	0,8
15,0	1,3
20,0	1,7

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТИТАНА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в тартратно-солянокислом (1,2 моль/дм<sup>3</sup> по соляной кислоте) растворе. Измерение оптической плотности растворов производят по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг титана. Гидролиз ниобия предотвращают введением винной кислоты.

#### 3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр СФ-4А или аналогичный прибор.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Пипетки без деления на 5 см<sup>3</sup>.

Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 500 см<sup>3</sup>.

Калий пироксернический по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 150 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая.

Диантипирилметан, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>: 20 г реагента растворяют в смеси, состоящей из 300 см<sup>3</sup> воды, 60 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и 2,0 г аскорбиновой кислоты, хорошо перемешивая до полного растворения реагента. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. (Если при стоянии из раствора выделяются кристаллы реагента, то раствор слегка подогревают до их растворения).

Титан металлический, содержащий не менее 99,9% титана, в виде мелкой стружки.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> титана: 0,1 г металлического титана помещают в кварцевый тигель и сплавляют с 2—4 г пиросульфата калия в муфеле при температуре 700—800°С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

Раствор титана (рабочий), содержащий 200 мкг/см<sup>3</sup> титана, готовят разбавлением стандартного раствора водой в пять раз.

### 3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Для определения титана в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора, содержащие 2,1—2,5 мг титана, добавляют 10 см<sup>3</sup> винной кислоты, помещают колбу в кипящую водяную баню на 5 мин, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор охлаждают (сначала при комнатной температуре в течение 10—15 мин, по истечении этого времени можно охлаждать раствор в холодной воде, так как нельзя допускать резкого охлаждения растворов), доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при  $\lambda=480$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 2,0 мг титана. Массу титана находят по градуировочному графику.

#### 3.2.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вводят по 10 см<sup>3</sup> рабочего раствора титана, содержащего 200 мкг/см<sup>3</sup> титана, а затем 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора титана, содержащего 100 мкг/см<sup>3</sup> титана (в одну из колб не приливают дополнительно рабочего раствора титана, содержащего 100 мкг/см<sup>3</sup> титана), что соответствует 2,0; 2,1; 2,2; 2,3; 2,4 и 2,5 мг титана. Добавляют 10 см<sup>3</sup> винной кислоты, помещают колбы в кипящую водяную баню на 5 мин, не охлаждая, тотчас же приливают 15 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Раствор охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов, содержащих от 2,1 до 2,5 мг титана, по отношению к раствору, содержащему 2,0 мг титана на спектрофото-

метре при  $\lambda=480$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса титана. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

### 3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10}$$

где  $m$  — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, взятой для определения, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески анализируемой пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
40,0	1,1
45,0	1,3
50,0	1,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР****ИСПОЛНИТЕЛИ**

Ю. А. Карлов, Е. Г. Намарина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малюткина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никиткина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120.**

**3. Срок проверки — 1993 г.  
Периодичность проверки — 5 лет.**

**4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.****5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 5817—77	2.1, 3.1
ГОСТ 7172—76	2.1
ГОСТ 26473.0—85	1.1

**6. Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096**

**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ [ноябрь 1988 г.] с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. [ИУС 4—88].**

**Изменение № 2 ГОСТ 25278.9—82 Сплавы и лигатуры редких металлов.  
Методы определения титана**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и  
сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2759**

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России

*(Продолжение см. с. 28)*

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 25278.9—82)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Третий абзац изложить в новой редакции: «дифференциальный фотометрический (от 40 до 50 %) — для бинарных сплавов ниобий-титан; (от 20 до 80 %) — для бинарных сплавов галлий-титан».

Раздел 3. Наименование дополнить словами: «в сплавах ниобий-титан».

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Дифференциальный фотометрический метод определения титана в сплавах галлий - титан

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода в серноокислом растворе. Измерение

(Продолжение см. с. 29)

оптической плотности растворов производят по отношению к раствору сравнения, содержащему 5,0 мг титана. Галлий определению не мешает.

#### 4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр СФ-26 или аналогичный прибор

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы конические вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 200 см<sup>3</sup>.

Пипетки с делениями на 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Титан металлический по ГОСТ 19807—91 марки ВТ1-00.

Стандартный раствор титана, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> титана: 0,1 г металлического титана помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения навески, затем добавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты (до обесцвечивания раствора титана) и продолжают нагревание до появления паров серной кислоты. В охлажденную колбу добавляют 20—30 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей; полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

#### 4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 10—15 капель концентрированной азотной кислоты и нагревают до полного растворения навески и далее до появления паров серной кислоты. В охлажденную колбу добавляют 20—30 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей; полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Для определения титана в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть полученного раствора, содержащую 5—8 мг титана, приливают 2 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см<sup>3</sup> перекиси водорода, перемешивая после добавления каждого реактива, доводят водой до метки. Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при  $\lambda = 410$  нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 5,0 мг титана.

Массу титана находят по градуировочному графику или пользуясь градуировочным фактором.

#### 4.2.2. Построение градуировочного графика

В четыре мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая пипеткой вводят 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 см<sup>3</sup> раствора титана, что соответствует 5,0; 6,0; 7,0 и 8,0 г титана, приливают 2 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и далее поступают, как описано в п. 4.2.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам титана строят градуировочный график или вычисляют градуировочный фактор по ГОСТ 26473.0—85, п. 16.

### 4.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 + A \cdot F) \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10},$$

где  $m_1$  — масса титана в растворе сравнения, мг;

$A$  — оптическая плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения;

$F$  — градуировочный фактор;

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать допустимые расхождения, приведенные в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
20,0	0,4
50,0	1,1
80,0	1,8

(ИУС № 6 1998 г.)