

СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**Методы определения олова**

Titanium alloys.
Methods for the determination of tin

ГОСТ**19863.10—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (при массовой доле от 0,5 до 6,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 6,0%) методы определения олова.

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. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, восстановлении олова до двухвалентного фосфорноватистокислым натрием в присутствии катализатора — хлорида одновалентной ртути и титровании олова раствором йода в присутствии крахмала в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Натрий фосфорноватистокислый 1-водный по ГОСТ 200, раствор 400 г/дм³.

Хлорид одновалентной ртути (каломель).

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Йод по ГОСТ 4159.

Издание официальное

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

Раствор йода 0,025 моль/дм³: 40 г йодистого калия помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 200 см³ воды. Затем добавляют 6,4 г йода, тщательно перемешивают до полного растворения, переливают в мерную колбу вместимостью 2000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор выдерживают в течение 2—3 дней, после чего устанавливают массовую концентрацию.

Титан по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Олово по ГОСТ 860 марки О1.

Стандартный раствор олова: 1 г олова помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, накрывают воронкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании, не доводя раствор до кипения.

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г олова.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 2 г/дм³. Раствор готовят перед употреблением.

Для установления массовой концентрации раствора йода по олову (T) в три конические колбы вместимостью по 500 см³ помещают 0,5 г титана, приливают по 80 см³ раствора соляной кислоты, накрывают воронкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты. В охлажденный до 50—60°C раствор приливают 10 см³ стандартного раствора олова, 40 см³ раствора соляной кислоты, 8 см³ раствора фосфорноватистокислого натрия, добавляют 0,02 г каломели, доливают водой до 200 см³ и перемешивают.

Колбу закрывают пробкой с обратным воздушным холодильником длиной 80 см, раствор медленно нагревают до кипения и кипятят в течение 15 мин.

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 100 см³ воды, 5 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода до резкого изменения сиреневой окраски раствора в темно-синюю.

Массовую концентрацию раствора йода по олову (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1}, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация стандартного раствора олова, г/см³;

V — объем стандартного раствора олова, используемый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 80 см³ раствора соляной кислоты, накрывают воронкой или часовым стеклом и растворяют при нагревании, поддерживая постоянный объем тем же раствором соляной кислоты.

В охлажденный до 50—60°C раствор приливают 40 см³ раствора соляной кислоты, 8 см³ раствора фосфорноватистокислого натрия, добавляют 0,02 г каломели, доливают водой до 200 см³ и перемешивают.

Колбу закрывают пробкой с обратным воздушным холодильником длиной 80 см, раствор медленно нагревают до кипения и кипятят в течение 15 мин.

Колбу с раствором охлаждают в проточной воде до комнатной температуры, приливают 100 см³ воды, 5 см³ раствора крахмала и титруют раствором йода до резкого изменения сиреневой окраски раствора в темно-синюю.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V_2 \cdot T}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где V_2 — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

T — установленная массовая концентрация раствора йода по олову, г/см³;

m — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля олова, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,50 включ.	0,05	0,06
Св. 1,50 > 3,00 >	0,08	0,09
> 3,00 > 6,00 >	0,15	0,20

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и бромфтористоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции олова при длине волны 286,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для олова.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

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

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.

Олово по ГОСТ 860 марки О1.

Стандартный раствор олова — по п. 2.2.

1 см³ раствора содержит 0,001 г олова.

3.3. Проведение анализа

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

Таблица 2

Массовая доля олова, %	Масса навески пробы, г
От 0,5 до 2,0 включ.	0,5
Св. 2,0 » 6,0 »	0,25

После растворения пробы добавляют 3—5 капель азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 3.3.1.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

3.3.3.1. При массовой доле олова от 0,5 до 2,0%

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана А, в четыре из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 0,0025; 0,005; 0,0075; 0,01 г олова.

3.3.3.2. При массовой доле олова свыше 2,0 до 6,0%

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ приливают по 25 см³ раствора титана Б, в пять из них отмеряют 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см³ стандартного раствора олова, что соответствует 0,005; 0,0075; 0,01; 0,0125; 0,015 г олова.

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

3.3.5. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — закись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию олова при длине волны 286,3 нм.

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

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

3.4. *Обработка результатов*

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

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

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

C_2 — массовая концентрация олова 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. 3.

Таблица 3

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,10
Св. 1,00 » 3,00 »	0,10	0,15
» 3,00 » 6,00 »	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; 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 5.05.91 № 625

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19863.10—80

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 200—76	2.2
ГОСТ 860—75	2.2; 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4147—74	2.2
ГОСТ 4159—79	2.2
ГОСТ 4232—74	2.2
ГОСТ 4328—77	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 5457—75	3.2
ГОСТ 9656—75	2.2; 3.2
ГОСТ 10163—76	2.2
ГОСТ 10484—78	2.2; 3.2
ГОСТ 17746—79	2.2; 3.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ТУ 6—09—1678—86	2.2