

ГОСТ 22974.9—96

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ

Методы определения оксида титана (IV)

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.9—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.9—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ**Методы определения оксида титана (IV)**

Melted welding fluxes. Methods of titanium oxide (IV) determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном и с хромотроповой кислотой при содержании от 0,5 до 10 % и с перекисью водорода при содержании от 7 до 40 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208—72 Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пироксернокислый. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титана деформируемые. Марки

ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленные. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленные. Методы разложения флюсов

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном**4.1 Сущность метода**

Метод основан на взаимодействии в кислой среде четырехвалентного титана с диантипирилметаном с образованием комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 480 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы массовых концентраций 0,05 г/см³ и 0,1 г/см³ и разбавленная 1:4.

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

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,05 г/см³.

Титана диоксид.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Кислота аскорбиновая, раствор массовой концентрации 0,05 г/см³.

Бумага конго.

Диантипирилметан, раствор массовой концентрации 0,01 г/см³: 10 г диантипирилметана и 5 г аскорбиновой кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, вливают 150 см³ воды и осторожно 15 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³, нагревают до растворения навески, охлаждают и доливают водой до метки. Раствор фильтруют на фильтр «белая лента».

Стандартные растворы оксида титана.

Раствор А: 1 г свежепрокаленного диоксида титана при температуре 1000 °С сплавляют в платиновой чашке с 10 г пироксернокислого калия до просветления расплава при температуре 800—900 °С. Охлажденный плав растворяют в 50 см³ серной кислоты массовой концентрации 0,1 г/см³, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой массовой концентрации 0,05 г/см³ и перемешивают. 0,5995 г титановой губки растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты (1:4) в колбе вместимостью 250 см³, покрыв часовым стеклом. По растворении навески титана раствор окисляют до обесцвечивания азотной кислотой и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 50 см³ раствора серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см³, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и этой же кислотой доводят до метки.

Раствор А имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,001 г/см³.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки серной кислотой массовой концентрации 0,05 г/см³ и перемешивают.

Раствор Б имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,0001 г/см³.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1 25 см³ основного раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, обмывают водой стенки стакана и выпаривание повторяют вновь, затем раствор в стакане снова охлаждают, приливают 100 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см³ (в зависимости от содержания оксида титана во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до розовой окраски бумаги конго, затем по каплям прибавляют раствор соляной кислоты (1:1) до перехода окраски бумаги конго в синюю. Прибавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 10—15 мин до полного восстановления железа. Затем прибавляют 10 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ для разрушения окрашенного соединения, образуемого титаном с аскорбиновой кислотой, добавляют 25 см³ раствора диантипирилметана, доводят водой до метки и перемешивают. Через 30—50 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре длиной волны 480 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

4.3.2 После разложения флюса растворением в кислотах по ГОСТ 22974.1 25 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 5—20 см³ и далее анализ проводят по 4.3.1.

4.4 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида титана (IV). В седьмую колбу стандартного раствора оксида титана (IV) не добавляют. Прибавляют 5 см³ аскорбиновой кислоты и далее анализ проводят по 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в котором нет стандартного раствора оксида титана (IV).

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида титана (IV) X , %, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида титана (IV)	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		d_x	d_2	d_3	
От 0,5 до 1 включ.	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
Св. 1 » 2 »	0,11	0,14	0,12	0,14	0,07
» 2 » 5 »	0,18	0,22	0,18	0,22	0,12
» 5 » 10 »	0,24	0,30	0,25	0,31	0,16
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,2
» 20 » 40 »	0,6	0,7	0,6	0,7	0,4

5 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с хромотроповой кислотой

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с хромотроповой кислотой, окрашенного в зависимости от концентрации титана от желтого до красно-бурого цвета. Оптическую плотность измеряют на спектрофотометре при длине волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы массовых концентраций 0,05 г/см³, 0,1 г/см³ и разбавленная 1:4.

Соль железа (II) и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор массовой концентрации 0,04 г/см³ (40 г соли Мора растворяют в 900 см³ воды. После полного растворения соли Мора прибавляют 100 см³ концентрированной серной кислоты).

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172.

Щавелевая кислота по ГОСТ 22180, раствор массовой концентрации 0,05 г/см³.

Хромотроповой кислоты динатриевая соль: 3 г растворяют в 100 см³ воды.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартные растворы оксида титана (IV) готовят по 4.2.

5.3 Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 25 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, добавляют 5 см³ концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с

раствором охлаждают, хорошо обмывают водой стенки стакана и выпаривают, затем содержимое стакана снова охлаждают, приливают 100 см³ воды и нагревают до полного растворения сернокислых солей. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и хорошо перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора 10—50 см³ (в зависимости от содержания оксида титана (IV) во флюсе) в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ раствора соли Мора, 20 см³ раствора щавелевой кислоты, 4 см³ хромотроповой кислоты (после прибавления каждого реактива хорошо перемешивают), доводят до метки водой и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре длиной волны 453 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

5.4 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вносят 1; 2; 3; 4; 5 и 6 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0006 г оксида титана (IV). В седьмую колбу не добавляют стандартный раствор оксида титана (IV). Прибавляют соответственно 9; 8; 7; 6; 5; 4 см³ серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см³ и 10 см³ соли Мора и далее анализ проводят по 5.3.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида титана (IV) X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

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

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.5.2 Нормы точности и нормативы точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

6 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с перекисью водорода

6.1 Сущность метода

Метод основан на способности ионов титана образовывать с перекисью водорода в кислой среде комплексное соединение, окрашенное в желтый цвет. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняется добавлением в раствор ортофосфорной кислоты. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4, и массовой концентрации 0,05 г/см³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Титана диоксид.

Стандартный раствор оксида титана (IV) готовят по 4.2.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 После разложения флюса сплавлением по ГОСТ 22974.1 2—5 см³ основного раствора помещают в стакан вместимостью 200—250 см³, добавляют 2—3 см³ концентрированной азотной кислоты, осторожно приливают 10 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают до густых паров серной кислоты. Стакан с раствором охлаждают, обмывают водой стенки стакана и выпаривание повторяют вновь, затем раствор в стакане охлаждают, добавляют 20 см³ воды для растворения сернокислых солей и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Приливают 10 см³ серной кислоты (1:4), 30 см³ воды, 2 см³ ортофосфорной кислоты, 5 см³ перекиси водорода,

доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через весь ход анализа.

Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

6.3.2 После кислотного разложения флюса по ГОСТ 22974.1 2—5 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты (1:4), 50 см³ воды, 2 см³ ортофосфорной кислоты, 5 см³ перекиси водорода и далее анализ проводят по 6.3.1.

6.4 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ вносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,0020; 0,0025 и 0,0030 г оксида титана (IV). В седьмую колбу вносят 3 см³ серной кислоты массовой концентрации 0,05 г/см³. Затем приливают по 10 см³ серной кислоты (1:4), 10 см³ воды, 2 см³ ортофосфорной кислоты, 5 см³ перекиси водорода, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре длиной волны 390 нм или на фотоэлектроколориметре толщиной поглощающего слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор, в который не вводился стандартный раствор оксида титана (IV).

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Массовую долю оксида титана (IV) X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (3)$$

где m — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

6.5.2 Нормы точности и нормативы точности определения массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

Ключевые слова: метод определения, оксид титана, кислота, массовая частица оксида титана, раствор, анализ, флюс, реактивы, нормы точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07 99 Подписано в печать 13.09.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,73.
Тираж 228 экз. С3533. Зак. 680.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102