

**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**

Методы определения ниобия

Titanium alloys.  
Methods for the determination of niobium**ГОСТ****19863.9—91**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле от 0,1 до 5,0%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,5 до 5,0%) методы определения ниобия.

**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 НИОБИЯ  
С РЕАГЕНТОМ 1-(2-ПИРИДИЛ-АЗО)-РЕЗОРЦИНОМ (ПАР)  
(при массовой доле ниобия от 0,5 до 5,0%)****2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании в растворе соляной кислоты 0,75 моль/дм<sup>3</sup> окрашенного оранжево-красного комплекса с ПАР и измерении оптической плотности раствора при длине волны 536 нм.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, раствор 1 : 2Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>, раствор 1 моль/дм<sup>3</sup>.**Издание официальное**

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

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Соль динатриевая этилендиамин — NNN',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм<sup>3</sup>: 4,65 г трилона Б помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> воды и растворяют при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Пятиокись ниобия.

Стандартный раствор ниобия: 0,0715 г пятиокиси ниобия сплавляют в кварцевом или платиновом тигле с 3 г пироксернокислого калия при температуре  $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$  в муфельной печи. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 75 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и выщелачивают плав при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г ниобия.

1-(2-пиридил-азо)-резорцин моносодиевая соль (ПАР), раствор 1 г/дм<sup>3</sup>: 0,1 г реагента растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Для проведения контрольного опыта таким же образом растворяют 0,1 г титана.

В раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетовой окраски, десять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 15 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.2. Аликвотную часть раствора согласно табл. 1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 38,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора ПАР, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

| Массовая доля ниобия, % | Объем аликвотной части, см <sup>3</sup> |
|-------------------------|---|
| От 0,5 до 2,5 включ.    | 2,5                                     |
| Св 2,5 » 5,0 »          | 1                                       |

2.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны 536 нм в кювете с толщиной фотомегрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта со всеми используемыми в анализе реактивами по пп. 2.3.1, 2.3.2.

2.3.4. Массовую долю ниобия рассчитывают по градуировочному графику.

### 2.3.5. Построение градуировочного графика

#### 2.3.5.1. При массовой доле ниобия от 0,5 до 2,5%

В восемь мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> приливают по 2,5 см<sup>3</sup> раствора титана, в семь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 см<sup>3</sup> стандартного раствора ниобия, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 г ниобия.

#### 2.3.5.2. При массовой доле ниобия от 2,5 до 5,0%

В восемь мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора титана, в семь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7 см<sup>3</sup> стандартного раствора ниобия, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007 г ниобия.

2.3.5.3. К растворам в колбах, приготовленным по пп. 2.3.5.1 и 2.3.5.2, приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты и далее поступают по пп. 2.3.2 и 2.3.3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен ниобий.

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

## 2.4. Обработка результатов

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

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

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

$m_1$  — масса навески пробы в соответствующей аликвотной части раствора, г.

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



Таблица 2

| Массовая доля ниобия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |                     |
|-------------------------|---------------------------------------|---------------------|
|                         | результатов параллельных определений  | результатов анализа |
| От 0,50 до 1,00 включ.  | 0,04                                  | 0,05                |
| Св. 1,00 » 2,50 »       | 0,06                                  | 0,07                |
| » 2,50 » 5,00 »         | 0,12                                  | 0,15                |

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ С СУЛЬФОХЛОРФЕНОЛОМ С

(при массовой доле ниобия от 0,1 до 1,5%)

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе серной кислоты, образовании в растворе соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup> сине-фиолетового комплексного соединения ниобий — сульфохлорфенол С-тарtrat и измерении оптической плотности раствора при длине волны 650 нм.

Влияние титана, циркония и железа устраняют введением, соответственно, винной кислоты, трилона Б и гидроксиламина гидрохлорида.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup>, раствор 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, растворы 30 г/дм<sup>3</sup> и 200 г/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> (готовят по п. 2.2).

Титан губчатый по ГОСТ 17746 марки ТГ-100.

Пятиокись ниобия.

Стандартные растворы ниобия

Раствор А — готовят по п. 2.2.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г ниобия.

Раствор Б (свежеприготовленный): 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором винной кислоты 30 г/дм<sup>3</sup> до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г ниобия.

Сульфохлорфенол С, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>: 0,13 г реактива тщательно измельчают в агатовой ступке, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 80 см<sup>3</sup> воды и растворяют при слабом нагревании. Через 1 ч раствор фильтруют через фильтр («синяя лента») в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают до полного растворения.

Для проведения контрольного опыта таким же образом растворяют 0,1 г титана.

В раствор добавляют по каплям раствор гидрохлорида гидроксиламина до исчезновения фиолетового окрашивания, десять капель в избыток и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

3.3.2. К аликвотной части раствора в соответствии с табл. 3 в мерной колбе вместимостью 50 см<sup>3</sup> приливают 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора сульфохлорфенола С, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

| Массовая доля ниобия, % | Объем аликвотной части, см <sup>3</sup> |
|-------------------------|---|
| От 0,1 до 0,5 включ.    | 5                                       |
| Св. 0,5 » 1,0 »         | 2                                       |
| » 1,0 » 1,5 »           | 1                                       |

3.3.3. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны 650 нм в кювете с толщиной фотометрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта со всеми используемыми в анализе реактивами.

3.3.4. Массовую долю ниобия рассчитывают по градуировочному графику.

### 3.3.5. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта, в пять из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,000025; 0,00003 г ниобия, и поступают по пп. 3.3.2 и 3.3.3.

Раствором сравнения служит раствор, в который не введен ниобий.

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

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

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

$m_1$  — масса навески пробы в соответствующей аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 4

| Массовая доля ниобия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |                     |
|-------------------------|---------------------------------------|---------------------|
|                         | результатов параллельных определений  | результатов анализа |
| От 0,10 до 0,30 включ.  | 0,02                                  | 0,03                |
| Св 0,30 » 0,50 »        | 0,04                                  | 0,05                |
| » 0,50 » 1,50 »         | 0,06                                  | 0,07                |

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИОБИЯ

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и бромоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции ниобия при длине волны 334,4 нм в пламени ацетилен — закись азота.

### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для ниобия.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup> и растворы 2 : 1, 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656 и насыщенный раствор

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота бромоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре  $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$  добавляют порциями 130 г



борной кислоты и перемешивают. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий хлористый по ГОСТ 3759.

Ниобий по ГОСТ 16100 марки Нбш-00.

Стандартные растворы ниобия

Раствор А: 2,5 г металлического ниобия помещают во фторопластовый стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси фтористоводородной и азотной кислот в соотношении 1 : 1. Растворение ведут при комнатной температуре, смесь кислот добавляют небольшими порциями. После растворения навески добавляют 30 см<sup>3</sup> насыщенного раствора борной кислоты и оставляют стоять на 10 мин. Затем добавляют 5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают и переливают во фторопластовый стакан, в котором проводили растворение.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,025 г ниобия.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора пероксида водорода, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0025 г ниобия.

#### 4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 1 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора пероксида водорода, 10 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого алюминия. После добавления каждого реактива раствор осторожно перемешивают. Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2. Раствор контрольного опыта готовят по п. 4.3.1.

#### 4.3.3. Построение градуировочного графика

В пять конических колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают по 0,5 г сплава, аналогичного по составу анализируемому, но не содержащего ниобий, в четыре из них отмеряют 1,0; 4,0; 7,0; 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0025; 0,01; 0,0175; 0,025 г ниобия, и проводят растворение по п. 4.3.1.

4.3.4. Раствор пробы, раствор контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в пламя ацетилен — закись азота (восстановительное) и измеряют атомную абсорбцию ниобия при длине волны 334,4 нм.

По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им массовым концентрациям ниобия строят градуировочный

график в координатах «Значение атомного поглощения — Массовая концентрация ниобия, г/см<sup>3</sup>».

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

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю ниобия ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где  $C_1$  — массовая концентрация ниобия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — массовая концентрация ниобия в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески в растворе пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

| Массовая доля ниобия, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % |                     |
|-------------------------|---------------------------------------|---------------------|
|                         | результатов параллельных определений  | результатов анализа |
| От 0,50 до 1,00 включ   | 0,05                                  | 0,10                |
| Св. 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; 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 19863.9—80

## 4. Периодичность проверки — 5 лет

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД<br>на который дана ссылка | Номер пункта  |
|---|---------------|
| ГОСТ 3118—77                              | 2 2, 3 2, 4 2 |
| ГОСТ 3759—75                              | 4 2           |
| ГОСТ 4204—77                              | 2 2, 3 2      |
| ГОСТ 4461—77                              | 4 2           |
| ГОСТ 5456—79                              | 2 2, 3 2      |
| ГОСТ 5457—75                              | 4 2           |
| ГОСТ 5817—77                              | 2 2, 3 2      |
| ГОСТ 7172—76                              | 2 2, 3 2      |
| ГОСТ 9656—75                              | 4 2           |
| ГОСТ 10484—78                             | 4 2           |
| ГОСТ 10652—73                             | 2 2, 3 2      |
| ГОСТ 10929—76                             | 4 2           |
| ГОСТ 16100—79                             | 4 2           |
| ГОСТ 17746—79                             | 2 2, 3 2      |
| ГОСТ 25086—87                             | 1 1           |
| ТУ 6—09—1678—86                           | 2 2, 3 2      |