

# 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/см<sup>3</sup> и раствор 1 : 1.

Натрий фосфорноватистокислый 1-водный по ГОСТ 200, раствор 400 г/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>: 40 г йодистого калия помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Затем добавляют 6,4 г йода, тщательно перемешивают до полного растворения, переливают в мерную колбу вместимостью 2000 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г олова.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>. Раствор готовят перед употреблением.

Для установления массовой концентрации раствора йода по олову ( $T$ ) в три конические колбы вместимостью по 500 см<sup>3</sup> помещают 0,5 г титана, приливают по 80 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> стандартного раствора олова, 40 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 8 см<sup>3</sup> раствора фосфорноватистокислого натрия, добавляют 0,02 г каломели, доливают водой до 200 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют раствором йода до резкого изменения сиреневой окраски раствора в темно-синюю.

Массовую концентрацию раствора йода по олову ( $T$ ) в г/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где  $C$  — массовая концентрация стандартного раствора олова, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем стандартного раствора олова, используемый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 80 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 8 см<sup>3</sup> раствора фосфорноватистокислого натрия, добавляют 0,02 г каломели, доливают водой до 200 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$T$  — установленная массовая концентрация раствора йода по олову, г/см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 допускаемое 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 бромоводородной 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/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.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная: к 280 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при температуре  $(10 \pm 2)^\circ\text{C}$  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/дм<sup>3</sup>: 4 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 160 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 8 см<sup>3</sup> борофтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески добавляют 2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят раствор в течение 1 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б, 10 г/дм<sup>3</sup>: 1 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 2 : 1, 4 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Олово по ГОСТ 860 марки О1.

Стандартный раствор олова — по п. 2.2.

1 см<sup>3</sup> 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 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.

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 см<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана А, в четыре из них отмеряют 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора титана Б, в пять из них отмеряют 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>».

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/см<sup>3</sup>;

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

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

$m$  — масса навески пробы, г.

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

**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