



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення титану

ДСТУ 7759:2015

Видання офіційне



Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2016

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет стандартизації «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Державне підприємство «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь»

РОЗРОБНИКИ: **Н. Гриценко**, канд. хім. наук; **Г. Душенко**; **В. Мантула**; **О. Сніжко**; **С. Спіріна**, канд. хім. наук (науковий керівник); **Д. Сталінський**, д-р техн. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ ДП «УкрНДНЦ» від 22 червня 2015 р. № 61 з 2016–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 22536.11–87)

Право власності на цей національний стандарт належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи

ДП «УкрНДНЦ», 2016

ЗМІСТ

	с.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні вимоги.....	2
4 Фотометричний метод визначення масової частки титану від 0,01 % до 0,10 %.....	2
5 Екстракційно-фотометричний метод визначення масової частки титану від 0,005 % до 0,10 %.....	4
6 Норми точності.....	5
7 Вимоги до кваліфікації оператора	6
8 Вимоги щодо безпеки	6

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ВУГЛЕЦЕВА І ЧАВУН НЕЛЕГОВАНИЙ

Методи визначення титану

СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН НЕЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения титана

CARBON STEEL AND UNALLOYED CAST IRON

Methods for determination of titanium

Чинний від 2016-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює методи визначення масової частки титану у сталі вуглецевій та чавуні нелегованому: фотометричний (від 0,01 % до 0,10 %) і екстракційно-фотометричний (від 0,005 % до 0,10 %).

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека. Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7749:2015 Сталь вуглецева і чавун нелегований. Загальні вимоги до методів аналізу

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація і загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывоопасность. Общие требования (ССБП. Вибухонебезпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 860-75 Олово. Технические условия (Олово. Технічні умови)

ГОСТ 2567-89 Кислота фтористоводородная техническая. Технические условия (Кислота фтористоводнева технічна. Технічні умови)

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия (Реактиви. Кислота соляна. Технічні умови)

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия (Реактиви. Аміак водний. Технічні умови)

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия (Реактиви. Кислота сірчана. Технічні умови)

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия (Реактиви. Кислота азотна. Технічні умови)

ГОСТ 7172-76 Реактивы. Калий пиросернокислый. Технические условия (Реактиви. Калій піро-сернокислий. Технічні умови)

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия (Кислота азотна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 13610-79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия (Залізо карбонільне радіотехнічне. Технічні умови)

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия (Кислота соляна особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 14262–78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия (Кислота сірчана особливої чистоти. Технічні умови)

ГОСТ 19807–91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки (Титан і сплави титанові, що деформуються. Марки)

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия (Хлороформ. Технічні умови).

3 ЗАГАЛЬНІ ВИМОГИ

3.1 Загальні вимоги до методів аналізу наведено в ДСТУ 7749.

3.2 Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки титану наведено в розділі 6.

4 ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ТИТАНУ

ВІД 0,01 % ДО 0,10 %

4.1 Суть методу

Метод ґрунтуються на утворенні забарвленої в жовтий колір комплексної сполуки титану з діантилпіриметаном у кислому середовищі і вимірюванні світлопоглинання отриманого комплексу за довжини хвилі 395 нм.

Вплив заліза (ІІІ) і ванадію (V) усувають додаванням аскорбінової кислоти.

4.2 Апаратура, реактиви та розчини

Фотоелектроколориметр або спектрофотометр — згідно з чинним нормативним документом.

Кислота сірчана — згідно з ГОСТ 4204 або ГОСТ 14262, розведена 1:4, 1:2 і 1:20.

Кислота фтористоводнева — згідно з ГОСТ 2567.

Кислота азотна — згідно з ГОСТ 4461 або ГОСТ 11125.

Кислота соляна — згідно з ГОСТ 3118 або ГОСТ 14261, розведена 1:1, 1:6 і 1:9.

Кислота аскорбінова — згідно з чинним нормативним документом, свіжоприготовлений розчин масовою концентрацією 100 г/дм³.

Залізо карбонільне — згідно з ГОСТ 13610.

Діантілпіриметан — згідно з чинним нормативним документом, свіжоприготовлений розчин масовою концентрацією 50 г/дм³: 50 г діантілпіриметану розчиняють у 300 см³ соляної кислоти, розведеної 1:6, фільтрують через фільтр «біла стрічка» у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають до позначки тією самою кислотою та перемішують.

Індикатор універсальний паперовий.

Калій піросірчанокислий — згідно з ГОСТ 7172.

Аміак водний — згідно з ГОСТ 3760, розведений 1:100.

Титан металевий — згідно з ГОСТ 19807.

Титану діоксид — згідно з чинним нормативним документом.

Стандартні розчини титану

Розчин А: 0,1668 г свіжопрожареного за температури 1000 °C діоксиду титану вміщують у платиновий тигель і сплавляють із 2—3 г піросірчанокислого калію за температури від 750 °C до 800 °C. Тигель із плавом охолоджують, вносять у стакан місткістю 500 см³ і розчиняють плав у 300 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:20. Отриманий розчин переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають до позначки сірчаною кислотою, розведеною 1:20, і перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,0001 г титану.

Масову концентрацію стандартного розчину встановлюють у такий спосіб: 50 см³ стандартного розчину А вносять у стакан місткістю від 200 см³ до 250 см³, розводять водою до 100 см³, перемішуючи додають розчин аміаку до рівня pH 8—9 за індикатором універсальним паперовим і потім від 3 см³ до 5 см³ у надлишок. Розчин з осадом нагрівають до кипіння, відфільтровують осад на фільтр «біла стрічка» і промивають 3—4 рази теплим розчином аміаку, розведеним 1:100. Фільтр із осадом вміщують у по-передньо прожарений до сталої маси та зважений платиновий тигель, озоляють і прожарюють за температурі від 1000 °C до 1100 °C до сталої маси. Після охолодження в ексикаторі тигель з осадом зважують.

Одночасно проводять контрольний дослід на забруднення реактивів.

Масову концентрацію сірчанокислого титану T , виражену в грамах титану на 1 см³ розчину, обчислюють за формулою:

$$T = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,5996}{V}, \quad (1)$$

де m_1 — маса тигля з осадом діоксиду титану, г;

m_2 — маса тигля без осаду діоксиду титану, г;

m_3 — маса тигля з осадом у контрольному досліді, г;

m_4 — маса тигля без осаду в контрольному досліді, г;

0,5996 — коефіцієнт перерахунку маси діоксиду титану на масу титану;

V — об'єм розчину сірчанокислого титану, використаний на аналізування, см³.

Допустимо готувати стандартний розчин А з металевого титану. Для цього 0,1 г металевого титану вносять у стакан місткістю від 200 см³ до 250 см³, додають 50 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:2, і розчиняють нагріваючи. Після розчинення титану у стакан додають краплями азотну кислоту до знебарвлення розчину та випарюють до появи густих парів сірчаної кислоти. Розчин охолоджують, обережно обмивають стінки стакана водою і знову випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 1 дм³, доливають сірчаною кислотою, розведеною 1:20, до позначки і перемішують.

Розчин Б: 10 см³ розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають сірчаною кислотою, розведеною 1:20, до позначки і перемішують. Розчин готують безпосередньо перед застосуванням. 1 см³ розчину Б містить 0,00001 г титану.

4.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 0,5 г вносять у стакан місткістю 250 см³, додають 25 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, накривають стакан годинниковим склом і розчиняють, повільно нагріваючи. Після повного розчинення наважки обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину і ще 1 см³ у надлишок. Розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту і випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Вміст стакана охолоджують, обмивають стінки стакана і годинникове скло водою, додають 30 см³ води та нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають до позначки водою і перемішують. Під час аналізування чавунів або в разі випадання в осад кремнієвої кислоти розчин після розчинення солей фільтрують на фільтр «біла стрічка», що містить невелику кількість фільтропаперової маси, та промивають осад і фільтр 5—6 разів гарячою водою. Фільтрат і промивні води збирають у мірну колбу місткістю 100 см³.

Фільтр із осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолюють і прожарюють за температури від 800 °C до 900 °C. Осад у тиглі змочують 2—3 краплями сірчаної кислоти, розведеної 1:4, додають від 5 см³ до 6 см³ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють уміст тигля до видалення парів сірчаної кислоти. Потім осад у тиглі прожарюють за температури від 800 °C до 900 °C і сплавляють з 1 г піросірчанокислого калію. Плав охолоджують і розчиняють нагріваючи у 20—30 см³ соляної кислоти, розведеної 1:9. Отриманий розчин приєднують до фільтрату в мірній колбі місткістю 100 см³. Розчин у колбі доливають водою до позначки і перемішують. Частину розчину фільтрують через сухий фільтр у суху колбу, відкидаючи перші порції фільтрату.

У дві мірні колби місткістю 100 см³ вносять аліквотні частини розчину — 25 см³ (за масової частки титану від 0,01 % до 0,05 %) і 10 см³ (за масової частки титану від 0,05 % до 0,10 %). У кожну колбу додають по 15 см³ розчину аскорбінової кислоти, перемішують і витримують від 5 хв до 7 хв. Потім додають 15 см³ соляної кислоти, розведеної 1:1, і в одну з колб 10 см³ розчину діантіпірілметану. Розчини в колбах доливають водою до позначки і перемішують.

Оптичну густину аналізованого розчину вимірюють через 40 хв на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 390 нм до 405 нм або на спектрофотометрі за довжини хвилі 395 нм. Як розчин порівняння використовують другу аліквотну частину аналізованого розчину, що містить усі реактиви, крім діантіпірілметану.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контролального досліду.

Масу титану визначають за градуювальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби, який пройшов усі стадії аналізування.

4.4 Побудова градуювального графіка

У шість стаканів місткістю 250 см³ вміщують по 0,5 г карбонільного заліза. У разі визначення титану в інтервалі від 0,05 % до 0,10 % у п'ять із них послідовно додають стандартний розчин А кількістю 2,5; 3,0; 4,0; 4,5; 5,0 см³, що відповідає 0,00025; 0,00030; 0,00040; 0,00045; 0,00050 г титану. У разі визначення титану в інтервалі від 0,01 % до 0,05 % у п'ять стаканів послідовно додають стандартний розчин Б кількістю 5,0; 7,5; 10,0; 20,0; 25,0 см³, що відповідає 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000200; 0,000250 г титану. У шостому стакані проводять контрольний дослід. У кожний стакан додають 25 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, і далі аналізують, як зазначено в 4.3. Як розчин порівняння використовують розчин контролального досліду, підготовлений без додавання діантіпірilmетану.

За отриманими значеннями оптичної густини розчинів з урахуванням поправки контролального досліду і відповідними до них значеннями маси титану будують градуювальний графік у координатах оптична густина — маса титану у грамах. Допустимо будувати градуювальний графіку у координатах оптична густина — масова частка титану у відсотках.

4.5 Опрацювання результатів

Масову частку титану X_1 у відсотках обчислюють за формулою:

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

де m_1 — маса титану в аналізованій пробі, визначена за градуювальним графіком, г;
 m — маса наважки проби, г.

5 ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ТИТАНУ ВІД 0,005 % ДО 0,10 %

5.1 Суть методу

Метод ґрунтуються на утворенні забарвленої в жовтий колір комплексної сполуки титану з діантіпірilmетаном і хлоридом олова, екстрагуванні її хлороформом і вимірюванні світлопоглинання отриманого екстракту за довжини хвилі 395 нм.

5.2 Апаратура, реактиви та розчини

Застосовують апаратуру, реактиви та розчини згідно з 4.2, а також наведені нижче.

Хлороформ — згідно з ГОСТ 20015.

Олово металеве в гранулах — згідно з ГОСТ 860.

Олово двохлористе 2-водне — згідно з чинним нормативним документом, свіжоприготовлений розчин: 200 г хлориду олова розчиняють у 145 см³ гарячої соляної кислоти. Розчин охолоджують, додають кілька гранул олова і доливають водою до 1 дм³.

Залізо карбонільне — згідно з ГОСТ 13610; розчин масовою концентрацією 20 г/дм³; у стакан місткістю 250 см³ вносять 2,0 г карбонільного заліза і розчиняють у 25 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, помірно нагріваючи. Після повного розчинення наважки обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання і 1 см³ у надлишок. Розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту і випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Вміст стакана охолоджують, промивають стінки стакана 50 см³ соляної кислоти, розведеної 1:9, і нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають соляною кислотою, розведеною 1:9, до позначки і перемішують.

5.3 Аналізування

Наважку сталі або чавуну масою 1 г (за масової частки титану від 0,005 % до 0,010 %) або 0,5 г (за масової частки титану від 0,01 % до 0,10 %) вносять у стакан місткістю 250 см³, додають 25 см³ сірчаної кислоти, розведеної 1:4, накривають стакан годинниковим склом і розчиняють, повільно нагріваючи. Після повного розчинення наважки обережно додають краплями азотну кислоту до припинення спінювання розчину і 1 см³ у надлишок. Розчин кип'ятять до видалення оксидів азоту і випарюють до появи парів сірчаної кислоти. Вміст стакана охолоджують, обмивають стінки стакана і годинникове скло водою, додають 30 см³ соляної кислоти, розведеної 1:9, і нагрівають до розчинення солей. Охолоджений розчин переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають до позначки соляною кислотою, розведеною 1:9, і перемішують. У разі аналізування чавунів розчин фільтрують через фільтр «біла стрічка» у мірну колбу місткістю 100 см³ і промивають 5—6 разів соляною кислотою, розведеною 1:9.

Фільтр із осадом вміщують у платиновий тигель, висушують, озолюють і прожарюють за температури від 800 °C до 900 °C. Осад змочують 2—3 краплями сірчаної кислоти, розведеної 1:4, додають від 5 см³ до 6 см³ фтористоводневої кислоти й обережно випарюють уміст тигля до видалення парів сірчаної кислоти. Потім осад у тиглі прожарюють за температури від 800 °C до 900 °C і сплавляють з 1 г калію піросірчанокислого. Плав охолоджують і розчиняють нагріваючи у 20—30 см³ соляної кислоти, розведеної 1:9. Отриманий розчин приєднують до фільтрату в мірній колбі місткістю 100 см³. Розчин у колбі доводять соляною кислотою, розведеною 1:9, до позначки та перемішують.

Аліквотну частину 20 см³ (за масової частки титану від 0,005 % до 0,05 %) і 10 см³ (за масової частки титану від 0,05 % до 0,1 %) вносять у стакан місткістю 200 см³, додають 15 см³ розчину аскорбінової кислоти і перемішують. Через 5 хв додають 15 см³ соляної кислоти, розведеної 1:9, 10 см³ діантіпірілметану і знову перемішують розчин. Через 40 хв розчин переносять у ділильну лійку місткістю 200 см³, обмивають стінки стакана соляною кислотою, розведеною 1:9, додають 5 см³ розчину двохлористого олова, перемішують і додають 20 см³ хлороформу.

Ділильну лійку струшують протягом 1 хв і після розділення шарів органічний шар зливають у мірну колбу місткістю 50 см³. Екстракцію повторюють ще двічі, додаючи кожний раз 5 см³ хлороформу та збираночи органічні шари в ту саму колбу. Екстракт у колбі доводять хлороформом до позначки, перемішують і фільтрують через сухий фільтр у суху колбу, яку закривають пробкою.

Оптичну густину забарвленого екстракту вимірюють на фотоелектроколориметрі зі світлофільтром, що має максимум пропускання в інтервалі довжин хвиль від 390 нм до 405 нм або на спектрофотометрі за довжини хвилі 395 нм. Як розчин порівняння застосовують хлороформ.

Одночасно з аналізуванням проводять контрольний дослід на забруднення реактивів. Від значення оптичної густини кожного аналізованого розчину віднімають значення оптичної густини розчину контрольного досліду.

Масу титану обчислюють за градуувальним графіком або методом порівняння зі стандартним зразком, близьким за складом до аналізованої проби, який пройшов усі стадії аналізування.

5.4 Побудова градуувального графіка

У шість стаканів місткістю 200 см³ вносять 10 см³ (за масової частки титану від 0,005 % до 0,010 %) або 5 см³ (за масової частки титану від 0,01 % до 0,05 %), або 2,5 см³ (за масової частки титану від 0,05 % до 0,10 %) розчину карбонільного заліза, у п'ять із них послідовно додають 1; 2; 3; 4; 5 см³ стандартного розчину Б титану, що відповідає $1 \cdot 10^{-5}$; $2 \cdot 10^{-5}$; $3 \cdot 10^{-5}$; $4 \cdot 10^{-5}$; $5 \cdot 10^{-5}$ г титану. У шостому стакані проводять контрольний дослід.

До розчинів у стаканах додають 15 см³ розчину аскорбінової кислоти і перемішують. Через 5 хв додають 15 см³ соляної кислоти, розведеної 1:9, 10 см³ розчину діантіпірілметану і знову перемішують. Далі аналізують, як зазначено в 5.3. Як розчин порівняння використовують екстракт із шостого стакана, що не містить титану.

За отриманими значеннями оптичної густини розчинів і відповідними до них значеннями маси титану будують градуувальний графік.

Допустимо будувати градуувальний графік у координатах оптична густина — масова частка титану.

5.5 Опрацювання результатів

Масову частку титану X_2 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

де m_1 — маса титану в аналізованій пробі, визначена за градуувальним графіком, г;

m — маса наважки проби, що відповідає аліквотній частині розчину, г.

6 НОРМИ ТОЧНОСТІ

Норми точності та нормативи контролю точності визначення масової частки титану наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

У відсотках

Масова частка титану		Границя допустимої похибки результатів аналізу Δ	Допустима розбіжність			
			двох середніх результатів аналізу, отриманих у різних умовах, D_2	двох паралельних визначень d_2	трьох паралельних визначень d_3	результатив аналізу стандартного зразка від атестованого значення δ
Від	0,005 до 0,01 включ.	0,0024	0,0030	0,0025	0,0030	0,0016
Понад	0,01 » 0,02 »	0,004	0,004	0,004	0,004	0,002
»	0,02 » 0,05 »	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
»	0,05 » 0,10 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,007

7 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До роботи з обладнанням допускають осіб, які вивчили методику виконання вимірювань, інструкції з експлуатації устатковання і правила експлуатування електроустановок, пройшли відповідний інструктаж і яких допущено до роботи у встановленому на підприємстві (організації) порядку.

8 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

8.1 Під час аналізування треба дотримуватися вимог щодо безпеки, викладених в інструкціях, що діють у хімічних лабораторіях, і розроблених згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.010, ДСТУ 7237 та іншими чинними нормативними документами.

8.2 Треба особливо обережно працювати з органічними розчинами. Необхідно пам'ятати, що пари органічних розчинників токсичні та вибухонебезпечні.

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: сталь, чавун, метод фотометричний, масова частка, титан, аналізована проба, розчин.

Редактор О. Ніколаєнко

Технічний редактор О. Марченко

Верстальник В. Мультиян

Підписано до друку 21.04.2016. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. 664 Ціна договірна.

Виконавець

Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
бул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців, виготовників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 серія ДК № 1647