УДК 669.15/293.198:546.82.06 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОНИОБИЙ

Метод определения титана

Ferroniobium. Method for determination of titanium

ГОСТ 15933.8—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в ферониобии при массовой доле его от 0,04 до 9%.

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в солянокислой среде. Для устранения мешающего влияния ниобия оптическую плотность измеряют в области светопропускания от 410 до 430 нм.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы с молярной концентрацией 6 моль/дм^3 и 1 моль/дм^3.

Кислота винная, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм^3.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3: 5 г диантипирилметана растворяют в 100 см^3 соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Смесь растворов реактивов (S-реагент): к 660 см^3 воды приливают 80 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм^3, 10 см^3 раствора сернокислой меди, 50 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и 100 см^3 раствора диантипирилметана. Растворы смешивают в указанной последовательности непосредственно перед применением S-реагента.

Смесь растворов реактивов ($S_ф$-реагент для фоновых растворов): к 760 см^3 воды приливают 80 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм^3, 10 см^3 раствора сернокислой меди, 50 см^3 раствора аскорбиновой кислоты. Растворы смешивают в указанной последовательности непосредственно перед применением $S_ф$-реагента.

Титан металлический или титана диоксид.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Стандартные растворы титана.

Раствор А: 0,1 г металлического титана растворяют в 10 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), добавляют 3—4 капли азотной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают 50 см^3 воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают или 0,1667 г диоксида титана, высушенного при температуре 105 °С, сплавляют в платиновом тигле с 5—6 г пиросернокислого калия при температуре (750±25) °С. После охлаждения плав выщелачивают в стакане вместимостью 250 см^3 в 50 см^3 раствора серной кислоты (1 : 9) и обмывают тигель водой. Для полного растворения плава стакан выдерживают при умеренном нагревании до получения прозрачного раствора. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают.

Массовая концентрация титана в растворе А равна 0,0001 г/дм^3.

Раствор Б: 10,0 см^3 стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора серной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация титана в растворе Б равна 0,00001 г/см^3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см^3 фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную

кислоту до прекращения бурной реакции. Затем к раствору приливают 20 см³ раствора серной кислоты (1 : 1), выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки чашки 10 см³ раствора серной кислоты (1 : 9), приливают 5 см³ раствора фтористого аммония и 30 см³ раствора винной кислоты. Растворяют соли при слабом нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

В две мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая отбирают аликвотные части раствора согласно табл. 1. Затем раствор одной колбы доливают до метки S-реагентом, а раствор другой колбы — S_4-реагентом. Раствор этой колбы служит раствором сравнения.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Вместимость мерной колбы, см³	Аликвотная часть раствора, см³
От 0,04 до 0,2 включ.	100	25,0
Св. 0,2 » 0,5 »	100	10,0
» 0,5 » 1,0 »	100	5,0
» 1,0 » 2,5 »	500	20,0
» 2,5 » 5,0 »	500	10,0
» 5,0 » 9,0 »	500	5,0

Через 35—40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 410 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 410 до 430 нм.

Массу титана находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б (при массовой доле титана от 0,04 до 1,0%), что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г титана или в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б (при массовой доле титана от 1,0 до 9,0%), что соответствует 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008 и 0,00010 г титана и все колбы доливают до метки S-реагентом.

Раствор колбы, не содержащей стандартный раствор, служит раствором сравнения.

Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли титана приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализируемого образца от аттестованного значения
От 0,04 до 0,10 включ.	0,008	0,020	0,008	0,010	0,005
Св. 0,1 » 0,2 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
» 0,2 » 0,5 »	0,024	0,030	0,025	0,030	0,016
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,12	0,10	0,12	0,06
» 5,0 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,09

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, В. П. Глухова, Г. И. Гусева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 791

3. Срок первой проверки I кв. 2000 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 15933.8—70**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4518—75	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 20515—75	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 24.04.90 Подп. в печ. 12.07.90 2,25 усл. п. л. 2,25 усл. кр.-отт. 1,82 уч.-изд. л.
Тир. 5000 Цена 35 к

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1874