

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Метод определения титана

Ferrosilicon. Method for the determination of titanium

ГОСТ
13230.9—81Взамен
ГОСТ 13230.9—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.

до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в ферросилиции (при массовой доле титана от 0,01 до 0,20%).

Метод основан на образовании комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет, в результате взаимодействия четырехвалентного титана с диантипирилметаном. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением аскорбиновой кислотой.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4 и 1:9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.



Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота аскорбиновая пищевая по ГОСТ 4815—76, свежеприготовленный 2%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Диантипирилметан, свежеприготовленный 1%-ный раствор: навеску реактива в количестве 10 г растворяют в 160 см³ соляной кислоты и разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³. Для восстановления следов железа в раствор добавляют 1 г аскорбиновой кислоты.

Железо карбонильное, 2%-ный раствор: 10 г железа, не содержащего титан, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 200 см³ соляной кислоты и растворяют навеску при нагревании. В процессе растворения осторожно прибавляют азотную кислоту до полного окисления железа, затем раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Двуокись титана пигментная по ГОСТ 9808—75.

Титан серноокислый, стандартные растворы.

Раствор А: 0,8338 г двуокиси титана помещают в платиновую или кварцевую чашку и сплавляют с 8—10 г пиросерноокислого калия при 800—850°C. Плав растворяют на холоде в 400 см³ серной кислоты (1:4) и оставляют на 12 ч при комнатной температуре.

Полученный раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 3—4 раза серной кислотой (1:4). Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают.

Устанавливают массовую концентрацию раствора А: 20 см³ стандартного раствора А серноокислого титана помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают при перемешивании раствор аммиака до рН раствора 8—9 по универсальному индикатору и затем еще 3—5 см³ в избыток. Раствор с выпавшим осадком нагревают до кипения, переносят осадок на быстрофильтрующий фильтр и промывают 3—4 раза теплой водой, содержащей несколько капель раствора аммиака. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°C до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора А (С), выраженную в г/см³ титана, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0,5996}{V},$$

где m — масса осадка двуокиси титана, г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта на загрязнение реактивов, г;

0,5996 — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан;

V — объем аликвотной части раствора, см^3 .

Массовая концентрация титана в растворе А равна 0,0005 г/ см^3 .

Раствор Б: 50 см^3 стандартного раствора А сернокислого титана помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доливают до метки серной кислотой (1 : 9) и перемешивают.

Массовая концентрация титана в растворе Б равна 0,0001 г/ см^3 .

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферросилиция массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, осторожно приливают 10 см^3 фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения навески и сверх этого еще 5 см^3 в избыток.

Чашку с раствором помещают на плиту, где полностью растворяют навеску при нагревании, приливают 40 см^3 серной кислоты (1 : 4) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 мин.

Раствор охлаждают, обмывают стенки чашки водой и снова выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 мин. К охлажденному раствору приливают 30 см^3 воды и нагревают до полного растворения образовавшихся солей.

Содержимое чашки охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (при массовой доле титана до 0,10%) или в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (при массовой доле титана свыше 0,10%), доливают до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, его предварительно фильтруют.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см^3 вносят по 20 см^3 анализируемого раствора, по 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и выдерживают 5 мин для полного восстановления железа. Затем приливают по 10 см^3 соляной кислоты (1 : 1) и в одну из колб приливают 25 см^3 раствора диантипирилметана. Необходимо соблюдать порядок добавления реактивов.

Растворы в колбах разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром. Для ускорения выполнения анализа после прибавления 25 см^3 раствора диантипирилметана раствор можно нагреть в течение 10 мин, охладить, разбавить водой до метки и измерить оптическую плотность в указанных условиях.

В качестве раствора сравнения применяют раствор колбы без раствора диантипирилметана.

Содержание титана находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам ферросилиция, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб, вместимостью 100 см³ каждая, приливают по 40 см³ серной кислоты (1:4), по 1,5 см³ раствора железа. Затем в семь из восьми колб вводят 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,000075; 0,000150; 0,000225; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г титана. В восьмую колбу стандартный раствор Б не вводят. Все растворы разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор восьмой колбы служит для проведения контрольного опыта.

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают по 20 см³ приготовленных разбавленных стандартных растворов, приливают по 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 5 мин для полного восстановления железа. Затем приливают по 10 см³ разбавленной соляной кислоты, по 25 см³ раствора диантипирилметана. Раствор в колбах разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 1 ч оптическую плотность окрашенных растворов измеряют как описано в п. 3.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта на загрязнение реактивов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

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

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

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

4.2. Массовую долю титана (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля титана в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;
 D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,03	0,008
Св. 0,03 „ 0,05	0,01
„ 0,05 „ 0,10	0,015
„ 0,10 „ 0,20	0,02

Изменение № 1 ГОСТ 13230.9—81 Ферросилиций. Метод определения титана
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.04.84
№ 1510 срок введения установлен

с 01.01.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0809

Под обозначением стандарта на обложке и первой странице указать обозначение: **(СТ СЭВ 4116—83)**.

Наименование стандарта. Заменить слово «Метод» на «Методы».

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения титана в ферросилиции (при массовой доле титана от 0,01 до 0,20 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4116—83».

Пункт 1.1. Заменить слово: «методу» на «методам».

Стандарт дополнить разделом — 2а (перед разд. 2):

«2а. Фотометрический метод

2а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет, в результате взаимодействия четырехвалентного титана с диантипирилметаном. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением аскорбиновой кислотой.

Оптическую плотность раствора измеряют в спектрофотометре при длине волны 385 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 350—450 нм».

(Продолжение см. стр. 52)

Пункт 3.1. Шестой абзац. Заменить слова: «при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром» на «при длине волны 385 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 350—450 нм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий диантипирилметана»;

седьмой абзац исключить.

Пункт 3.2. Второй абзац. Заменить значения: 0,000025; 0,000075; 0,000150; 0,000225; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г титана на 0,00005; 0,00015; 0,0003; 0,00045; 0,0006; 0,0008 и 0,0010 г титана.

Пункт 4.3. Таблица. Графа «Массовая доля титана, %». Заменить значения: «От 0,01 до 0,03» на «от 0,01 до 0,025»; «Св. 0,03 до 0,05» на «Св. 0,025 до 0,05».

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении ферросилиция в смеси фтористоводородной и азотной кислот, удалении азотной кислоты и тетрафторида кремния выпариванием в присутствии хлорной кислоты и последующем измерении атомной абсорбции титана в пламени закись азота-ацетилена при длине волны 364,3 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный с источником излучения для титана.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:19.

(Продолжение см. стр. 53)

Кислота хлорная плотностью 1,53 или 1,67 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Железо карбонильное с массовой долей титана не более 0,005 %.

Железо хлорнокислородное, 1%-ный раствор;

10 г железа помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 80 см³ раствора соляной кислоты и в процессе нагревания добавляют небольшими порциями 4—5 см³ азотной кислоты. После растворения к раствору приливают 30 см³ хлорной кислоты, нагревают до появления паров хлорной кислоты и после появления паров еще 2—3 мин. Содержимое стакана охлаждают, соли растворяют в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор с массовой концентрацией калия 50 мг/см³:

95,35 г хлористого калия растворяют в 400 см³ воды и после полного растворения количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Раствор доливают водой до метки, перемешивают и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммоний сернокислый.

Титана двуокись по ГОСТ 9808—75 или титан металлический.

Стандартный раствор титана:

0,1668 г двуокиси титана, предварительно прокаленной при температуре (1000 ± 20) °С в течение 30—40 мин и охлажденной в эксикаторе, помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³, добавляют 2 г сернокислого аммония и 25 см³ серной кислоты. Колбу накрывают воронкой с коротким концом и нагревают раствор до полного растворения двуокиси титана. Раствор охлаждают в проточной воде, затем быстро, за один прием, добавляют 200 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, содержащую 60 см³ серной кислоты 1:1, коническую колбу ополаскивают серной кислотой 1:19, добавляя промывной раствор в мерную колбу. После охлаждения раствор доливают до метки серной кислотой 1:19 и перемешивают.

Массовая концентрация титана в стандартном растворе равна 0,0001 г/см³.

Раствор можно приготовить также следующим образом:

0,1000 г титана помещают в стакан вместимостью 400 см³, доливают 30 см³ воды, 20 см³ серной кислоты 1:1 и растворяют при нагревании. К раствору добавляют 1 см³ азотной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, доливают 50 см³ воды и вновь нагревают до полного просветления. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, ополаскивая стакан серной кислотой 1:19, доливают до метки серной кислотой 1:19 и перемешивают.

Массовая концентрация титана в стандартном растворе равна 0,0001 г/см³.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску ферросилиция массой 0,5 г помещают в платиновую или тефлоновую чашку, увлажняют 1—3 см³ воды, осторожно добавляют 15 см³

(Продолжение см. стр. 54)

раствора фтористоводородной кислоты, затем по каплям 5 см³ азотной кислоты. Стенки чашки ополаскивают небольшим количеством воды, затем чашку нагревают до растворения пробы. Раствор выпаривают до объема примерно 5 см³, доливают 5 см³ хлорной кислоты и выпаривают досуха. К охлажденному остатку добавляют 3 см³ хлорной кислоты, 10—15 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее анализ проводят как указано в п. 5.3.3.

5.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов из семи вместимостью по 100 см³ каждый добавляют 0,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора титана, что соответствует 0,00005; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008 и 0,0010 г титана. В седьмой стакан стандартный раствор не добавляют. Во все стаканы помещают раствор железа в количестве, соответствующем 0,5 см³ на каждый процент содержания железа в пробе, по 1 см³ хлорной кислоты и растворы выпаривают досуха. К остаткам добавляют по 3 см³ хлорной кислоты и по 15 см³ воды, а затем нагревают до растворения солей. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 50 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 5.3.3.

5.3.3. К растворам в колбах вместимостью по 50 см³ добавляют по 1 см³ раствора хлористого калия, колбы доливают до метки водой и перемешивают.

Атомную абсорбцию титана измеряют параллельно в растворах пробы, контрольного опыта на загрязнение реактивов и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 364,3 нм и строго постоянном давлении закиси азота и ацетилена.

Градуировочный график строят по результатам, полученным путем вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартного раствора титана, из значений абсорбции растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующих им содержаниям титана.

По результатам, полученным путем вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы, находят концентрацию титана в растворе пробы по градуировочному графику.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю титана (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация титана в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице (см. п. 4.3)».

(ИУС № 8 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 13230.9—81 Ферросилиций. Метод определения титана
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета
СССР по стандартам от 19.02.87 № 279

Дата введения 01.01.88

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Пункты 2.1, 5.3.1 после слов «платиновую чашку» дополнить словами: «или чашку из стеклоуглерода».

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13230.9—81)

Пункт 2.2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³» (2 раза), «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³».

Пункты 4.3, 5.4.2 изложить в новой редакции: «Абсолютные расхождения результатов определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1987 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13230.1—81 Ферросилиций. Методы определения крем-	
ния	3
ГОСТ 13230.2—81 Ферросилиций. Метод определения углерода	9
ГОСТ 13230.3—81 Ферросилиций. Методы определения серы .	13
ГОСТ 13230.4—81 Ферросилиций. Метод определения фосфора	22
ГОСТ 13230.5—81 Ферросилиций. Методы определения мар-	
ганца	27
ГОСТ 13230.6—81 Ферросилиций. Методы определения хрома	37
ГОСТ 13230.7—81 Ферросилиций. Методы определения общего	
алюминия	46
ГОСТ 13230.8—81 Ферросилиций. Метод определения каль-	
ция	58
ГОСТ 13230.9—81 Ферросилиций. Метод определения титана	65

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *Г. М. Фролова*

Сдано в наб. 02.07.81 Подп. к печ. 12.11.81 4,5 п. л. 4,11 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1038