ГОСТ 9853.7—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения алюминия

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.7—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения алюминия

Sponge titanium.
Method for determination of aluminium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения алюминия при массовой доле алюминия от 0,005 % до 1,0 % в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения алюминия с сульфохлорфенолом С и последующем измерении оптической плотности раствора.

Мешающие определению элементы предварительно отделяют щелочью.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю алюминия определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или фотоэлектрический колориметр концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, и раствор молярной концентрации 4 моль/дм^3.

Алюминий металлический по действующему нормативному документу или ГОСТ 11069.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор молярной концентрации 2 моль/дм^3.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Издание официальное

Натрия ацетат (натрий уксуснокислый) 3-водный по ГОСТ 199.

Уротропин по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Сульфохлорфенол С по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

Этанол (спирт этиловый) по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по действующему нормативному документу, спиртовый раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

Индикаторная бумага конго по действующему нормативному документу.

Фильтр бумажный обезжиренный «желтая лента» по действующему нормативному документу.

Буферный раствор с pH 6,2—6,3: 250 г ацетата натрия растворяют в 500 см^3 воды, добавляют 30—40 см^3 раствора уксусной кислоты, доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г металлического алюминия растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают, готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой 0,5—1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 70 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), колбу накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и ведут растворение при нагревании, поддерживая объем примерно 50 см^3 добавлением того же раствора соляной кислоты.

После полного растворения навески по каплям добавляют азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски раствора и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 25 см^3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, нейтрализуют раствором гидроксида натрия по индикаторной бумаге конго до покраснения бумаги и добавляют 10 см^3 избытка. Раствор кипятят в течение 10—20 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр «желтая лента» в коническую колбу вместимостью 100 см^3, отбрасывая первую порцию фильтрата.

Аликвотную часть фильтрата 5—50 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют одну каплю фенолфталеина, нейтрализуют раствором соляной кислоты (4 моль/дм^3) до исчезновения окраски индикатора и добавляют 0,5 см^3 раствора кислоты в избыток.

Ополаскивают горло колбы водой и нейтрализуют по бумаге конго раствором уротропина. Затем в раствор приливают 10 см^3 буферного раствора, добавляют воду до объема примерно 80 см^3 и вводят 2 см^3 раствора сульфохлорфенола С. Раствор оставляют на 15—20 мин для развития окраски комплексного соединения, затем приливают 3 см^3 раствора соляной кислоты (4 моль/дм^3), доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 670 нм с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006 г алюминия. Раствор восьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Во все колбы приливают по 0,5 см^3 раствора соляной кислоты (4 моль/дм^3), по индикаторной бумаге конго нейтрализуют раствором уротропина (красный цвет бумаги конго). Далее поступают, как указано в 5.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V V_2}{m V_1 V_3} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m_1 — масса алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;
V — общий объем раствора пробы, см^3;
V_2 — объем первого разведения пробы, см^3;
m — масса навески, г;
V_1 — объем аликвотной части общего раствора пробы, см^3;
V_3 — объем аликвотной части первого разведения пробы, см^3.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1 В процентах

Массовая доля алюминия	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,005 до 0,015 включ.	0,002	0,003	0,002
Св. 0,015 » 0,050 »	0,005	0,006	0,005
» 0,05 » 0,15 »	0,02	0,03	0,02
» 0,15 » 0,50 »	0,03	0,04	0,03
» 0,50 » 1,00 »	0,10	0,11	0,10

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками являются стандартные растворы А или Б.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.621.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение алюминия, фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.02.2000. Подписано в печать 21.03.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 204 экз. С 4729. Зак. 253.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102