

АЛЮМИНИЙ

Метод определения титана

ГОСТ

12697.10—77

МКС 77.120.10  
ОКСТУ 1709

Aluminium.  
Method for determination of titanium

Взамен  
ГОСТ 12706—67  
в части разд. 2

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в алюминии (при массовой доле титана от 0,0003 до 0,2 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантинпирилметаном. Трехвалентное железо восстанавливают аскорбиновой кислотой.

Окрашенный раствор фотометрируют при  $\lambda = 385$  нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.  
(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88\* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Весы лабораторные технические ВЛТ-200 4-го класса точности с ценой деления 0,01 г или аналогичного типа.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1000 °C.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 6 и 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Железо, не содержащее титана, полученное карбонильным способом.

Раствор хлорного железа с массовой долей 0,1 %; готовят следующим образом: 0,5 г железа растворяют в соляной кислоте, окисляют несколькими каплями азотной кислоты при нагревании и разбавляют водой до 500 см<sup>3</sup>.

Диантинпирилметан, раствор с массовой долей 5 % в растворе 1 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, для ускорения растворения или при выпадении кристаллического осадка раствор нагревают до 40—50 °C. Для стабилизации раствора к нему добавляют 3—5 г аскорбиновой кислоты, раствор хранят в сосуде темного цвета.

\* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 2 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 20 и 2 %. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой долей 5 %.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Титана диоксид.

Растворы титана стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1670 г прокаленного при 900 °С диоксида титана сплавляют с двадцатикратным количеством пиросернокислого калия до получения прозрачного плава в платиновом тигле. Плав выщелачивают при нагревании 100 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Затем приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1 г титана растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 4, после растворения окисляют концентрированной азотной кислотой, добавляемой по каплям, раствор выпаривают до паров серного ангидрида. Затем растворяют в воде, добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1 и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, содержащую 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг титана (Ti).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 50 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают серной кислотой, разбавленной 1 : 6, до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг титана (Ti).

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 0,2 %.

Титан металлический.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску алюминия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и накрывают часовым стеклом. После окончания бурной реакции обмывают стекло и стенки стакана горячей водой и нагревают до растворения навески. В случае медленного растворения алюминия в стакан добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого никеля.

После охлаждения содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащую 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Если раствор не совсем прозрачный, то перед переведением в мерную колбу раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан, содержащий 4 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, промывая фильтр и стакан несколько раз горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озолят и прокаливают при 1000 °С. После охлаждения к остатку добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 1, 3—5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и 3—4 капли концентрированной азотной кислоты, выпаривают, прокаливают и остаток сплавляют с 0,5—1 г пиросульфата калия при 800 °С до получения прозрачного плава. После охлаждения выщелачивают сплав 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1 : 6 при нагревании. Содержимое тигля приливают к фильтрату, смывая небольшим количеством воды, затем упаривают фильтрат до объема 30—40 см<sup>3</sup>.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащую 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5—50 см<sup>3</sup> раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли титана в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>. Затем приливают при перемешивании 15 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5 см<sup>3</sup> аскорбиновой кислоты, 2 капли раствора сернокислой меди и через 5 мин 10 см<sup>3</sup> раствора диантгирилметана, разбавляют раствор до метки водой и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектролориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волн 385 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт.

### **С. 3 ГОСТ 12697.10—77**

Для этого 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают в стакане до 5—10 см<sup>3</sup>, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора, соответствующую аликвотной части исследуемого раствора, в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и проводят анализ, как указано выше.

Массу титана определяют по градуировочному графику 1, учитывая поправку контрольного опыта.

#### **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3.2. Для определения титана в алюминии высокой чистоты навеску алюминия массой 3 г растворяют в 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % в стакане вместимостью 400 см<sup>3</sup>, покрытом часовым стеклом.

По окончании бурной реакции стекло и стенки стакана обмывают горячей водой и нагревают до растворения навески. Затем приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, 3 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, перемешивают и нагревают до коагуляции осадка. Горячий раствор фильтруют через фильтр «белая лента», осадок промывают три раза горячим раствором гидроксида натрия с массовой долей 2 % и два—три раза водой. Затем смывают осадок с фильтра водой в стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup>, промывают фильтр 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 4, собирая раствор в стакан с осадком, и промывают фильтр два—три раза горячей водой. После этого прибавляют 10 капель азотной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Если остаток в стакане окрашен в желтый цвет, добавляют по каплям азотную кислоту до его обесцвечивания, обмывают стенки стакана водой и выпаривают до появления паров серной кислоты.

После охлаждения к остатку приливают 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 6, и нагревают до растворения остатка. После охлаждения переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 2 капли раствора сернокислой меди и через 5 мин 5 см<sup>3</sup> раствора диантгирилметана, разбавляют до метки серной кислотой, разбавленной 1 : 6, и перемешивают. Измерение оптической плотности производят, как указано в п. 3.1.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Массу титана определяют по градуировочному графику 2, учитывая поправку контрольного опыта.

#### **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

#### **3.3. Построение градуировочных графиков**

##### **3.3.1. График 1**

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> приливают из микробюretки 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10; 15 и 20 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100; 0,150 и 0,200 мг титана, добавляют по 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup> и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам титана строят градуировочный график 1.

#### **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

##### **3.3.2. График 2**

В мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> приливают из микробюretки 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 см<sup>3</sup> раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг титана.

В каждую колбу добавляют по 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 6, и далее проводят анализ, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам титана строят градуировочный график 2.

#### **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

### **4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ**

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_1 \cdot 100},$$

где  $m$  — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

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

$V_1$  — объем аликовотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески алюминия, г.

4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости, отн.	воспроизводимости, отн.
От 0,0003 до 0,005 включ.	30	45
Св. 0,005   » 0,05   »	20	30
» 0,05   » 0,1   »	10	15
» 0,1   » 0,2   »	5	10

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).