



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

# ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 9853.0-79 – ГОСТ 9853.6-79

Издание официальное

Цена 15 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**А. И. Бойко, Н. Н. Стремилова, И. А. Гриkit, А. Д. Кульков, Г. Е. Комиссаренко, А. К. Огнева, В. Ф. Брагина, Е. Г. Галушко, Н. П. Синяева, А. М. Васильман, И. М. Карповский, Ю. А. Сериков, Л. М. Гуревич**

**ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

**Зам. министра В. С. Устинов**

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 августа 1979 г. № 3207**

## ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

## Метод определения азота

Sponge titanium.  
Method for the determination of nitrogen

**ГОСТ  
9853.1—79**

Взамен  
**ГОСТ 9853.1—72**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 августа 1979 г. № 3207 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.

до 01.01.1986 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения азота в губчатом титане (при массовой доле азота от 0,005 до 0,4%).

Метод основан на растворении титана в серной и фтористоводородной кислотах в результате чего в растворе образуются аммонийные соли. Последние разлагаются гидроокисью натрия с выделением аммиака, который поглощается слабокислым раствором индикатора Таширо и титруется раствором серной кислоты.

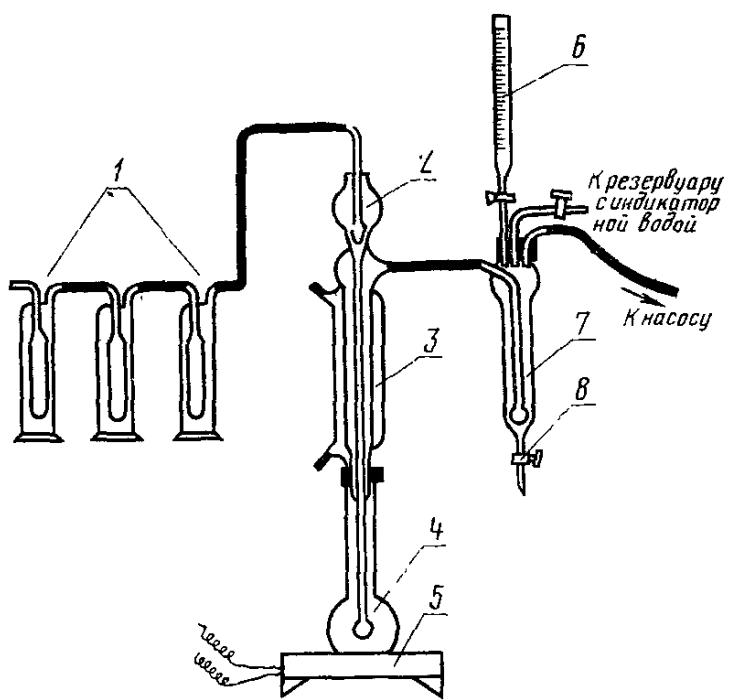
### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 9853.0—79.

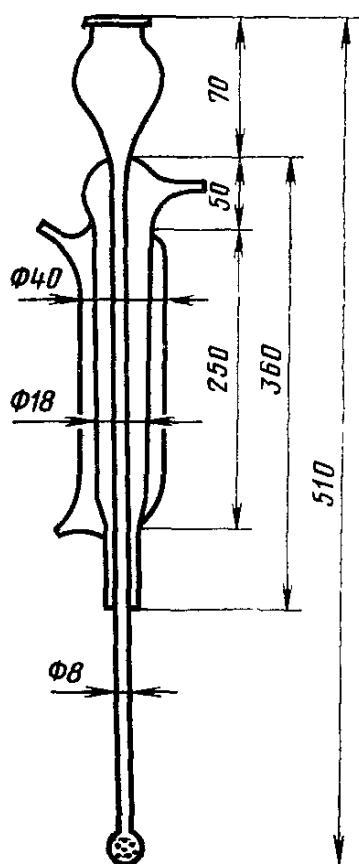
### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания азота (черт. 1) состоит из: промывных склянок 1, заполненных на  $\frac{1}{3}$  серной кислотой, разбавленной 1:1; воронки 2 с гидравлическим затвором; холодильника 3 (черт. 2); колбы типа Кильдаля 4 вместимостью 250 мл; колбонагревателя 5; микробюретки 6 вместимостью 5 мл; сосуда для поглощения и титрования аммиака 7 (черт. 3); крана для слива 8.

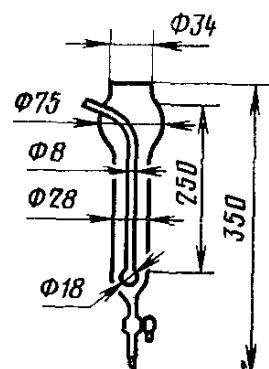




Черт. 1



Черт. 2



Черт. 3

Колба коническая вместимостью 250 мл с пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором, служащая для разложения навески.

Прибор электронагревательный со слабым нагревом закрытого типа.

Насос, обеспечивающий просасывание воздуха через систему со скоростью около 0,05 л/с.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4 и 0,005 н. раствор.

Титр раствора серной кислоты устанавливают по фиксаналу или по стандартному образцу титана, близкому по химическому составу и содержанию азота к анализируемой пробе титана и проведенному через все стадии анализа.

Титр раствора серной кислоты ( $T$ ), выраженный в г/мл азота, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot m_1}{(V - V_1) \cdot 100} ,$$

где

$m$  — массовая доля азота в стандартном образце, %;

$m_1$  — масса навески стандартного образца, г;

$V$  — объем титрованного раствора серной кислоты, израсходованный на титрование стандартного образца, мл;

$V_1$  — объем титрованного раствора серной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл.

1 мл 0,005 н. раствора серной кислоты соответствует 0,00007 г азота.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73, разбавленная 1:5.

Калий хлорнокислый, предварительно прокаленный при температуре 723—773 К.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 40%-ный раствор: 1200 г гидроокиси натрия засыпают в колбу, добавляют 10 гранул металлического цинка и 10—15 г сернокислой меди, добавляют 2 л воды, перемешивают и кипятят в течение 40 мин на слабом огне, после чего охлаждают, доливают до 3 л водой и фильтруют раствор через стеклянную вату. Полученный раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой таре. Раствор гидроокиси натрия не следует готовить в количестве, превышающем шестидневный запас.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51.

Метиловый синий.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Индикатор Таширо: в 100 мл этилового спирта растворяют 0,06 г метилового красного и 0,04 г метилового синего.

Для приготовления 2 л индикаторной воды 10 мл индикатора Таширо разбавляют до 2 л водой и хранят в плотно закрытой темной склянке.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Подготовка пробы к анализу

Анализируемую пробу перед началом работы очищают от возможных загрязнений. Для этого титановую стружку промывают этиловым спиртом и высушивают.

#### 3.2. Подготовка установки

Стеклянную часть установки промывают горячим паром: в реакционную колбу наливают 200 мл воды, в сосуд для поглощения аммиака и титрования наливают 15—20 мл индикаторной воды, включают насос и нагревают.

Если на нейтрализацию 100 мл дистиллята расходуется 0,4—0,6 мл 0,005 н. раствора серной кислоты, то аппаратуру считают готовой к работе.

Нагрев и насос выключают, удаляют воду из реакционной колбы и раствор индикатора из сосуда для поглощения аммиака.

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску титана массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 30 мл серной кислоты, разбавленной 1:4, и 5 мл фтористоводородной кислоты, разбавленной 1:5, затем закрывают ее пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором (черт. 4), в резервуар которого предварительно наливают 1—2 мл серной кислоты, разбавленной 1:4.

Анализируемую пробу растворяют сначала без нагревания, а затем при умеренном нагревании. Если на дне колбы имеются темные частички нерастворившегося остатка, который может содержать нитриды и карбонитриды, то раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают и добавляют 1 г хлорнокислого калия; после чего снова нагревают до выделения белого дыма.

Колбу с раствором охлаждают, раствор из резервуара гидравлического затвора присоединяют к основному и затвор обмывают 2—3 раза водой.

В поглотитель наливают 15—20 мл индикаторной воды, выключают насос и подают воду из холодильника.

В реакционную колбу через воронку вливают 50 мл 40%-ного раствора гидроокиси натрия и анализируемый раствор, обмывают

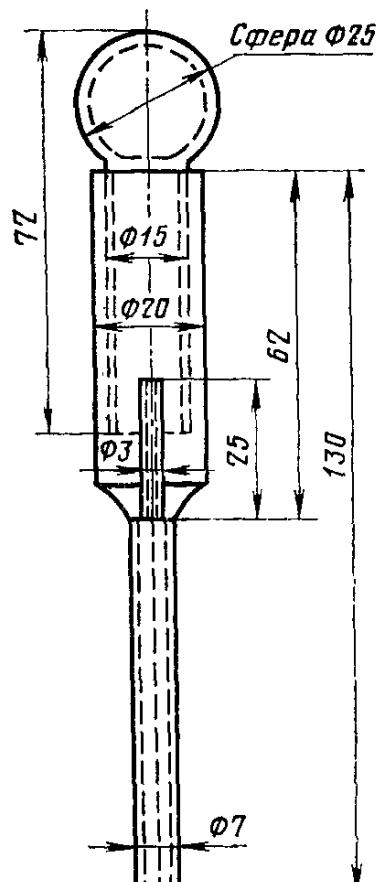
колбу и стенки воронки небольшими порциями воды и включают нагрев.

По мере дистилляции аммиака и поглощения его индикаторной водой ведут титрование 0,005 н. раствором серной кислоты до восстановления первоначальной слабой фиолетово-красной окраски индикаторной воды. Индикаторная вода имеет фиолетово-красный цвет в кислой среде и зеленый — в щелочной. Чтобы избежать перетитрования, кислоту следует добавлять по каплям. Если индикаторная вода сохраняет слабый фиолетово-красный цвет в течение 3—5 мин, дистилляцию заканчивают.

По количеству 0,005 н. раствора серной кислоты, израсходованному на титрование, рассчитывают содержание азота в анализируемой пробе.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание азота в реаликах.

Определение содержания азота должно проводиться в помещении, в котором не ведется никакой работы с аммиаком и другими соединениями азота.



Черт. 4

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю азота ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m} ,$$

где  $V$  — объем 0,005 н. раствора серной кислоты, израсходованный на титрование анализируемой пробы, мл;

$V_1$  — объем 0,005 н. раствора серной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

$T$  — титр 0,005 н. раствора серной кислоты в пересчете на азот;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка и результатов анализов проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, не должны превышать величин, указанных в таблице.

| Массовая доля азота, % | Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, % | Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух слитков, % |
|------------------------|--|--|
| От 0,005 до 0,01       | 0,002  | 0,005  |
| Св. 0,01 » 0,02        | 0,005  | 0,010  |
| » 0,02 » 0,05          | 0,007  | 0,012  |
| » 0,05 » 0,10          | 0,009  | 0,018  |
| » 0,10 » 0,20          | 0,020  | 0,040  |
| » 0,20 » 0,40          | 0,040  | 0,060  |

5.3. Для проверки правильности результатов анализа применяют стандартный образец, утвержденный в установленном порядке.

Анализ стандартного образца выполняют в двух параллельных определениях, один раз в смену.

Результаты анализа считают правильными, если разность между полученными значениями не превышает абсолютных допускаемых расхождений, указанных в таблице, а среднее значение полученных результатов анализа отличается от содержания определяемого элемента в стандартном образце не более чем на половину допускаемых расхождений.

**Группа В59**

**Изменение № 1 ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота  
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.06.85  
№ 1688 срок введения установлен**

**с 01.01.86**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81.

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780—79.

*(Продолжение см. с. 62)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)*

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Одновременно проводят не менее двух контрольных опытов».

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «метиловый синий» на «метиленовый голубой» (2 раза); ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78; исключить ссылку: ГОСТ 5853—51.

Пункт 5.3. Первый абзац. Заменить слова: «утвержденный в установленном порядке» на «состава титана металлического ГСО № 1496—78».

Разделы 2—4. Заменить единицу измерения: мл на см<sup>3</sup>.

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота  
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета  
СССР по стандартам от 23.10.87 № 3995

Дата введения 01.03.88

Пункт 1.1 дополнить абзацем (после второго): «Допускается применение другой аппаратуры, материалов и реагентов при условии получения точности анализа не ниже указанной в стандарте».

Раздел 2. Пятый абзац. Заменить слова: «0,005 н. раствор» на «раствор концентрации  $c$  ( $1/2$   $H_2SO_4$ ) равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup> (0,005 н.)»;

шестой, седьмой абзацы. Заменить слово: «Титр» на «Массовую концентрацию»;

седьмой абзац. Заменить единицу: г/мл на г/см<sup>3</sup>;

(Продолжение см. с. 96)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)*

заменить слова: «0,005 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации  $c(1/2\ H_2SO_4)$  равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup>»;  
исключить ссылку: «по ГОСТ 989—75».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,005 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации  $c(1/2\ H_2SO_4)$  равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 4.1. Заменить слова: «По количеству 0,005 н. раствора серной кислоты» на «По объему серной кислоты концентрации  $c(1/2\ H_2SO_4)$  равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 5.1. Заменить слова: «0,005 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации  $c(1/2\ H_2SO_4)$  равной 0,005 моль /дм<sup>3</sup>» (3 раза).

(ИУС № 1 1988 г.)

**Изменение № 3 ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота  
Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета  
СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.08.90 № 2408**

**Дата введения 01.03.91**

Пункт 1.1. Четвертый абзац. Заменить слова: «Одновременно проводят» на «Одновременно в начале смены проводят».

Раздел 2. Второй абзац. Исключить слова: «пришлифованной пробкой с гидравлическим»,

седьмой абзац. Формулу дополнить номером: (1);

двенадцатый абзац. Исключить ссылку ГОСТ 989—75;

шестнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

*(Продолжение см. с. 108)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)*

Пункт 3.1. Первый абзац перед словом «Анализируемую» дополнить словами: «При необходимости».

Пункт 3.2 дополнить абзацем (после первого): «Подготовку индикаторной воды к работе производят путем добавки раствора серной кислоты концентрации с (1/2 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup> до изменения окраски от зеленой до фиолетово-красной»;

заменить значения: 0,4—0,6 см<sup>3</sup> на 0,8—1,2 см<sup>3</sup>.

Пункт 4.1. Первый абзац после значения 1:4 дополнить словами: «(или 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1)»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Анализируемую пробу растворяют сначала без нагревания, а затем при умеренном нагревании до полного растворения пробы»;

четвертый абзац. Заменить значения: 15—20 на 20—30;

*(Продолжение см. с. 109)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)*

шестой абзац. Заменить слова: «0,005 н. раствором» на «раствором серной кислоты концентрации с (1/2 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), равной 0,005 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 5.1. Формулу дополнить номером: (2).

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного слитка и результатами анализа проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля азота, %  | Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, % | Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, % |
|-------------------------|---|--|
| От 0,005 до 0,010 включ | 0,002   | 0,005  |
| Св. 0,010   » 0,020   » | 0,005   | 0,010  |
| » 0,020   » 0,050   »   | 0,007   | 0,012  |
| » 0,050   » 0,100   »   | 0,009   | 0,018  |
| » 0,10    » 0,20    »   | 0,02  | 0,04   |
| » 0,20    » 0,40    »   | 0,04  | 0,06   |

*(Продолжение см. с. 110)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)*

Пункт 5.3. Заменить слова и обозначение: «правильности» на «точности» ГСО № 1496—78 на ГСО № 1496—86П;

дополнить абзацем (после первого): «Для проверки точности результатов анализа допускается применение стандартных образцов любой категории, близких по химическому составу к анализируемому материалу и аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315—78»;

третий абзац исключить.

(ИУС № 11 1990 г )

## СОДЕРЖАНИЕ

|  |    |
|--|----|
| ГОСТ 9853.0—79 Титан губчатый. Общие требования к методам анализа . . . . .                      | 3  |
| ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота . . . . .                                 | 5  |
| ГОСТ 9853.2—79 Титан губчатый. Метод определения железа . . . . .                                | 11 |
| ГОСТ 9853.3—79 Титан губчатый. Методы определения углерода . . . . .                             | 14 |
| ГОСТ 9853.4—79 Титан губчатый. Методы определения хлора . . . . .                                | 24 |
| ГОСТ 9853.5—79 Титан губчатый. Методы определения кислорода . . . . .                            | 30 |
| ГОСТ 9853.6—79 Титан губчатый. Спектральный метод определения кремния, железа и никеля . . . . . | 40 |

Редактор *С. И. Бобарыкин*

Технический редактор *В. Н. Прусакова*

Корректор *М. Н. Гринвальд*

Сдано в набор 19.09.79 Подп. в печ 05.11.79 2,75 п. л. 2,63 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 15 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2603