

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ**Метод определения железа**

Sponge titanium.
Method for the determination of iron

ГОСТ
9853.2—79**Взамен**
ГОСТ 9853.2—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 фотоколориметрический метод определения железа в губчатом титане (при массовой доле железа от 0,01 до 2,0%).

Метод основан на образовании оранжево-красного комплекса двухвалентного железа с ортофенантролином. Реакция проходит в слабокислой среде (рН 5) в присутствии титана, удерживаемого в растворе в виде комплекса с винной кислотой. В качестве восстановителя железа и окислителя титана применяют гидроксилмин солянокислый.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметры ФЭК-56, ФЭК-Н-57 или ФЭК-60.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, кристаллическая.

Гидроксилмин солянокислый по ГОСТ 5456—65, 10%-ный раствор.

Ортофенантролин 0,25%-ный водный раствор или 0,05%-ный раствор α , α' -дипиридила по ГОСТ 18129—72, который в условиях анализа образует с двухвалентным железом комплексное соединение, окрашенное в красный цвет.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 25%-ный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 20%-ный раствор.

Стандартные растворы железа А и Б.

Раствор А: 0,1 г металлического восстановленного железа или железа типа «Армко» растворяют в 30 мл соляной кислоты при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 мл раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 мл водой до метки.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску титана массой 1 г помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 100 мл, приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и по каплям 1—2 мл фтористоводородной кислоты. После растворения навески добавляют 1—2 г борной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 мл и разбавляют водой до метки.

Аликвотную часть раствора от 2 до 10 мл (в зависимости от содержания железа) переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют до 20 мл водой, приливают 3 мл раствора гидроксилamina, 5 мл раствора винной кислоты и нейтрализуют по бумаге конго 25%-ным раствором уксуснокислого натрия до перехода окраски бумаги конго из синей в сиреневую. После этого добавляют 1—2 мл раствора уксуснокислого натрия в избыток.

Нейтрализованный раствор разбавляют до 80 мл водой, приливают 10 мл раствора ортофенантролина, доводят до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 430 нм) в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание железа рассчитывают по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 мл вводят из микробюретки 0,5; 1; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 мл стандартного раствора Б, разбавляют водой до 20 мл, приливают 3 мл раствора гидроксилamina и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор, содержащий все реактивы,

кроме стандартного раствора железа. По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа в процентах находят по градуировочному графику.

4.2. 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 железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного слитка, %	Абсолютные допустимые расхождения между результатами анализа проб двух слитков, %
От 0,01 до 0,03	0,008	0,01
Св. 0,03 > 0,06	0,018	0,025
> 0,06 > 0,07	0,020	0,030
> 0,07 > 0,09	0,025	0,035
> 0,09 > 0,11	0,030	0,040
> 0,11 > 0,13	0,035	0,045
> 0,13 > 0,20	0,050	0,080
> 0,20 > 0,60	0,070	0,090
> 0,60 > 1,20	0,100	0,120
> 1,20 > 2,00	0,140	0,200

4.3. 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 полученных значений 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.

Изменение № 1 ГОСТ 9853.2—79 Титан губчатый. Метод определения железа
Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.06.85
№ 1688 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименование стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9853.0—79 на ГОСТ 9853.1—79.

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853,2—79)

Раздел 2 Шестой абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 18129—72»; заменить ссылки: ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78, ГОСТ 5456—65 на ГОСТ 5456—79.

Разделы 2, 3. Заменить единицу измерения, мл на см³.

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова: «утвержденный в установленном порядке» на «состава титана металлического ГСО № 1496—78».

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.2—79 Титан губчатый. Метод определения железа

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

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Колориметр концентрационный фотометрический типа КФК-2 или КФК-2МП или спектрофотометр типа СФ-46, или аналогичные приборы»;

пятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией солянокислого гидроксилamina 100 г/дм³»;

шестой абзац. Заменить слова: «Ортофенантролин 0,25 %-ный водный раствор или 0,05 %-ный раствор α, α' -дипиридила» на «Ортофенантролин, раствор с массовой концентрацией ортофенантролина 2,5 г/дм³ или α, α' -дипиридил, раствор с массовой концентрацией α, α' -дипиридила 0,5 г/дм³»;

седьмой абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией уксуснокислого натрия 250 г/дм³»;

восьмой абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией винной кислоты 200 г/дм³».

Пункт 3.1 Третий абзац после слова «ортофенантролина» дополнить словами: «или 10 см³ раствора α, α' -дипиридила»;

заменить слова: «на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 430 нм)» на «на приборе с синим светофильтром (область светопропускания 490—540 нм в случае применения ортофенантролина и 510—540 нм в случае применения α, α' -дипиридила)».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции «4.2. 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 табл. 1.

(Продолжение см. с. 110)

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, %	Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,008
Св. 0,030 » 0,100 »	0,015	0,030
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,04
» 0,30 » 1,00 »	0,05	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,14	0,20

Расхождения между результатами двух параллельных определений одной пробы и результатами анализа двух проб из неплавленного губчатого титана при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений одной пробы, %	Допускаемые расхождения результатов анализа двух проб, %
От 0,20 до 0,60 включ.	0,10	0,15
Св. 0,60 » 2,00 »	0,20	0,25

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова и обозначение: «правильности» на «точности»; ГСО № 1496—78 на ГСО № 1496—80 П;

(Продолжение см. с. 111)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.2—79)

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 со-

(Продолжение см с 112)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.2—79)

ответствии с ГОСТ 8.315—78, а также любого другого метода, предусмотренного ГОСТ 25086—87»;
третий абзац исключить.

(ИУС № 11 1990 г).