

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 в установленном 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 диантирилметана»;

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-ацетилен 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 хлорнокислое, 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.)