

Изменение № 2 ГОСТ 9853.4—79 Титан губчатый. Методы определения хлора
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

По всему тексту стандарта заменить слова: «содержание» на «массовая доля» (пп. 2.1; 2.4.2; 2.5.3; 3.3.1; 3.3.2; 3.4.3); «доводят» на «доливают» (пп. 2.3; 2.4.1; 2.3.2).

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает турбидиметрический (при массовой доле хлора от 0,05 до 0,12%), кулонометрический (при массовой доле хлора от 0,01 до 0,4%) и меркуриметрический (при массовой доле хлора от 0,05 до 0,3%) методы определения хлора в губчатом титане».

Пункт 2.2. Первый абзац. Заменить значение: 2—3 на 2—4;

(Продолжение см. с. 112)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.4—79)

третий абзац. Заменить слова: «3 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией перекиси водорода 30 г/дм³»;

пятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией поливинилового спирта 10 г/дм³»;

шестой абзац изложить в новой редакции: «Титан губчатый с массовой долей хлора не более 0,04 %»;

десятый абзац. Заменить слова: СТ СЭВ 223—75 на ГОСТ 27068—86;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «0,1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией растворимого крахмала 1 г/дм³».

Пункт 2.3. Формулу дополнить номером: (1).

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета и результатами анализов проб двух брикетов, отобранных из одной и той же объединенной

(Продолжение см. с. 113)

пробы, при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хлора, %	Допускаемые расхождения двух параллельных определений проб одного брикета, %	Допускаемые расхождения результатов анализов проб двух брикетов, %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,010
Св. 0,030 » 0,060 »	0,010	0,025
» 0,060 » 0,080 »	0,012	0,030
» 0,080 » 0,100 »	0,016	0,040
» 0,100 » 0,120 »	0,018	0,045
» 0,12 » 0,30 »	0,02	0,05
» 0,30 » 0,40 »	0,03	0,06

Пункт 2.5.3. Заменить слово: «Правильность» на «Контроль точности».

Пункт 3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Колориметр концентрационный фотометрический типа КФК-2 или КФК-2МП или аналогичные приборы»;

шестой абзац. Заменить слова: «0,2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией азотнокислого серебра 2 г/дм³»;

дополнить абзацем (после последнего): «Раствор В: 5 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,05 мг хлора».

Пункты 3.3.1 (второй абзац), 3.3.2 (первый абзац). Заменить слово: «фотоэлектроколориметре» на «фотометрическом колориметре».

Пункт 3.3.2. Исключить слова: «Построение градуировочного графика»; второй абзац и примечание исключить.

Раздел 3 дополнить пунктами— 3.3а, 3.3б: «3.3.а. Допускается проведение анализа по следующей методике.

3.3а.1. Навеску титана массой 0,3 г помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 100—200 см³ и приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты (1:5).

Пробу растворяют при постоянном перемешивании.

После полного растворения пробы приливают 3 см³ концентрированной азотной кислоты, перемешивают до обесцвечивания. Добавляют 1 г борной кислоты, перемешивают до растворения борной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Далее добавляют 5 см³ азотной кислоты (1:3), перемешивают, приливают 3 см³ раствора азотнокислого серебра и, не перемешивая, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем раствор в колбе доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотометрическом колориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания 400 нм) в кювете с толщиной слоя, поглощающего свет 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа. Массовую долю хлора рассчитывают по градуировочному графику.

3.3а.2. В восемь полиэтиленовых стаканов помещают навески массой 0,3 г расплавленного губчатого титана, приливают по 10 см³ плавиковой кислоты, разбавленной 1:5, при постоянном перемешивании. После полного растворения приливают по 3 см³ концентрированной азотной кислоты и перемешивают до обесцвечивания раствора. Затем добавляют по 1 г борной кислоты, перемешивают до растворения борной кислоты, приливают по 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, и растворы переводят в восемь мерных колб вместимостью 100 см³.

В семь из восьми мерных колб с переведенными растворами вводят из микробюретки 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 см³ стандартного раствора В. Объемы

(Продолжение см. с. 114)

в восьми колбах доводят примерно до 35 см³ азотной кислотой, разбавленной 1:19, перемешивают, приливают по 3 см³ раствора азотнокислого серебра, и, не перемешивая, оставляют в темном месте на 10 мин. Затем растворы в колбах доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:19, и перемешивают. Оптическую плотность измеряют на фотометрическом колориметре при длине волны 400 нм.

Раствором сравнения служит раствор восьмой колбы.

3.36 Построение градуировочного графика

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим концентрациям хлора строят градуировочный график.

Примечание. Массовая доля хлора должна определяться в помещении, в котором не ведется никакой работы с соляной кислотой, хлором и его соединениями».

Пункты 3.4.1—3.4.3 изложить в новой редакции: «3.4.1. Массовую долю хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где m_1 — масса хлора в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

3.4.2 Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного брикета и результатов анализов проб двух брикетов, отобранных из одной и той же общей пробы, не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля хлора, %	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета, %	Допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух брикетов, %
От 0,010 до 0,030 включ	0,008	0,010
Св. 0,030 » 0,080 »	0,010	0,016
» 0,080 » 0,120 »	0,016	0,028

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу, близкому по химическому составу к анализируемому материалу и аттестованному в соответствии с ГОСТ 8.315—78, или по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Определение хлора меркуриметрическим методом

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании малодиссоциированного соединения двухлористой ртути при титровании раствора, содержащего хлор, раствором азотнокислой ртути с применением в качестве индикатора нитропруссид натрия.

4.2 Реактивы, растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,49 г/см³ и разбавленная 1:4 и 1:10.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, разбавленная 1:5.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Натрия нитропруссид по ТУ 42—18—86, раствор с массовой концентрацией нитропруссид натрия 100 г/дм³.

Ртуть азотнокислая по ГОСТ 4520—78, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³.

(Продолжение см. с. 115)

Раствор хлористого натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, готовят из стандарт-титра по ТУ 6—09—2540—87.

Стандартные растворы хлористого натрия:

Раствор А: 1,1649 г хлористого натрия, высушенного при температуре (110 ± 10) °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг хлора.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг хлора.

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление раствора азотнокислой ртути: 17,0 г азотнокислой ртути растворяют в 150 см³ воды с добавлением 20 см³ азотной кислоты ($d = 1,49$). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.2. Определение коэффициента поправки молярной концентрации раствора азотнокислой ртути: в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают 25 см³ раствора хлористого натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, добавляют 6 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:4, 2 см³ нитропруссиды натрия и титруют раствором азотнокислой ртути (К) до появления исчезающей при тщательном перемешивании мути.

Коэффициент поправки молярной концентрации раствора азотнокислой ртути вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V_1}, \quad (3)$$

где 25 — объем раствора хлористого натрия, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование, см³.

Результаты вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака. За результат принимают среднее значение из трех параллельных определений.

Коэффициент поправки молярной концентрации раствора должен быть в пределах 0,9500—1,0500.

Коэффициент поправки молярной концентрации раствора проверяют один раз в месяц.

4.4. Проведение анализа

Навеску титана массой 2 г помещают в полиэтиленовый стакан или банку вместимостью 100—200 см³ и смачивают 2 см³ воды. Стакан или банку ставят в сосуд с холодной дистиллированной водой (температура воды должна быть не более 15 °С) и постепенно приливают 40 см³ раствора фтористоводородной кислоты, накрывая стакан или банку крышкой.

Растворение навески производят при постоянном перемешивании раствора. После полного растворения навески приливают 4—5 см³ азотной кислоты ($d =$

(Продолжение см. с. 116)

=1,49) и закрывают стакан или банку крышкой до прекращения бурной реакции. После обесцвечивания раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, куда предварительно введено 2 г борной кислоты и 50 см³ воды, перемешивают до полного растворения, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты (1:10), 1—2 см³ раствора нитропруссид натрия и титруют из бюретки раствором азотнокислой ртути до появления не исчезающей при тщательном перемешивании мутн. Одновременно проводят контрольный опыт с реактивами через все стадии анализа.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю хлора (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot K \cdot 0,00355 \cdot 100}{m_2}, \quad (4)$$

где V_2 — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование пробы, см³;

V_3 — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованной на титрование контрольного опыта, см³;

K — коэффициент поправки молярной концентрации раствора азотнокислой ртути;

0,00355 — массовая концентрация азотнокислой ртути, выраженная в г/см³ хлора;

m_2 — масса навески, г.

4.5.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета и результатами анализа проб двух брикетов, отобранных из одной и той же объединенной пробы, при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля хлора, %	Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного брикета, %	Допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух брикетов, %
От 0,050 до 0,150 включ	0,013	0,020
Св. 0,150 » 0,300 »	0,028	0,040

4.5.3. Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу, близкому по химическому составу к анализируемому материалу и аттестованному в соответствии с ГОСТ 8.315—78, а также любым другим методом, предусмотренным ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г).