МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения кремния

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.9—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства. 1
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 3
7 Допустимая погрешность измерений 3
8 Требования к квалификации 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения кремния

Sponge titanium. Method for determination of silicon

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,005 % до 0,12 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет восстановленного кремниймолибденового комплексного соединения с последующим измерением оптической плотности раствора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю кремния определяют по двум навескам.

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений оптической плотности.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или аналогичный прибор.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Кислота борная по ГОСТ 9656, раствор массовой концентрации 40 г/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, разбавленная 3:1.

Издание официальное

Аммония молибдат (аммоний молибденовокислый) по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3, хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее.

Натрия карбонат (натрий углекислый) по ГОСТ 83.

Калия перманганат (калий марганцовокислый) по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 30 г/дм^3.

Натрия сульфит (натрий сернистокислый) безводный по ГОСТ 195.

Титан губчатый марки ТГ-100 по ГОСТ 17746.

1-амино-2-нафтол-4-сульфокислота по действующему нормативному документу.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428, предварительно прокаленный до постоянной массы при температуре 1273 К.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Восстановительный раствор: 30 г аскорбиновой кислоты или бисульфита натрия, 1 г сульфита натрия и 0,5 г 1-амино-2-нафтол-4-сульфокислоты растворяют в 175 см^3 воды и медленно нагревают до температуры (323±5) К. Раствор охлаждают, доливают водой до 200 см^3 и фильтруют; готовят перед применением.

Стандартные растворы кремния.

Раствор А: 0,21 г диоксида кремния сплавляют в платиновом тигле с 5 г карбида натрия при температуре (1223±20) К в течение 30 мин. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой чашке. Раствор охлаждают до комнатной температуры, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 3 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г кремния.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде с плотно закрывающейся полиэтиленовой крышкой.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г кремния.

Раствор В: 50 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 0,00005 г кремния.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой 0,5 г (при массовой доле кремния от 0,005 % до 0,02 %) и массой 0,2 г (при массовой доле кремния свыше 0,02 % до 0,12 %) помещают в полиэтиленовый сосуд вместимостью 250 см^3, приливают 40 см^3 воды, 5 см^3 фтористоводородной кислоты, накрывают полиэтиленовой крышкой и завинчивают. Сосуд помещают в кристаллизатор с водой, имеющей температуру (355±5) К, и выдерживают около 30—40 мин до полного растворения навески.

После полного растворения навески в раствор приливают 100 см^3 раствора борной кислоты, 50 см^3 воды и по каплям добавляют раствор перманганата калия до устойчивого розового цвета и еще 5 капель в избыток. Сосуд помещают на водяную баню на 90 мин для гидролитического осаждения титана, раствор с осадком периодически перемешивают.

Раствор с осадком охлаждают в холодной проточной воде до температуры (298±2) К, после чего приливают 10 см^3 раствора молибдата аммония, перемешивают и оставляют отстаиваться на 10 мин. Затем прибавляют 5 см^3 раствора винной кислоты и сразу же из бюретки 3 см^3 восстановительного раствора, перемешивают и отстаивают в течение 25 мин.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки, перемешивают, фильтруют через плотный сухой фильтр «синяя лента» в сухую коническую колбу вместимостью 100 см^3. Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 670 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм при массовой доле кремния от 0,005 % до 0,02 % и 10 мм — при массовой доле кремния свыше 0,02 % до 0,12 %.

Раствором сравнения служит вода.

Параллельно с анализом пробы проводят контрольный опыт. Оптическую плотность раствора контрольного опыта измеряют по отношению к воде и вычитают из оптической плотности раствора пробы.

Массовую долю кремния рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 При массовой доле кремния от 0,005 % до 0,02 % в шесть полиэтиленовых сосудов с

полиэтиленовыми завинчивающимися пробками вместимостью 250 см^3 помещают по 0,5 г губчатого титана с массовой долей кремния менее 0,005 %.

В пять из шести полиэтиленовых сосудов прибавляют 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010 г кремния. Во все сосуды приливают по 40 см^3 воды, по 5 см^3 фтористоводородной кислоты, плотно закрывают и завинчивают полиэтиленовыми пробками и далее поступают, как указано в 5.1.

Раствор шестого сосуда является раствором титана.

При массовой доле кремния свыше 0,02 % до 0,12 % в семь полиэтиленовых сосудов вместимостью 250 см^3 помещают по 0,2 г губчатого титана с содержанием кремния менее 0,005 %.

В шесть из семи полиэтиленовых сосудов прибавляют 0,8; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора В, что соответствует 0,00004; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025 г кремния. Во все сосуды приливают по 40 см^3 воды, по 5 см^3 фтористоводородной кислоты и далее поступают, как указано в 5.1.

Раствор седьмого сосуда является раствором титана.

Оптическую плотность раствора измеряют по отношению к воде.

По полученным значениям оптической плотности растворов титана с добавками стандартного раствора кремния, за вычетом оптической плотности раствора титана, и соответствующим массам кремния строят градуировочный график.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю кремния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

m — масса навески, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должно превышать значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля кремния	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0050 до 0,0200 включ.	0,0020	0,0026	0,0020
Св. 0,0200 » 0,0500 »	0,0090	0,0095	0,0075
» 0,050 » 0,150 »	0,020	0,022	0,018

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор В.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.28.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение кремния, фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 08.02.2000. Подписано в печать 17.03.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч. изд.л. 0,50.
Тираж 205 экз. С/Д 5729. Зак. 549.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru