МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения циркония

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 9853.12—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 циркония

Sponge titanium.
Method for determination of zirconium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения циркония в губчатом титане (при массовой доле циркония от 0,001 % до 1,0 %) по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании окрашенного в желто-красный цвет комплексного соединения циркония с ксиленоловым оранжевым в сернокислой среде и последующем измерении 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 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. 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 циркония определяют по двум навескам.

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

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная, разбавленная 1:4 и раствор молярной концентрации 0,5 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Трилон Б по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее X, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3, свежеприготовленный.

Издание официальное

Ксиленоловый оранжевый по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

Аммония хлорид (аммоний хлористый) по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой концентрации 250 г/дм³.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Циркония гипохлорит (циркония хлорокись) 8-водная по действующему нормативному документу.

Фильтр обеззоленный «красная лента» по действующему нормативному документу.

Стандартные растворы циркония.

Раствор А: 3,533 г гипохлорита циркония растворяют в 40 см³ концентрированной серной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г циркония.

Раствор Б: аликвотную часть 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором 0,5 моль/дм³ серной кислоты.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г циркония.

5 Порядок проведения измерений

5.1 При определении массовой доли циркония от 0,001 % до 0,1 %

Навеску массой 0,2—1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ или коническую колбу, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4) и ведут растворение при нагревании. После полного растворения навески пробы в раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, добавляют 2-3 капли избытка, упаривают раствор до появления паров серной кислоты и охлаждают.

Упаренный раствор в виде сиропа разбавляют горячей водой до объема 50 см³, добавляют 1—1,5 г хлорида аммония и, перемешивая, осаждают сумму полуторных оксидов раствором водного аммиака до явного устойчивого его запаха. После осаждения раствор охлаждают до теплого состояния и фильтруют через фильтр «красная лента». Осадок промывают горячей водой с добавлением нескольких капель аммиака.

С фильтра осадок переносят водой в стакан вместимостью 250 см³, вводят 4 см³ концентрированной серной кислоты и упаривают до появления легких паров серной кислоты.

Осадок растворяется при появлении паров серной кислоты. Полученный прозрачный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора согласно таблице 1 помещают в две мерные колбы вместимостью 50 см³, добавляют раствор серной кислоты в соответствии с таблицей 1, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты. К одной аликвотной части добавляют 0,5 см³ раствора трилона Б. В обе колбы с растворами добавляют по 1 см³ ксиленолового оранжевого, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Масса навески пробы, г	Аликвотная часть раствора, см³	Количество раствора серной кислоты (0,5 моль/дм³), см³
От 0,001 до 0,005 включ.	1,0	20	—
Св. 0,005 » 0,010 »	1,0	15	5
» 0,01 » 0,05 »	0,5	15	5
» 0,05 » 0,10 »	0,2	15	5
» 0,10 » 0,25 »	0,1	15	5
» 0,25 » 1,00 »	0,1	5	15

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 540 нм и толщине поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта с введением трилона Б.

5.2 При определении массовой доли циркония свыше 0,1 %

Навеску массой 0,1—0,2 г титана помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 18 см³ раствора серной кислоты (1:4) и ведут растворение при нагревании, поддерживая первоначальный объем добавлением воды. В полученный раствор по каплям добавляют азотную

кислоту до исчезновения фиолетовой окраски и раствор упаривают до появления паров серной кислоты. Упаренный раствор разбавляют небольшим количеством воды, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора согласно таблице 1 помещают в две мерные колбы вместимостью 50 см³, добавляют раствор серной кислоты в соответствии с таблицей 1, 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты. К одной аликвотной части добавляют 0,5 см³ раствора трилона Б. В обе колбы с растворами добавляют по 1 см³ ксиленолового оранжевого, доливают водой до метки и перемешивают. Далее поступают, как указано выше.

Массу циркония в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

5.3 Построение градуировочного графика

В восемь из девяти мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000025; 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00008 г циркония. Раствор девятой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах разбавляют до 20 см³ раствором серной кислоты с концентрацией 0,5 моль/дм³, добавляют 2 см³ аскорбиновой кислоты, 1 см³ раствора ксиленолового оранжевого, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 540 нм.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам циркония строят градуировочный график.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю циркония X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V}{m V_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

V — общий объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля циркония	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0004	0,0005	0,0004
Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0013	0,0015	0,0012
» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,004	0,003
» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,007	0,006
» 0,100 » 0,300 »	0,020	0,030	0,020
» 0,300 » 1,000 »	0,040	0,050	0,040

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

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок.

Добавками является стандартный раствор А.

8 Требования к квалификации

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

УДК 669.295:546.831.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение циркония, фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.02.2000. Подписано в печать 21.03.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 205 экз. С 4732. Зак. 247.

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