ГОСТ 851.9—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения титана

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

6-1*

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 80 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.9—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.9—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

Группа В59

ГОСТ 851.9—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения титана

Primary magnesium. Methods for determination of titanium

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения титана (при массовой доле титана от 0,0005 до 0,020 %) в первичном магнии.

При возникновении разногласий анализ проводят фотометрическим методом.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю титана определяют из двух параллельных навесок.

1.3 При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности или атомной абсорбции.

1.4 Допускаемые расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученные двумя методами, рассчитывают по ГОСТ 25086.

1.5 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт, указывают метод определения, а также метод и результаты контроля точности результатов анализа.

2 Фотометрический метод определения титана

2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в кислой среде золотисто-желтого комплексного соединения титана с диантипирилметаном и последующем измерении оптической плотности раствора.

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461.

Кислота серная — по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4 и 1:9.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая по Государственной фармакопее X, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

Медь сернокислая 5-водная — по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Калий пиросернокислый — по ГОСТ 7172.

Диантипирилметан — до ТУ 6—09—3835, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3 в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Диоксид титана — по ТУ 6—10—727.

Издание официальное

Титан марки ВТi-0— по ГОСТ 19807 или титан губчатый ТГ-90 — по ГОСТ 17746.

Стандартные растворы титана:

Раствор А: 0,167 г диоксида титана, предварительно прокаленного при температуре 1153—1193 К в течение 1 ч, смешивают с 3 г пиросернокислого калия и сплавляют в платиновом тигле при температуре 1063—1193 К до получения прозрачного плава.

Охлажденный плав выщелачивают при нагревании в 300 см³ раствора серной кислоты (1:9) в стакане вместимостью 500 см³ и наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг титана.

Раствор Б: 0,100 г титана растворяют в 20 см³ раствора серной кислоты (1:4) при нагревании. После полного растворения навески добавляют азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Затем раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 100 см³ раствора серной кислоты (1:9), переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают раствором серной кислоты (1:9) до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг титана.

Раствор В: 10 см³ раствора А или раствора Б наливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты 1 моль/дм³ до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг титана.

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают водой и осторожно, небольшими порциями добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1). После окончания бурной реакции стенки стакана обмывают водой и нагревают раствор до полного растворения навески. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют следующие растворы: 15 см³ соляной кислоты (1:1), 1 см³ аскорбиновой кислоты (массовая доля аскорбиновой кислоты должна быть не менее десятикратного количества ее по отношению к массовой доле железа), две капли раствора сернокислой меди, перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 10 см³ раствора диантипирилметана, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в девять из десяти мерных колб вместимостью 100 см³ наливают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100; 0,150; 0,200 мг титана, и доливают водой до 20 см³. Раствор десятой колбы является раствором контрольного опыта. Во все колбы наливают по 15 см³ раствора соляной кислоты (1:1), по 1 см³ аскорбиновой кислоты, по две капли раствора сернокислой меди и далее поступают, как указано в 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным данным оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4 Обработка результатов анализа

2.4.1 Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

m — масса навески, г.

2.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,002 »	0,0004	0,0006	0,0005
» 0,0020 » 0,005 »	0,0008	0,0012	0,0010
» 0,0050 » 0,010 »	0,0020	0,0030	0,0020
» 0,0100 » 0,020 »	0,0030	0,0040	0,0030

2.4.3 Контроль точности результатов анализа.

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному 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.

3 Атомно-абсорбционный метод определения титана

3.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции титана при длине волны 364,3 нм в электротермическом режиме атомизации. Определение проводят методом стандартных добавок.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, оснащенный графитовым атомизатором, с источником возбуждения спектральной линии титана.

Микрошприц вместимостью $20 \cdot 10^{-7}$ м^3 (20 мкл).

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Титан марки ВТ1-0 — по ГОСТ 19807 или титан губчатый ТГ-90 — по ГОСТ 17746.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

Стандартные растворы титана:

Раствор А: 1,000 г титана растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты при нагревании. После полного растворения навески раствор охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают раствором соляной кислоты до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг титана.

Раствор Б: 1 см^3 раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 5 мкг титана.

Раствор В: 2,5 см^3 раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора В содержит 12,5 мкг титана.

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навески массой по 0,25 г или 0,5 г помещают в шесть стаканов вместимостью 300 см^3. Потом их смачивают водой и добавляют в каждый стакан небольшими порциями по 5 или 10 см^3 раствора соляной кислоты. После полного растворения навесок растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 или 250 см^3 (таблица 2).

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Масса навески, г	Объем раствора соляной кислоты, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Стандартный раствор
От 0,0005 до 0,0040	0,50	10	100	Б
» 0,0025 » 0,0200	0,25	5	250	В

В пять из шести мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 $см^3$ стандартного раствора Б или В (см. таблицу 2), что соответствует массовой концентрации добавленного титана 0,025; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200 $мкг/см^3$.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в мерную колбу вместимостью 100 или 250 $см^3$ наливают 5 или 10 $см^3$ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают (см. таблицу 2).

Микрошприцем последовательно вводят в графитовую кювету раствор контрольного опыта, раствор пробы и в порядке возрастания концентрации титана растворы, содержащие добавки стандартного раствора титана. Измерение атомной абсорбции проводят в режиме:

тип атомизации — электротермический;
ток лампы, мА — 10;
длина волны, нм — 364,3;
ширина щели прибора, нм — 0,4;
температура сушки I стадии, К — 353—393;
II стадии, К — 393—473;
время сушки I стадии, с — 5;
II стадии, с — 5;
температура озоления I стадии, К — 473—1773;
II стадии, К — 1773—2573;
время озоления I стадии, с — 5;
II стадии, с — 5;
температура атомизации, К — 3023;
время атомизации, с — 4;
температура очистки, К — 3023;
время очистки, с — 2;
скорость аргона, $см^3/мин$ — 200.

Стадию атомизации проводят в токе аргона.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора титана, вычитают значение атомной абсорбции раствора пробы. По полученным данным разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям добавленного титана в $мкг/см^3$ строят градуировочный график, по которому находят массовую концентрацию титана в растворах контрольного опыта и пробы.

3.3.2 В том случае, когда прибор работает в автоматизированном режиме и проводится его градуировка, навески пробы массой по 0,25 г или 0,5 г (см. таблицу 2) помещают в четыре стакана вместимостью 300 $см^3$ и далее проводят растворение, как указано в 3.3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 или 250 $см^3$ (см. таблицу 2).

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 2,0; 4,0 $см^3$ стандартного раствора Б или В (см. таблицу 2), что соответствует массовой концентрации добавленного титана 0,025; 0,100; 0,200 $мкг/см^3$.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 3.3.1.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету раствор пробы, затем в порядке возрастания концентрации титана растворы, содержащие добавки стандартного раствора титана, и проводят градуировку прибора. Измерение атомной абсорбции проводят в режиме по 3.3.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и пробы, после чего проводят измерение атомной абсорбции титана в режиме по 3.3.1.

После каждых 4—5 измерений атомной абсорбции проводят очистку графитовой кюветы: микрошприцем вводят в нее воду и проводят процесс атомизации в режиме по 3.3.1.

3.4 Обработка результатов анализа

3.4.1 Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация титана в растворе пробы, $мкг/см^3$;

C_0 — массовая концентрация титана в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

3.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля титана, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,002 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0020 » 0,006 »	0,0007	0,0011	0,0009
» 0,0060 » 0,020 »	0,0020	0,0030	0,0020

3.4.3 Контроль точности результатов анализа

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.2; 3.2	ГОСТ 14261—77	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 17746—96	2.2; 3.2
ГОСТ 4165—78	2.2	ГОСТ 19807—91	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1; 1.4; 2.3.2; 2.4.3; 3.4.3
ГОСТ 4461—77	2.2	ТУ 6—09—3835—77	2.2
ГОСТ 6709—72	3.2	ТУ 6—10—727—78	2.2
ГОСТ 7172—76	2.2	Государственная фармакопея X	2.2
ГОСТ 10157—79	3.2		

gost.e-ecolog.ru