УДК 669.15'782—198 : 546.821.06 : 006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 13230.9—81

ФЕРРОСИЛИЦИЙ

Метод определения титана

Ferrosilicon. Method for the determination of titanium

Взамен
ГОСТ 13230.9—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 июня 1981 г. № 3028 срок действия установлен

с 01.01 1983 г.
до 01.01 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в ферросилиции (при массовой доле титана от 0,01 до 0,20%).

Метод основан на образовании комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет, в результате взаимодействия четырехвалентного титана с диантипирилметаном. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением аскорбиновой кислотой.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Отбор проб проводят по ГОСТ 20016—74 со следующим дополнением: лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 4 и 1 : 9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота аскорбиновая пищевая по ГОСТ 4815—76, свежеприготовленный 2%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Диантипирилметан, свежеприготовленный 1%-ный раствор: навеску реактива в количестве 10 г растворяют в 160 см^3 соляной кислоты и разбавляют до метки водой в мерной колбе вместимостью 1 дм^3. Для восстановления следов железа в раствор добавляют 1 г аскорбиновой кислоты.

Железо карбонильное, 2%-ный раствор: 10 г железа, не содержащего титан, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 200 см^3 соляной кислоты и растворяют навеску при нагревании. В процессе растворения осторожно прибавляют азотную кислоту до полного окисления железа, затем раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Двуокись титана пигментная по ГОСТ 9808—75.

Титан сернокислый, стандартные растворы.

Раствор А: 0,8338 г двуокиси титана помещают в платиновую или кварцевую чашку и сплавляют с 8—10 г пиросернокислого калия при 800—850°С. Плав растворяют на холоде в 400 см^3 серной кислоты (1 : 4) и оставляют на 12 ч при комнатной температуре.

Полученный раствор фильтруют через быстрофильтрующий фильтр в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. Фильтр промывают 3—4 раза серной кислотой (1 : 4). Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают.

Устанавливают массовую концентрацию раствора А: 20 см^3 стандартного раствора А сернокислого титана помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают при перемешивании раствор аммиака до pH раствора 8—9 по универсальному индикатору и затем еще 3—5 см^3 в избыток. Раствор с выпавшим осадком нагревают до кипения, переносят осадок на быстрофильтрующий фильтр и промывают 3—4 раза теплой водой, содержащей несколько капель раствора аммиака. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора А (C), выраженную в г/см^3 титана, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}5996}{V},$$

где m — масса осадка двуокиси титана, г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта на загрязнение реактивов, г;

0,5996 — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан;

V — объем аликвотной части раствора, см^3.

Массовая концентрация титана в растворе А равна 0,0005 г/см^3.

Раствор Б: 50 см^3 стандартного раствора А сернокислого титана помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки серной кислотой (1 : 9) и перемешивают.

Массовая концентрация титана в растворе Б равна 0,0001 г/см^3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферросилиция массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, осторожно приливают 10 см^3 фтористоводородной кислоты, а затем по каплям азотную кислоту до прекращения растворения навески и сверх этого еще 5 см^3 в избыток.

Чашку с раствором помещают на плиту, где полностью растворяют навеску при нагревании, приливают 40 см^3 серной кислоты (1 : 4) и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 мин.

Раствор охлаждают, обмывают стенки чашки водой и снова выпаривают раствор до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 мин. К охлажденному раствору приливают 30 см^3 воды и нагревают до полного растворения образовавшихся солей.

Содержимое чашки охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (при массовой доле титана до 0,10%) или в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (при массовой доле титана свыше 0,10%), доливают до метки водой и перемешивают. Если раствор мутный, его предварительно фильтруют.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см^3 вносят по 20 см^3 анализируемого раствора, по 10 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и выдерживают 5 мин для полного восстановления железа. Затем приливают по 10 см^3 соляной кислоты (1 : 1) и в одну из колб приливают 25 см^3 раствора диантипирилметана. Необходимо соблюдать порядок добавления реактивов.

Растворы в колбах разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром. Для ускорения выполнения анализа после прибавления 25 см^3 раствора диантипирилметана раствор можно нагреть в течение 10 мин, охладить, разбавить водой до метки и измерить оптическую плотность в указанных условиях.

В качестве раствора сравнения применяют раствор колбы без раствора диантипирилметана.

Содержание титана находят по градуировочному графику или методом сравнения по стандартным образцам ферросилиция, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб, вместимостью 100 см³ каждая, приливают по 40 см³ серной кислоты (1 : 4), по 1,5 см³ раствора железа. Затем в семь из восьми колб вводят 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000025; 0,000075; 0,000150; 0,000225; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г титана. В восьмую колбу стандартный раствор Б не вводят. Все растворы разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор восьмой колбы служит для проведения контрольного опыта.

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают по 20 см³ приготовленных разбавленных стандартных растворов, приливают по 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 5 мин для полного восстановления железа. Затем приливают по 10 см³ разбавленной соляной кислоты, по 25 см³ раствора диантипирилметана. Раствор в колбах разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 1 ч оптическую плотность окрашенных растворов измеряют как описано в п. 3.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта на загрязнение реактивов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана (X) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса титана, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Массовую долю титана (X_1) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot (D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где C — массовая доля титана в стандартном образце, %;

D — оптическая плотность раствора анализируемой пробы;

D_1 — оптическая плотность раствора стандартного образца;
D_2 — оптическая плотность раствора контрольного опыта на загрязнение реактивов.

4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,03	0,008
Св. 0,03 „ 0,05	0,01
„ 0,05 „ 0,10	0,015
„ 0,10 „ 0,20	0,02

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 — 2*а* (перед разд. 2):

«2а. *Фотометрический метод*

2а.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения, окрашенного в золотисто-желтый цвет, в результате ваимодействия четырехвалентного титана с диантипирилметаном. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением 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 диантипирилметана»;

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-ацетилена 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 колу. 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.)

Изменение № 2 ГОСТ 13230.9—81 Ферросилиций. Метод определения титана

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.02.87 № 279

Дата введения 01.01.88

Пункт 1.2. Заменить ссылку: ГОСТ 20016—74 на ГОСТ 24991—81.

Пункты 2.1, 5.3.1 после слов «платиновую чашку» дополнить словами: «или чашку из стеклоуглерода».

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 13230.9—81)

Пункт 2.2. Заменить слова: «2 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3» (2 раза), «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией 10 г/дм^3».

Пункты 4.3, 5.4.2 изложить в новой редакции: «Абсолютные расхождения результатов определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице».

(ИУС № 5 1987 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 13230.1—81 Ферросилиций. Методы определения кремния 3
ГОСТ 13230.2—81 Ферросилиций. Метод определения углерода 9
ГОСТ 13230.3—81 Ферросилиций. Методы определения серы . 13
ГОСТ 13230.4—81 Ферросилиций. Метод определения фосфора 22
ГОСТ 13230.5—81 Ферросилиций. Методы определения марганца 27
ГОСТ 13230.6—81 Ферросилиций. Методы определения хрома 37
ГОСТ 13230.7—81 Ферросилиций. Методы определения общего алюминия 46
ГОСТ 13230.8—81 Ферросилиций. Метод определения кальция 58
ГОСТ 13230.9—81 Ферросилиций. Метод определения титана 65

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *Г. М. Фролова*

Сдано в наб. 02.07.81 Подп. к печ. 12.11.81 4,5 п. л. 4,11 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1038

gost.e-ecolog.ru