УДК 669.295:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения железа

Sponge titanium.
Method for the determination of iron

ГОСТ 9853.2—79

Взамен ГОСТ 9853.2—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 августа 1979 г. № 3207 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.
до 01.01.1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения железа в губчатом титане (при массовой доле железа от 0,01 до 2,0%).

Метод основан на образовании оранжево-красного комплекса двухвалентного железа с ортофенантролином. Реакция проходит в слабокислой среде (pH 5) в присутствии титана, удерживаемого в растворе в виде комплекса с винной кислотой. В качестве восстановителя железа и окислителя титана применяют гидроксиламин солянокислый.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 9853.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметры ФЭК-56, ФЭК-Н-57 или ФЭК-60.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, кристаллическая.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, 10%-ный раствор.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Ортофенантролин 0,25%-ный водный раствор или 0,05%-ный раствор α, α′-дипиридила по ГОСТ 18129—72, который в условиях анализа образует с двухвалентным железом комплексное соединение, окрашенное в красный цвет.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, 25%-ный раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 20%-ный раствор.

Стандартные растворы железа А и Б.

Раствор А: 0,1 г металлического восстановленного железа или железа типа «Армко» растворяют в 30 мл соляной кислоты при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 мл раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 мл водой до метки.

1 мл раствора Б содержит 0,01 мг железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску титана массой 1 г помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 100 мл, приливают 20 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1, и по каплям 1—2 мл фтористоводородной кислоты. После растворения навески добавляют 1—2 г борной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 мл и разбавляют водой до метки.

Аликвотную часть раствора от 2 до 10 мл (в зависимости от содержания железа) переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют до 20 мл водой, приливают 3 мл раствора гидроксиламина, 5 мл раствора винной кислоты и нейтрализуют по бумаге конго 25%-ным раствором уксуснокислого натрия до перехода окраски бумаги конго из синей в сиреневую. После этого добавляют 1—2 мл раствора уксуснокислого натрия в избыток.

Нейтрализованный раствор разбавляют до 80 мл водой, приливают 10 мл раствора ортофенантролина, доводят до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 430 нм) в кювете с толщиной слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание железа рассчитывают по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 мл вводят из микробюретки 0,5; 1; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0 мл стандартного раствора Б, разбавляют водой до 20 мл, приливают 3 мл раствора гидроксиламина и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор, содержащий все реактивы,

кроме стандартного раствора железа. По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа в процентах находят по градуировочному графику.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка и результатов анализов проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного слитка, %	Абсолютные допустимые расхождения между результатами анализа проб двух слитков, %
От 0,01 до 0,03	0,008	0,01
Св. 0,03 » 0,06	0,018	0,025
» 0,06 » 0,07	0,020	0,030
» 0,07 » 0,09	0,025	0,035
» 0,09 » 0,11	0,030	0,040
» 0,11 » 0,13	0,035	0,045
» 0,13 » 0,20	0,050	0,080
» 0,20 » 0,60	0,070	0,090
» 0,60 » 1,20	0,100	0,120
» 1,20 » 2,00	0,140	0,200

4.3. Для проверки правильности результатов анализа применяют стандартный образец, утвержденный в установленном порядке.

Анализ стандартного образца выполняют в двух параллельных определениях один раз в смену.

Результаты анализа считают правильными, если разность полученных значений не превышает абсолютных допускаемых расхождений, указанных в таблице, а среднее значение полученных результатов анализа отличается от содержаний определяемого элемента в стандартном образце не более, чем на половину допускаемых расхождений.

Изменение № 1 ГОСТ 9853.2—79 Титан губчатый. Метод определения железа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.06.85 № 1688 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименование стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9853.0—79 на ГОСТ 9853.1—79.

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.2—79)

Раздел 2 Шестой абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 18129—72»; заменить ссылки: ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78, ГОСТ 5456—65 на ГОСТ 5456—79.

Разделы 2, 3 Заменить единицу измерения. мл на $см^3$.

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова: «утвержденный в установленном порядке» на «состава титана металлического ГСО № 1496—78».

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.2—79 Титан губчатый. Метод определения железа

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

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Колориметр концентрационный фотометрический типа КФК-2 или КФК-2МП или спектрофотометр типа СФ-46, или аналогичные приборы»;

пятый абзац. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией солянокислого гидроксиламина 100 г/дм^3»;

шестой абзац. Заменить слова: «Ортофенантролин 0,25 %-ный водный раствор или 0,05 %-ный раствор α, α'-дипиридила» на «Ортофенантролин, раствор с массовой концентрацией ортофенантролина 2,5 г/дм^3 или α, α'-дипиридил, раствор с массовой концентрацией α, α'-дипиридила 0,5 г/дм^3»;

седьмой абзац. Заменить слова: «25 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией уксуснокислого натрия 250 г/дм^3»;

восьмой абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой концентрацией винной кислоты 200 г/дм^3».

Пункт 3.1 Третий абзац после слова «ортофенантролина» дополнить словами: «или 10 см^3 раствора α, α'-дипиридила»;

заменить слова: «на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 430 нм)» на «на приборе с синим светофильтром (область светопропускания 490—540 нм в случае применения ортофенантролина и 510—540 нм в случае применения α, α'-дипиридила)».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений проб одного слитка и результатами анализа проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

(Продолжение см. с. 110)

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, %	Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %
От 0,010 до 0,030 включ.	0,004	0,008
Св. 0,030 » 0,100 »	0,015	0,030
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,04
» 0,30 » 1,00 »	0,05	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,14	0,20

Расхождения между результатами двух параллельных определений одной пробы и результатами анализа двух проб из неплавленного губчатого титана при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений одной пробы, %	Допускаемые расхождения результатов анализа двух проб, %
От 0,20 до 0,60 включ.	0,10	0,15
Св. 0,60 » 2,00 »	0,20	0,25

Пункт 4.3. Первый абзац. Заменить слова и обозначение: «правильности» на «точности»; ГСО № 1496—78 на ГСО № 1496—86 П;

(Продолжение см. с. 111)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.2—79)

дополнить абзацем (после первого): «Для проверки точности результатов анализа допускается применение стандартных образцов любой категории, близких по химическому составу к анализируемому материалу и аттестованных в со-

(Продолжение см с 112)

ответствии с ГОСТ 8.315—78, а также любого другого метода, предусмотренного ГОСТ 25086—87»;

третий абзац исключить.

(ИУС № 11 1990 г).

gost.e-ecolog.ru