МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения хрома

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 9853.19—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 2
7 Допустимая погрешность измерений 3
8 Требования к квалификации 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения хрома

Sponge titanium.
Method for determination of chrome

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения хрома (при массовой доле хрома от 0,003 % до 0,2 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на окислении хрома до шестивалентного состояния надсульфатом аммония в присутствии нитрата серебра, образовании комплексного соединения хрома с дифенилкарбазидом 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 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20478—75 Аммоний надсернокислый. 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 хрома определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:19.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Издание официальное

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Серебра нитрат (серебро азотнокислое) по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Аммония пероксодисульфат (аммоний надсернокислый) по ГОСТ 20478, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3, свежеприготовленный.

Дифенилкарбазид по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 2,5 г/дм^3. Готовят растворением 0,125 г дифенилкарбазида в 50 см^3 этанола. Допускается использование в качестве растворителя смеси ацетона и воды (1:1).

Калия бихромат (калий двухромовокислый) по ГОСТ 4220, перекристаллизованный и высушенный.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы хрома.

Раствор А: 2,83 г перекристаллизованного и высушенного бихромата калия растворяют в 400 см^3 воды, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 12 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г хрома.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000005 г хрома.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 0,5—1,0 г помещают в стакан вместимостью 500—600 см^3, приливают 160 см^3 воды, 25 см^3 раствора серной кислоты (1:1) и ведут растворение при нагревании. После полного растворения навески к раствору по каплям добавляют азотную кислоту до обесцвечивания раствора, после чего добавляют еще 2-3 капли избытка. Раствор упаривают до появления густых паров серного ангидрида, охлаждают и разбавляют водой до 300 см^3.

Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см^3 раствора нитрата серебра, 20 см^3 раствора пероксодисульфата аммония и кипятят в течение 20 мин (до разложения избытка пероксодисульфата аммония). Если при кипячении сохраняется устойчивый розовый цвет раствора за счет присутствия марганца в пробе, добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты (1:3) и кипятят 10 мин. Если раствор не обесцветился, добавляют еще 2 см^3 раствора соляной кислоты (1:3).

Содержимое стакана охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки, перемешивают и оставляют отстаиваться осадку хлорида серебра на 30—40 мин.

Аликвотную часть раствора 25 см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, разбавляют водой до объема примерно 40 см^3, добавляют 3 см^3 раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 580 нм толщиной поглощающего слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массовую долю хрома в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 0,3; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0000015; 0,0000050; 0,000010; 0,000015; 0,000025; 0,000040; 0,000050 г хрома. Во все восемь мерных колб приливают 25 см^3 раствора серной кислоты (1:19), растворы разбавляют водой до объема 40 см^3. Раствор восьмой колбы является раствором контрольного опыта и служит в качестве раствора сравнения. Во все колбы добавляют 3 см^3 раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают. Далее поступают, как указано в 5.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю хрома X, %, вычисляют по формуле

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

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

V — общий объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см^3.

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 1.

Таблица 1

Массовая доля хрома	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0030 до 0,0120 включ.	0,0006	0,0009	0,0007
Св. 0,012 » 0,030 »	0,002	0,003	0,002
» 0,030 » 0,120 »	0,004	0,006	0,004
» 0,120 » 0,200 »	0,010	0,010	0,008

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 А.

8 Требования к квалификации

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

УДК 669.295:546.76.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение хрома, фотометрический метод

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *Н.С.Гришанова*
Корректор *А.С.Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 12.04.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 204 экз. С 4854. Зак. 318.

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