МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения железа

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 9853.2—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 9853.2—79

© 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 железа

Sponge titanium
Method for determination of iron content

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа (при массовой доле железа от 0,002 % до 2,0 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-красный цвет комплексного соединения двухвалентного железа с *о*-фенантролином или 2,2′-дипиридилом в слабокислой среде в присутствии титана, удерживаемого в растворе в виде комплексного соединения с винной кислотой, с последующим определением 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 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная Технические условия

ГОСТ 9656—75 Кислота борная Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная Технические условия

ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты Технические условия

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 железа определяют по двум навескам

3 4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов трех измерений

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или фотоэлектрический колориметр типа КФК или аналогичный прибор

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1 1

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, разбавленная 3 1

Издание официальное

Кислота борная по ГОСТ 9656, кристаллическая.

Гидроксиламина гидрохлорид (гидроксиламин солянокислый) по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

о-фенантролина сульфат (*о*-фенантролин сернокислый), раствор массовой концентрации 2,5 г/дм^3.

2,2′-дипиридил, раствор массовой концентрации 0,5 г/дм^3: 0,05 г 2,2′-дипиридила растворяют в 100 см^3 воды с добавлением 0,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Натрия ацетат (натрий уксуснокислый) 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 250 г/дм^3.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Железо металлическое восстановленное по действующему нормативному документу или железо карбонильное и радиотехническое по ГОСТ 13610.

Индикаторная бумага конго по действующему нормативному документу.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,100 г железа растворяют в 30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор годен к применению в течение 3 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г железа.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску предварительно отмагниченной пробы массой 0,5—1,5 г помещают в полиэтиленовый стакан вместимостью 100—150 см^3, приливают 30 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), добавляют 1-2 капли фтористоводородной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и ведут растворение.

После растворения навески добавляют 1-2 г борной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью согласно таблице 1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы (*при разбавлении*), см^3	Аликвотная часть раствора, см^3
От 0,002 до 0,012 включ.	1,5	100	20
Св. 0,012 » 0,100 »	1,0	100	5
» 0,10 » 1,00 »	1,0	200	5
» 1,0 » 2,0 »	0,5	200	2

Аликвотную часть раствора согласно таблице 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до 20 см^3 водой, приливают 3 см^3 раствора гидроксиламина, 5 см^3 раствора винной кислоты. Раствор нейтрализуют по бумаге конго раствором ацетата натрия до перехода окраски бумаги конго из синей в сиреневую, после чего приливают избыток 1-2 см^3 раствора, добавляют 10 см^3 раствора *о*-фенантролина (или 10 см^3 раствора 2,2 -дипиридила), доливают водой до метки и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм (с *о*-фенантролином) или 540 нм (с дипиридилом) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массовую долю железа в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 Построение градуировочного графика

5.2.1 Для построения градуировочного графика при массовой доле железа от 0,002 % до 0,13 % в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3

стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,000015; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г железа. Раствор восьмой колбы является раствором контрольного опыта.

5.2.2 Для построения градуировочного графика при массовой доле железа от 0,13 % до 2,0 % в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 $см^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 г железа. Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах разбавляют водой примерно до 20 $см^3$, добавляют 3 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, 5 $см^3$ раствора винной кислоты и далее поступают, как указано в 5.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю железа X, %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса железа 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 двух 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 железа	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0015	0,0020	0,0016
Св. 0,005 » 0,010 »	0,003	0,004	0,003
» 0,010 » 0,030 »	0,008	0,009	0,007
» 0,030 » 0,060 »	0,016	0,025	0,020
» 0,060 » 0,070 »	0,020	0,030	0,024
» 0,070 » 0,090 »	0,025	0,035	0,028
» 0,090 » 0,110 »	0,030	0,040	0,032
» 0,110 » 0,130 »	0,035	0,045	0,035
» 0,130 » 0,200 »	0,050	0,080	0,063
» 0,200 » 0,600 »	0,070	0,090	0,071
» 0,600 » 1,200 »	0,100	0,120	0,095
» 1,20 » 2,00 »	0,14	0,20	0,16

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 669.295:546.72.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение железа, фотометрический метод

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *В С Черная*
Компьютерная верстка *С В Рябовой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 08 02 2000 Подписано в печать 21 03 2000 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,57
Тираж 209 экз С 4733 Зак 249

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