

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 9853.0-79 — ГОСТ 9853.6-79

Издание официальное

Цена 15 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. И. Бойко, Н. Н. Стремилова, И. А. Грикит, А. Д. Кульков, Г. Е. Комиссаренко, А. К. Огнева, В. Ф. Брагина, Е. Г. Галушко, Н. П. Синяева, А. М. Вассерман, И. М. Карповский, Ю. А. Сериков, Л. М. Гуревич

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Зам. министра **В. С. Устинов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 августа 1979 г. № 3207

© Издательство стандартов, 1979

УДК 669.295:546.17.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения азота

Sponge titanium.
Method for the determination of nitrogen

ГОСТ 9853.1—79

Взамен ГОСТ 9853.1—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 объемный метод определения азота в губчатом титане (при массовой доле азота от 0,005 до 0,4%).

Метод основан на растворении титана в серной и фтористоводородной кислотах в результате чего в растворе образуются аммонийные соли. Последние разлагаются гидроокисью натрия с выделением аммиака, который поглощается слабокислым раствором индикатора Таширо и титруется раствором серной кислоты.

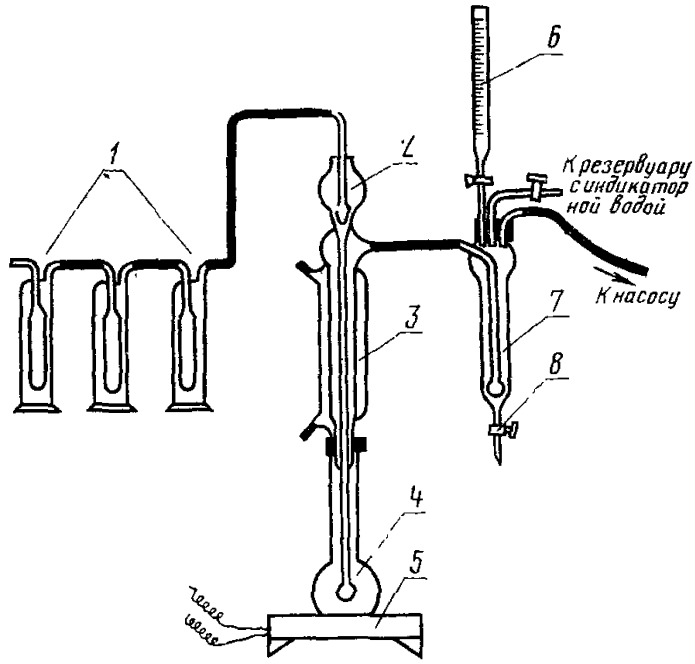
1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

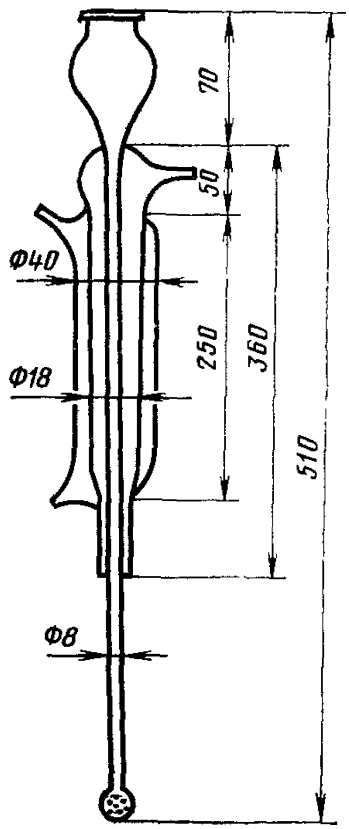
2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для определения содержания азота (черт. 1) состоит из: промывных склянок *1,* заполненных на $^1/_3$ серной кислотой, разбавленной 1:1; воронки *2* с гидравлическим затвором; холодильника *3* (черт. 2); колбы типа Къельдаля *4* вместимостью 250 мл; колбонагревателя *5;* микробюретки *6* вместимостью 5 мл; сосуда для поглощения и титрования аммиака *7* (черт. 3); крана для слива *8.*

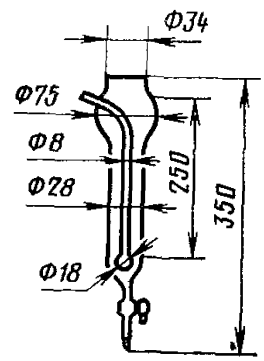
Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**



Черт. 1



Черт. 2



Черт. 3

Колба коническая вместимостью 250 мл с пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором, служащая для разложения навески.

Прибор электронагревательный со слабым нагревом закрытого типа.

Насос, обеспечивающий просасывание воздуха через систему со скоростью около 0,05 л/с.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4 и 0,005 н. раствор.

Титр раствора серной кислоты устанавливают по фиксаналу или по стандартному образцу титана, близкому по химическому составу и содержанию азота к анализируемой пробе титана и проведенному через все стадии анализа.

Титр раствора серной кислоты (T), выраженный в г/мл азота, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot m_1}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где

m — массовая доля азота в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

V — объем титрованного раствора серной кислоты, израсходованный на титрование стандартного образца, мл;

V_1 — объем титрованного раствора серной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл.

1 мл 0,005 н. раствора серной кислоты соответствует 0,00007 г азота.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—73, разбавленная 1:5.

Калий хлорнокислый, предварительно прокаленный при температуре 723—773 К.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78.

Цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989—75.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 40%-ный раствор: 1200 г гидроокиси натрия засыпают в колбу, добавляют 10 гранул металлического цинка и 10—15 г сернокислой меди, добавляют 2 л воды, перемешивают и кипятят в течение 40 мин на слабом огне, после чего охлаждают, доливают до 3 л водой и фильтруют раствор через стеклянную вату. Полученный раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой таре. Раствор гидроокиси натрия не следует готовить в количестве, превышающем шестидневный запас.

Метиловый красный по ГОСТ 5853—51.

Метиловый синий.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Индикатор Таширо: в 100 мл этилового спирта растворяют 0,06 г метилового красного и 0,04 г метилового синего.

Для приготовления 2 л индикаторной воды 10 мл индикатора Таширо разбавляют до 2 л водой и хранят в плотно закрытой темной склянке.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка пробы к анализу

Анализируемую пробу перед началом работы очищают от возможных загрязнений. Для этого титановую стружку промывают этиловым спиртом и высушивают.

3.2. Подготовка установки

Стеклянную часть установки промывают горячим паром: в реакционную колбу наливают 200 мл воды, в сосуд для поглощения аммиака и титрования наливают 15—20 мл индикаторной воды, включают насос и нагревают.

Если на нейтрализацию 100 мл дистиллята расходуется 0,4—0,6 мл 0,005 н. раствора серной кислоты, то аппаратуру считают готовой к работе.

Нагрев и насос выключают, удаляют воду из реакционной колбы и раствор индикатора из сосуда для поглощения аммиака.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску титана массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 30 мл серной кислоты, разбавленной 1:4, и 5 мл фтористоводородной кислоты, разбавленной 1:5, затем закрывают ее пришлифованной пробкой с гидравлическим затвором (черт. 4), в резервуар которого предварительно наливают 1—2 мл серной кислоты, разбавленной 1:4.

Анализируемую пробу растворяют сначала без нагревания, а затем при умеренном нагревании. Если на дне колбы имеются темные частички нерастворившегося остатка, который может содержать нитриды и карбонитриды, то раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают и добавляют 1 г хлорнокислого калия; после чего снова нагревают до выделения белого дыма.

Колбу с раствором охлаждают, раствор из резервуара гидравлического затвора присоединяют к основному и затвор обмывают 2—3 раза водой.

В поглотитель наливают 15—20 мл индикаторной воды, включают насос и подают воду и холодильник.

В реакционную колбу через воронку вливают 50 мл 40%-ного раствора гидроокиси натрия и анализируемый раствор, обмывают

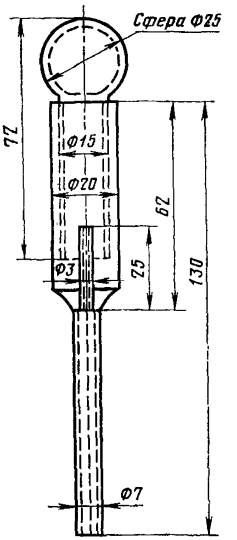
колбу и стенки воронки небольшими порциями воды и включают нагрев.

По мере дистилляции аммиака и поглощения его индикаторной водой ведут титрование 0,005 н. раствором серной кислоты до восстановления первоначальной слабой фиолетово-красной окраски индикаторной воды. Индикаторная вода имеет фиолетово-красный цвет в кислой среде и зеленый — в щелочной. Чтобы избежать перетитрования, кислоту следует добавлять по каплям. Если индикаторная вода сохраняет слабый фиолетово-красный цвет в течение 3—5 мин, дистилляцию заканчивают.

По количеству 0,005 н. раствора серной кислоты, израсходованному на титрование, рассчитывают содержание азота в анализируемой пробе.

Одновременно проводят контрольный опыт на содержание азота в реактивах.

Определение содержания азота должно проводиться в помещении, в котором не ведется никакой работы с аммиаком и другими соединениями азота.



Черт. 4

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю азота (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,005 н. раствора серной кислоты, израсходованный на титрование анализируемой пробы, мл;

V_1 — объем 0,005 н. раствора серной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

T — титр 0,005 н. раствора серной кислоты в пересчете на азот;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

5.2. 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 азота, %	Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, %	Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа проб двух слитков, %
От 0,005 до 0,01	0,002	0,005
Св. 0,01 » 0,02	0,005	0,010
» 0,02 » 0,05	0,007	0,012
» 0,05 » 0,10	0,009	0,018
» 0,10 » 0,20	0,020	0,040
» 0,20 » 0,40	0,040	0,060

5.3. 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 между полученными значениями не превышает абсолютных допускаемых расхождений, указанных в таблице, а среднее значение полученных результатов анализа отличается от содержания определяемого элемента в стандартном образце не более чем на половину допускаемых расхождений.

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота

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

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—81.

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780—79.

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Одновременно проводят не менее двух контрольных опытов».

Раздел 2. Заменить слова и ссылку: «метиловый синий» на «метиленовый голубой» (2 раза); ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78; исключить ссылку: ГОСТ 5853—51.

Пункт 5.3. Первый абзац. Заменить слова: «утвержденный в установленном порядке» на «состава титана металлического ГСО № 1496—78».

Разделы 2—4. Заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.10.87 № 3995

Дата введения 01.03.88

Пункт 1.1 дополнить абзацем (после второго): «Допускается применение другой аппаратуры, материалов и реактивов при условии получения точности анализа не ниже указанной в стандарте».

Раздел 2. Пятый абзац. Заменить слова: «0,005 н. раствор» на «раствор концентрации *c* (1/2 H_2SO_4) равной 0,005 моль/дм³ (0,005 н.)»;

шестой, седьмой абзацы. Заменить слово: «Титр» на «Массовую концентрацию»;

седьмой абзац. Заменить единицу: г/мл на г/см³;

(Продолжение см. с. 96)

заменить слова: «0,005 н. раствор серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ равной 0,005 моль/дм^3»;

исключить ссылку: «по ГОСТ 989—75».

Пункт 3.2. Заменить слова: «0,005 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ равной 0,005 моль/дм^3».

Пункт 4.1. Заменить слова: «По количеству 0,005 н. раствора серной кислоты» на «По объему серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ равной 0,005 моль/дм^3».

Пункт 5.1. Заменить слова: «0,005 н. раствора серной кислоты» на «раствора серной кислоты концентрации c $(1/2\ H_2SO_4)$ равной 0,005 моль /дм^3» (3 раза).

(ИУС № 1 1988 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота

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

Пункт 1.1. Четвертый абзац. Заменить слова. «Одновременно проводят» на «Одновременно в начале смены проводят».

Раздел 2. Второй абзац. Исключить слова: «пришлифованной пробкой с гидравлическим»,

седьмой абзац. Формулу дополнить номером: (1);

двенадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 989—75;

шестнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 108)

Пункт 3.1. Первый абзац перед словом «Анализируемую» дополнить словами: «При необходимости».

Пункт 3 2 дополнить абзацем (после первого): «Подготовку индикаторной воды к работе производят путем добавки раствора серной кислоты концентрации *с* (1/2 H_2SO_4), равной 0,005 моль/дм³ до изменения окраски от зеленой до фиолетово-красной»;

заменить значения: 0,4—0,6 см³ на 0,8—1,2 см³.

Пункт 4.1. Первый абзац после значения 1:4 дополнить словами: «(или 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1)»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Анализируемую пробу растворяют сначала без нагревания, а затем при умеренном нагревании до полного растворения пробы»;

четвертый абзац. Заменить значения: 15—20 на 20—30;

(Продолжение см. с. 109)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)

шестой абзац. Заменить слова: «0,005 н. раствором» на «раствором серной кислоты концентрации *с* (1/2 H_2SO_4), равной 0,005 моль/дм³».

Пункт 5.1. Формулу дополнить номером: (2).

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5 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 таблице.

Массовая доля азота, %	Допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, %	Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %
От 0,005 до 0,010 включ	0,002	0,005
Св. 0,010 » 0,020 »	0,005	0,010
» 0,020 » 0,050 »	0,007	0,012
» 0,050 » 0,100 »	0,009	0,018
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,04
» 0,20 » 0,40 »	0,04	0,06

(Продолжение см. с. 110)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.1—79)

Пункт 5.3. Заменить слова и обозначение: «правильности» на «точности» ГСО № 1496—78 на ГСО № 1496—86П;

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 соответствии с ГОСТ 8.315—78»;

третий абзац исключить.

(ИУС № 11 1990 г)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 9853.0—79 Титан губчатый. Общие требования к методам анализа 3

ГОСТ 9853.1—79 Титан губчатый. Метод определения азота . 5

ГОСТ 9853.2—79 Титан губчатый. Метод определения железа . 11

ГОСТ 9853.3—79 Титан губчатый. Методы определения углерода . 14

ГОСТ 9853.4—79 Титан губчатый. Методы определения хлора . . 24

ГОСТ 9853.5—79 Титан губчатый. Методы определения кислорода . 30

ГОСТ 9853.6—79 Титан губчатый. Спектральный метод определения кремния, железа и никеля 40

Редактор *С. И. Бобарыкин*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М. Н. Гринвальд*

Сдано в набор 19.09.79 Подп. в печ 05.11.79 2,75 п. л. 2,63 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 15 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2603

gost.e-ecolog.ru