Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения титана

ГОСТ 23862.19—79

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of titanium

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения титана (от $5 \cdot 10^{-5}$ % до $1{,}5 \cdot 10^{-2}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на экстракции хлороформом тройного комплекса титан-диантипирилметан-хлорид олова из солянокислых растворов с последующим измерением оптической плотности экстракта на фотоэлектроколориметре.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.
Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до 900 °С.
Плитка электрическая.
Чашка платиновая или кварцевая вместимостью 100 $см^3$.
Тигли кварцевые (или платиновые) вместимостью 40—50 $см^3$.
Цилиндры мерные вместимостью 10, 20 и 50 $см^3$.
Колбы мерные вместимостью 200 и 1000 $см^3$.
Пипетки вместимостью 1, 5, 10 и 15 $см^3$.
Колбы конические вместимостью 100 $см^3$.
Стаканы стеклянные вместимостью 100 $см^3$.
Воронки конические.
Фильтры «красная лента».
Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76, ч. д. а.
Диантипирилметан, ч. д. а., раствор с концентрацией 20 $г/дм^3$ в 2 $моль/дм^3$ соляной кислоте.
Олово двухлористое по НТД, ч., раствор с концентрацией 200 $г/дм^3$ в 2 $моль/дм^3$ соляной кислоте.
Хлороформ, ч. д. а.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, 12; 6; 4 и 2 моль/дм^3 растворы.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, ч. д. а., раствор с концентрацией 150 г/дм^3.

Вода деионизованная.

Титана двуокись, ч. д. а.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см^3 титана: навеску двуокиси титана массой 0,3336 г помещают в платиновую или кварцевую чашку вместимостью 100 см^3, прибавляют 4 г пиросульфата калия, помещают чашку в муфельную печь и сплавляют смесь при 800—900 °С до получения прозрачного плава. Охлажденный плав растворяют в 60 см^3 раствора винной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 и доводят объем до метки водой.

Раствор титана (рабочий), содержащий 1 мкг/см^3 титана, готовят разбавлением 1 см^3 стандартного раствора титана (1 мг/см^3) в 1000 раз раствором 4 моль/дм^3 соляной кислоты.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1—3,0 г (в зависимости от содержания титана) помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 6 моль/дм^3 соляной кислоты и растворяют при нагревании. После остывания раствор фильтруют через фильтр «красная лента», промывают фильтр 10 см^3 6 моль/дм^3 соляной кислоты, затем 25 см^3 воды. Полученный фильтрат 1 сохраняют. Фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель вместимостью 50 см^3, высушивают на электроплитке и сжигают в муфельной печи. К осадку в тигле прибавляют 0,5 г пиросульфата калия и сплавляют при 600—700 °С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают и растворяют в фильтрате 1. Тигель отмывают 5—7 см^3 воды, присоединяя ее к полученному раствору. К раствору приливают 15 см^3 раствора диантипирилметана и далее поступают как при построении градуировочного графика.

Одновременно с анализом пробы через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Полученное значение оптической плотности вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Оптическая плотность раствора не должна превышать 0,10; в противном случае меняют реактивы.

Массу титана в пробе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью 100 см^3 вводят по 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0 см^3 рабочего раствора (содержащего 1 мкг/см^3 титана), приливают по 15 см^3 раствора диантипирилметана и доводят объем до 50 см^3 2 моль/дм^3 раствором соляной кислоты. Через 20—30 мин растворы переводят в делительные воронки вместимостью 150 см^3, приливают 30 см^3 раствора двухлористого олова, 15 см^3 хлороформа и экстрагируют титан, встряхивая воронки в течение 1 мин. После расслаивания жидкостей органический слой фильтруют через сухой фильтр «красная лента» в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм и измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при λ_{max} ϑ 400 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

В один из стаканов вводят все реактивы, кроме раствора титана (нулевой раствор). Оптическая плотность нулевого раствора не должна превышать 0,05; в противном случае меняют реактивы. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из значений оптических плотностей стандартных растворов.

Определение повторяют не менее пяти раз.

По найденным средним значениям оптических плотностей и соответствующим им массам титана строят градуировочный график, нанося на оси ординат значение оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу титана в микрограммах.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса титана, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

4.2. Расхождение результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Допускаемое расхождение, %
$5 \cdot 10^{-5}$	$2{,}5 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-4}$	$1{,}0 \cdot 10^{-4}$
$1{,}5 \cdot 10^{-2}$	$0{,}5 \cdot 10^{-2}$

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru