Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

АЛЮМИНИЙ

Метод определения титана

Aluminium.
Method for determination of titanium

ГОСТ 12697.10—77

Взамен ГОСТ 12706—67 в части разд. 2

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в алюминии (при массовой доле титана от 0,0003 до 0,2 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантинпирилметаном. Трехвалентное железо восстанавливают аскорбиновой кислотой.

Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 385$ нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Весы лабораторные технические ВЛТ-200 4-го класса точности с ценой деления 0,01 г или аналогичного типа.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1000 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 моль/дм^3 раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 6 и 0,5 моль/дм^3 раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Железо, не содержащее титана, полученное карбонильным способом.

Раствор хлорного железа с массовой долей 0,1 %; готовят следующим образом: 0,5 г железа растворяют в соляной кислоте, окисляют несколькими каплями азотной кислоты при нагревании и разбавляют водой до 500 см^3.

Диантинпирилметан, раствор с массовой долей 5 % в растворе 1 моль/дм^3 соляной кислоты, для ускорения растворения или при выпадении кристаллического осадка раствор нагревают до 40—50 °С. Для стабилизации раствора к нему добавляют 3—5 г аскорбиновой кислоты, раствор хранят в сосуде темного цвета.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1980 г., ноябре 1985 г., мае 1988 г. (ИУС 3—81, 2—86, 8—88).

gost.e-ecolog.ru

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 2 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 20 и 2 %. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой долей 5 %.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Титана диоксид.

Растворы титана стандартные.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1670 г прокаленного при 900 °С диоксида титана сплавляют с двадцатикратным количеством пиросернокислого калия до получения прозрачного плава в платиновом тигле. Плав выщелачивают при нагревании 100 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Затем приливают 100 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1 г титана растворяют в 20 см^3 раствора серной кислоты 1 : 4, после растворения окисляют концентрированной азотной кислотой, добавляемой по каплям, раствор выпаривают до паров серного ангидрида. Затем растворяют в воде, добавляют 100 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1 и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, содержащую 100 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1, и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг титана (Ti).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 50 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают серной кислотой, разбавленной 1 : 6, до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг титана (Ti).

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 0,2 %.

Титан металлический.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску алюминия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и накрывают часовым стеклом. После окончания бурной реакции обмывают стекло и стенки стакана горячей водой и нагревают до растворения навески. В случае медленного растворения алюминия в стакан добавляют 1 см^3 раствора хлористого никеля.

После охлаждения содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую 20 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Если раствор не совсем прозрачный, то перед переведением в мерную колбу раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан, содержащий 4 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1, промывая фильтр и стакан несколько раз горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000 °С. После охлаждения к остатку добавляют 2 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1, 3—5 см^3 фтористоводородной кислоты и 3—4 капли концентрированной азотной кислоты, выпаривают, прокаливают и остаток сплавляют с 0,5—1 г пиросульфата калия при 800 °С до получения прозрачного плава. После охлаждения выщелачивают сплав 5 см^3 раствора серной кислоты 1 : 6 при нагревании. Содержимое тигля приливают к фильтрату, смывая небольшим количеством воды, затем упаривают фильтрат до объема 30—40 см^3.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую 15 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5—50 см^3 раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли титана в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и разбавляют водой до 50 см^3. Затем приливают при перемешивании 15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5 см^3 аскорбиновой кислоты, 2 капли раствора сернокислой меди и через 5 мин 10 см^3 раствора диантипирилметана, разбавляют раствор до метки водой и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Для этого 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают в стакане до 5—10 см³, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают аликвотную часть раствора, соответствующую аликвотной части исследуемого раствора, в мерную колбу вместимостью 100 см³ и проводят анализ, как указано выше.

Массу титана определяют по градуировочному графику 1, учитывая поправку контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Для определения титана в алюминии высокой чистоты навеску алюминия массой 3 г растворяют в 50 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 % в стакане вместимостью 400 см³, покрытом часовым стеклом.

По окончании бурной реакции стекло и стенки стакана обмывают горячей водой и нагревают до растворения навески. Затем приливают 100 см³ горячей воды, 3 см³ раствора хлорного железа, перемешивают и нагревают до коагуляции осадка. Горячий раствор фильтруют через фильтр «белая лента», осадок промывают три раза горячим раствором гидроксида натрия с массовой долей 2 % и два—три раза водой. Затем смывают осадок с фильтра водой в стакане вместимостью 100 см³, промывают фильтр 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 4, собирая раствор в стакан с осадком, и промывают фильтр два—три раза горячей водой. После этого прибавляют 10 капель азотной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Если остаток в стакане окрашен в желтый цвет, добавляют по каплям азотную кислоту до его обесцвечивания, обмывают стенки стакана водой и выпаривают до появления паров серной кислоты.

После охлаждения к остатку приливают 5 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 6, и нагревают до растворения остатка. После охлаждения переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см³, приливают 3 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 2 капли раствора сернокислой меди и через 5 мин 5 см³ раствора диантипирилметана, разбавляют до метки серной кислотой, разбавленной 1 : 6, и перемешивают. Измерение оптической плотности производят, как указано в п. 3.1.

Одновременно проводят контрольный опыт.

Массу титана определяют по градуировочному графику 2, учитывая поправку контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. Построение градуировочных графиков

3.3.1. *График 1*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 0; 1; 2; 4; 6; 8; 10; 15 и 20 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100; 0,150 и 0,200 мг титана, добавляют по 2 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и разбавляют водой до 50 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам титана строят градуировочный график 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. *График 2*

В мерные колбы вместимостью 25 см³ приливают из микробюретки 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг титана.

В каждую колбу добавляют по 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 6, и далее проводят анализ, как указано в п. 3.2.

Раствором сравнения служит раствор, в который титан не добавлялся. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам титана строят градуировочный график 2.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_1 \cdot 100},$$

где m — масса титана, найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

m_1 — масса навески алюминия, г.

4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Допускаемое расхождение, %	
	сходимости, отн.	воспроизводимости, отн.
От 0,0003 до 0,005 включ.	30	45
Св. 0,005 » 0,05 »	20	30
» 0,05 » 0,1 »	10	15
» 0,1 » 0,2 »	5	10

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

gost.e-ecolog.ru