

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

Фотозлектроколориметр 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.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 моль/дм³ раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 6 и 0,5 моль/дм³ 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 см³.

Диантинпирилметан, раствор с массовой долей 5 % в растворе 1 моль/дм³ 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.

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

Калий пироксернистый 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 пироксернистого калия до получения прозрачного плава в платиновом тигле. Плав выщелачивают при нагревании 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и после охлаждения переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Затем приливают 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1 г титана растворяют в 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 4, после растворения окисляют концентрированной азотной кислотой, добавляемой по каплям, раствор выпаривают до паров серного ангидрида. Затем растворяют в воде, добавляя 100 см³ раствора серной кислоты 1 : 1 и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, содержащую 100 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг титана (Ti).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают серной кислотой, разбавленной 1 : 6, до метки и перемешивают.

1 см³ 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 см³, приливают 50 см³ 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 см³ раствора хлористого никеля.

После охлаждения содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Если раствор не совсем прозрачный, то перед переводением в мерную колбу раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в стакан, содержащий 4 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, промывая фильтр и стакан несколько раз горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокалывают при 1000 °С. После охлаждения к остатку добавляют 2 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты и 3—4 капли концентрированной азотной кислоты, выпаривают, прокалывают и остаток сплавляют с 0,5—1 г пиросульфата калия при 800 °С до получения прозрачного плава. После охлаждения выщелачивают сплав 5 см³ раствора серной кислоты 1 : 6 при нагревании. Содержимое тигля приливают к фильтрату, смывая небольшим количеством воды, затем упаривают фильтрат до объема 30—40 см³.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, содержащую 15 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Отбирают пипеткой 5—50 см³ раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли титана в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до 50 см³. Затем приливают при перемешивании 15 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5 см³ аскорбиновой кислоты, 2 капли раствора сернистой меди и через 5 мин 10 см³ раствора диантипирилметана, разбавляют раствор до метки водой и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум поглощения растворов соответствует длине волны 385 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт.

С. 3 ГОСТ 12697.10—77

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 сернистой 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, см³;

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).