

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения алюминия

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

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 Республика Беларусь Республика Казахстан Российская Федерация Туркменистан Украина	Азгосстандарт Госстандарт Беларуси Госстандарт Республики Казахстан Госстандарт России Главная государственная инспекция Туркменистана Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст. межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.7—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© 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

II

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения алюминия

Sponge titanium.
Method for determination of aluminium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения алюминия при массовой доле алюминия от 0,005 % до 1,0 % в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет комплексного соединения алюминия с сульфохлорфенолом С и последующем измерении оптической плотности раствора.

Мешающие определению элементы предварительно отделяют щелочью.

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 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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 алюминия определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или фотоэлектрический колориметр концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, и раствор молярной концентрации 4 моль/дм³.

Алюминий металлический по действующему нормативному документу или ГОСТ 11069.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор молярной концентрации 2 моль/дм³.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Издание официальное

1

Натрия ацетат (натрий уксуснокислый) 3-водный по ГОСТ 199.

Уротропин по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Сульфохлорфенол С по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

Этанол (спирт этиловый) по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин по действующему нормативному документу, спиртовой раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

Индикаторная бумага конго по действующему нормативному документу.

Фильтр бумажный обезжиренный «желтая лента» по действующему нормативному документу.

Буферный раствор с рН 6,2—6,3: 250 г ацетата натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 30—40 см³ раствора уксусной кислоты, доливают водой до 1000 см³ и перемешивают.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы алюминия.

Раствор А: 0,1 г металлического алюминия растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г алюминия.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают, готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г алюминия.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой 0,5—1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 70 см³ раствора соляной кислоты (1:1), колбу накрывают часовым стеклом или стеклянной воронкой и ведут растворение при нагревании, поддерживая объем примерно 50 см³ добавлением того же раствора соляной кислоты.

После полного растворения навески по каплям добавляют азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски раствора и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 25 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, нейтрализуют раствором гидроксида натрия по индикаторной бумаге конго до покраснения бумаги и добавляют 10 см³ избытка. Раствор кипятят в течение 10—20 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр «желтая лента» в коническую колбу вместимостью 100 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата.

Аликвотную часть фильтрата 5—50 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют одну каплю фенолфталеина, нейтрализуют раствором соляной кислоты (4 моль/дм³) до исчезновения окраски индикатора и добавляют 0,5 см³ раствора кислоты в избыток.

Ополаскивают горло колбы водой и нейтрализуют по бумаге конго раствором уротропина. Затем в раствор приливают 10 см³ буферного раствора, добавляют воду до объема примерно 80 см³ и вводят 2 см³ раствора сульфохлорфенола С. Раствор оставляют на 15—20 мин для развития окраски комплексного соединения, затем приливают 3 см³ раствора соляной кислоты (4 моль/дм³), доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 670 нм с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006 г алюминия. Раствор восьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Во все колбы приливают по 0,5 см³ раствора соляной кислоты (4 моль/дм³), по индикаторной бумаге конго нейтрализуют раствором уротропина (красный цвет бумаги конго). Далее поступают, как указано в 5.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим массам алюминия строят градуировочный график.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю алюминия X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V V_2}{m V_1 V_3} \cdot 100, \quad (1)$$

- где m_1 — масса алюминия в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;
 V — общий объем раствора пробы, см³;
 V_2 — объем первого разведения пробы, см³;
 m — масса навески, г;
 V_1 — объем аликвотной части общего раствора пробы, см³;
 V_3 — объем аликвотной части первого разведения пробы, см³.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля алюминия	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,005 до 0,015 включ.	0,002	0,003	0,002
Св. 0,015 * 0,050 *	0,005	0,006	0,005
* 0,05 * 0,15 *	0,02	0,03	0,02
* 0,15 * 0,50 *	0,03	0,04	0,03
* 0,50 * 1,00 *	0,10	0,11	0,10

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 являются стандартные растворы А или Б.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

Ключевые слова: титан губчатый, определение алюминия, фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
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. 0,50.
Тираж экз. С 4729. Зак. 253.

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