

**ФЕРРОНИОБИЙ**

Метод определения титана

Ferroniobium. Method for determination  
of titanium

ГОСТ

15933.8—90

ОКСТУ 08 09

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.2001

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения титана в феррониобии при массовой доле его от 0,04 до 9%.

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном в солянокислой среде. Для устранения мешающего влияния ниобия оптическую плотность измеряют в области светопропускания от 410 до 430 нм.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,08 мм по ГОСТ 20515.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы с молярной концентрацией 6 моль/дм<sup>3</sup> и 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.



Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>: 5 г диантипирилметана растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты с молярной концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Смесь растворов реактивов (S-реагент): к 660 см<sup>3</sup> воды приливают 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди, 50 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и 100 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана. Растворы смешивают в указанной последовательности непосредственно перед применением S-реагента.

Смесь растворов реактивов (S<sub>φ</sub>-реагент для фоновых растворов): к 760 см<sup>3</sup> воды приливают 80 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм<sup>3</sup>, 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди, 50 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты. Растворы смешивают в указанной последовательности непосредственно перед применением S<sub>φ</sub>-реагента.

Титан металлический или титана диоксид.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Стандартные растворы титана.

Раствор А: 0,1 г металлического титана растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1 : 1), добавляют 3—4 капли азотной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают или 0,1667 г диоксида титана, высушенного при температуре 105 °С, сплавляют в платиновом тигле с 5—6 г пироксернокислого калия при температуре (750 ± 25) °С. После охлаждения плав выщелачивают в стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> в 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1 : 9) и обмывают тигель водой. Для полного растворения плава стакан выдерживают при умеренном нагревании до получения прозрачного раствора. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки раствором серной кислоты (1 : 9) и перемешивают.

Массовая концентрация титана в растворе А равна 0,0001 г/дм<sup>3</sup>.

Раствор Б: 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1 : 1), доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация титана в растворе Б равна 0,00001 г/см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и осторожно, по каплям, прибавляют азотную

кислоту до прекращения бурной реакции. Затем к раствору приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1), выпаривают до выделения паров серной кислоты и охлаждают. Обмывают стенки чашки 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:9), приливают 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония и 30 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты. Растворяют соли при слабом нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

В две мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая отбирают аликвотные части раствора согласно табл. 1. Затем раствор одной колбы доливают до метки S-реагентом, а раствор другой колбы — S<sub>ф</sub>-реагентом. Раствор этой колбы служит раствором сравнения.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>
От 0,04 до 0,2 включ.	100	25,0
Св. 0,2 » 0,5 »	100	10,0
» 0,5 » 1,0 »	100	5,0
» 1,0 » 2,5 »	500	20,0
» 2,5 » 5,0 »	500	10,0
» 5,0 » 9,0 »	500	5,0

Через 35—40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 410 нм или фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 410 до 430 нм.

Массу титана находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы.

### 3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б (при массовой доле титана от 0,04 до 1,0%), что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г титана или в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б (при массовой доле титана от 1,0 до 9,0%), что соответствует 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008 и 0,00010 г титана и все колбы доливают до метки S-реагентом.

Раствор колбы, не содержащей стандартный раствор, служит раствором сравнения.

Далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

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

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $m_1$  — масса титана, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли титана приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализируемого образца от аттестованного значения
От 0,04 до 0,10 включ.	0,008	0,020	0,008	0,010	0,005
Св. 0,1 » 0,2 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,010
» 0,2 » 0,5 »	0,024	0,030	0,025	0,030	0,016
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,12	0,10	0,12	0,06
» 5,0 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,09

**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ****1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ**

В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, В. П. Глухова, Г. И. Гусева

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Государственного комитета СССР по управлению качеством  
продукции и стандартам от 30.03.90 № 791**

3. Срок первой проверки I кв. 2000 г.  
Периодичность проверки — 5 лет

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 15933.8—70****5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-  
ТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4165—78	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4518—75	2
ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 20515—75	1 2
ГОСТ 28473—90	1 1

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*  
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 24.04.90 Подп. в печ 12 07 90 2,25 усл п. л 2,25 усл кр.-отт. 1,82 уч.-изд. л.  
Тир. 5000 Цена 35 к

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1874