

# ФЕРРОСИЛИЦИЙ

## Методы определения титана

Издание официальное



БЗ 7—2001

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 008 «Ферросплавы»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15 апреля 1994 г. (отчет Технического секретариата № 2)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 июня 2001 г. № 247-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13230.9—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2002 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 13230.9—81

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**ФЕРРОСИЛИЦИЙ****Методы определения титана**

Ferrosilicon. Methods for determination of titanium

Дата введения 2002—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения титана в ферросилиции: фотометрический (при массовой доле титана от 0,01 % до 0,2 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле титана от 0,05 % до 0,2 %).

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия  
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия  
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия  
ГОСТ 4234—77 Калий хлористый. Технические условия  
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия  
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый  
ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия  
ГОСТ 24991—81 Феррохром, ферросиликохром, ферросилиций, ферросиликомарганец, ферромарганец. Методы отбора и подготовки проб для химического и физико-химического анализов  
ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

**3 Общие требования**

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

3.2 Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 24991.

**4 Фотометрический метод****4.1 Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексного соединения четырехвалентного титана с диантипирилметаном, окрашенного в желтый цвет, и измерении его оптической плотности. Мешающее влияние железа устраняют восстановлением его аскорбиновой кислотой.

**4.2 Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1:1, 1:4 и 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота аскорбиновая и раствор 20 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Диантипирилметан, раствор 40 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный: 40 г реактива растворяют в 1 дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют 2 г аскорбиновой кислоты и фильтруют через фильтр средней плотности.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:20.

Калий пиросульфидный по ГОСТ 7172.

Железо карбонильное.

Титан металлический или диоксид титана.

Стандартный раствор титана: 0,1000 г титана растворяют в 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) при нагревании. К раствору приливают 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и дважды выпаривают до появления паров серной кислоты. Охлаждают, осторожно приливают 50 см<sup>3</sup> воды и вновь нагревают до полного просветления раствора. После охлаждения 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 равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

Или: 0,1668 г диоксида титана, предварительно прокаленного при температуре (1000 ± 20) °С, помещают в платиновую или кварцевую чашку, добавляют 3 — 5 г пиросульфидного калия и сплавляют при температуре 800 — 850 °С. Плав после охлаждения растворяют в 400 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) без нагревания и оставляют на 12 ч. Полученный раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Фильтр промывают 3 — 4 раза раствором серной кислоты (1:4). Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают.

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

Массовую концентрацию стандартного раствора титана, приготовленного из диоксида титана, устанавливают следующим образом: 100,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, приливают при перемешивании аммиак до выпадения гидроксида титана и 5 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор с осадком нагревают до кипения, осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза теплым раствором аммиака.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре (1050 ± 50) °С в течение 1 ч.

Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора титана  $C$ , г/см<sup>3</sup> титана, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) 0,5995}{100}, \quad (1)$$

где  $m$  — масса осадка диоксида титана, г;

$m_1$  — масса осадка контрольного опыта, г;

0,5995 — коэффициент пересчета диоксида титана на титан;

100 — объем стандартного раствора титана, взятый для установления массовой концентрации, см<sup>3</sup>.

#### 4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, приливают 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, осторожно по каплям добавляют азотную кислоту до прекращения бурной реакции и 5 см<sup>3</sup> в избыток. Затем приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до выделения густых паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки чашки водой и снова выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты, которым дают выделяться 5 — 7 мин.

Чашку охлаждают, затем приливают 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения образовавшихся солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (при массовой доле титана до 0,1 %) или в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (при массовой доле титана свыше 0,1 %), доливают до метки водой и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют.

4.3.2 В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора, равную 20,0 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и выдерживают раствор в течение 5 мин для восстановления железа. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), 10,0 см<sup>3</sup> раствора диантипирилметана, доливают до метки водой и перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 385 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 350—450 нм.