

МАРГАНЕЦ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Метод определения содержания титана

Metallic manganese. Method for the determination of titanium content

ГОСТ

16698.11-71 +

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17/II 1971 г. № 260 срок введения установлен

с 1/VII 1972 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на металлический марганец и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания титана (при содержании титана от 0,002 до 0,10%).

Метод основан на образовании окрашенного в желто-оранжевый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном. По интенсивности окраски комплекса находят содержание титана. Титан предварительно выделяют купферроном. Мешающее влияние трехвалентного железа и пятивалентного ванадия устраняют прибавлением аскорбиновой кислоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 16698.0-71

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-М или другого типа.

Кислота серная по ГОСТ 4204-66 и разбавленная 1:2, 1:4, 1:9, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-67.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-67 и плотностью 1,12 г/см³.

Нитрозофенилгидроксиламина аммонийная соль (купферрон) по ГОСТ 5857-51, свежеприготовленный 6%-ный водный раствор.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: к 1 л воды приливают 10 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают, приливают 10 мл купферрона и перемешивают.



295-95
 23

Калий пироксерноокислый по ГОСТ 7172—65.

Аскорбиновая кислота (витамин С) по ГОСТ 4815—54, х. ч., 10%-ный раствор.

Диантипирилметан. При отсутствии диантипирилметана заводского изготовления его можно приготовить из антипирина следующим образом: навеску антипирина растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 1—2 мл концентрированной соляной кислоты и раствор формалина, исходя из соотношения 3—4 мл формалина на 1 г антипирина. Смесь нагревают на водяной бане 30—40 мин. Теплый раствор нейтрализуют аммиаком до появления слабого запаха. Выпавший осадок отфильтровывают, промывают водой и высушивают. После высушивания реактив готов к применению. Для получения диантипирилметана высокой степени чистоты рекомендуется его перекристаллизовать из спирта.

Диантипирилметан, 1%-ный раствор; готовят следующим образом: 10 г диантипирилметана растворяют в 300—400 мл воды, содержащей 15 мл концентрированной серной кислоты. Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64.

Формалин технический по ГОСТ 1625—61.

Квасцы железоммонийные (железо III-аммоний сернокислый) по ГОСТ 4205—68, раствор; готовят следующим образом: 8,63 г железоммонийных квасцов растворяют при слабом нагревании в 500 мл воды, содержащей 5 мл разбавленной 1:1 серной кислоты, и разбавляют водой до 1 л.

1 мл раствора содержит 0,001 г железа.

Титан сернокислый, стандартный раствор; готовят следующим образом: 0,1668 г двуокиси титана помещают в платиновую чашку и сплавляют с 5—6 г пироксерноокислого калия при 800—850°C. Плав растворяют при слабом нагревании в 400 мл разбавленной 1:4 серной кислоты в стакане вместимостью 600 мл. Полученный раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 1 л. Фильтр промывают 3—4 раза разбавленной 1:4 серной кислотой. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора содержит 0,0001 г титана.

Установка титра стандартного раствора сернокислого титана

Отбирают 100 мл раствора сернокислого титана в стакан вместимостью 250—300 мл и приливают при перемешивании раствор аммиака до получения pH 8—9 (по универсальной индикаторной бумаге) и в избыток 3—5 мл. Раствор с выпавшим осадком нагревают до кипения, осадок количественно переносят на фильтр

«белая лента» и промывают 3—4 раза теплой водой, содержащей в 1 л 10 мл аммиака. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы взвешенный платиновый тигель, высушивают, озольют и прокаливают при 1000—1100°C до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Титр раствора сернокислого титана (T), выраженный в г/мл титана, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{[(g - g_1) - (g_2 - g_3)] \cdot K}{V},$$

где:

- g — масса тигля с осадком двуокиси титана в г;
- g_1 — масса тигля без осадка двуокиси титана в г;
- g_2 — масса тигля с осадком контрольного опыта в г;
- g_3 — масса тигля без осадка контрольного опыта в г;
- K — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан, равный 0,5995;
- V — объем раствора сернокислого титана, взятый для установки титра, в мл.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску металлического марганца 1 г помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и накрывают часовым стеклом. Слегка сдвинув часовое стекло, приливают небольшими порциями (во избежание разбрызгивания) 25—30 мл разбавленной 1:2 серной кислоты. После окончания бурной реакции приливают небольшими количествами (через носик стакана, не снимая часовое стекло) 1—2 мл концентрированной азотной кислоты и нагревают 5—10 мин до удаления бурых окислов азота и окончательного растворения всей навески. Сняв часовое стекло, обмывают его над стаканом небольшим количеством воды, прибавляют 1 мл раствора железоаммонийных квасцов, после чего выпаривают раствор на чашечной бане до появления густых белых паров серного ангидрида, которым дают выделяться в течение 5—10 мин.

Стакан охлаждают, осторожно приливают 40—50 мл холодной воды, нагревают до растворения солей и фильтруют раствор (при наличии кремниевой кислоты) через фильтр «белая лента» в стакан вместимостью 350—400 мл. Осадок на фильтре промывают несколько раз горячей водой и отбрасывают. Содержимое стакана разбавляют водой до 150 мл. Раствор, содержащий около 4—5 мл серной кислоты на каждые 100 мл, охлаждают до 10—12°C, прибавляют немного беззольной бумажной массы и осаждают титан

15—20 мл раствора купферрона, приливая его тонкой струей при непрерывном перемешивании до начала выпадения бурого осадка купферроната железа. стакан с раствором и выпавшим осадком оставляют на 30 мин при 10—12°C. Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают промывной жидкостью. Фильтрат отбрасывают, а фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800°C.

Прокаленный осадок сплавляют с 3—5 г пироксернокислого калия при 800—850°C. Плав выщелачивают 20 мл разбавленной 1:9 серной кислоты при нагревании.

Раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в колбу вместимостью 50 мл. Фильтр промывают 3—4 раза разбавленной 1:100 серной кислотой, собирая промывные воды в колбу с фильтратом. Фильтр отбрасывают. Раствор в мерной колбе охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 25 мл (при содержании титана от 0,002 до 0,02%), 10 мл (при содержании титана свыше 0,02 до 0,05%) или 5 мл (при содержании титана свыше 0,05 до 0,10%) помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 5 мл раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и оставляют на 5—7 мин до полного восстановления трехвалентного железа и пятивалентного ванадия. Затем к раствору прибавляют 10 мл соляной кислоты плотностью 1,12 г/см³ и 25 мл раствора диантипирилметана. Раствор в колбе доливают водой до метки и перемешивают.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 435—455 мкм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт на содержание титана в реактивах. По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора с учетом поправки контрольного опыта находят содержание титана по калибровочному графику.

3.2. Построение калибровочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 мл наливают из микробюретки 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1 мл стандартного раствора сернокислого титана, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,1 мг титана. В седьмую колбу стандартный раствор не вносят, она служит для определения поправки на содержание титана в реактивах. Затем в каждую колбу приливают по 5 мл аскорбиновой кислоты, по 10 мл соляной кислоты плотностью 1,12 г/см³ и по 25 мл раствора диантипирилметана, перемешивая растворы после добавления каждого реактива. Растворы в колбах доливают водой до метки и перемешивают. Через 1 ч измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим свето-