

## РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКСИДЫ

## Метод определения титана

Rare-earth metals and their oxides.  
Method of determination of titanium

ГОСТ  
23862.19-79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.  
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения титана (от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $1,5 \cdot 10^{-2}\%$ ) в редкоземельных металлах и их оксидах (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на экстракции хлороформом тройного комплекса титан-диантипирилметан-хлорид олова из солянокислых растворов с последующим измерением оптической плотности экстракта на фотоэлектроколориметре. Содержание титана в анализируемой пробе находят по градуировочному графику.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

### 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру до  $900^{\circ}\text{C}$ .

Плитка электрическая.

Чашка платиновая или кварцевая вместимостью 100 мл.

Тигли кварцевые (или платиновые) вместимостью 40—50 мл.

Цилиндры мерные вместимостью 10, 20 и 50 мл.

Колбы мерные вместимостью 200 и 1000 мл.

Пипетки на 1, 5, 10 и 15 мл.

Колбы конические вместимостью 100 мл.

Стаканы стеклянные вместимостью 100 мл.

Воронки конические.

Фильтры «красная лента».

Калий пиросульфид по ГОСТ 7172—76, ч. д. а.

Диантипирилметан, ч. д. а., 2%-ный раствор в 2 н. соляной кислоте.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, ч., 20%-ный раствор в 2 н. соляной кислоте.

Хлороформ, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, ос. ч., 12 н., 6 н., 4 н. и 2 н. растворы.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, ч. д. а., 15%-ный раствор

Вода деионизованная.

Титана двуокись, ч. д. а.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/мл титана: навеску двуокиси титана массой 0,3336 г помещают в платиновую или кварцевую чашку вместимостью 100 мл, прибавляют 4 г пиросульфата калия, помещают чашку в муфельную печь и сплавляют смесь при 800—900°C до получения прозрачного плава. Охлажденный плав растворяют в 60 мл раствора винной кислоты, переводят в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем до метки водой.

Раствор титана (рабочий), содержащий 1 мкг/мл титана, готовят разбавлением 1 мл стандартного раствора титана (1 мг/мл) в 1000 раз раствором 4 н. соляной кислоты.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1—3,0 г (в зависимости от содержания титана) помещают в стакан вместимостью 100 мл, приливают 20 мл 6 н. раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании. После остывания раствор фильтруют через фильтр с красной лентой, промывают фильтр 10 мл 6 н. соляной кислоты, затем 25 мл воды. Фильтр с осадком сохраняют. К фильтрату приливают 15 мл раствора диантипирилметана и далее поступают как при построении градуировочного графика.

После расслаивания жидкостей экстракт титана в органическом слое отделяют, фильтруя через сухой фильтр, в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\max} \approx 400$  нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Одновременно с анализом пробы через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Полученное значение оптической плотности вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора.

Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать 0,08; в противном случае меняют реактивы.

Количество титана в фильтрате ( $m_1$ ) находят по градуировочному графику.

Сохраненный фильтр с осадком помещают в кварцевый тигель вместимостью 50 мл, подсушивают, озоляют и сжигают в муфельной печи. К осадку в тигле прибавляют 0,5 г пиросульфата калия и сплавляют при 600—700°C до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, растворяют в 25 мл 6 н. соляной кислоты, прибавляют 25 мл воды, приливают 15 мл раствора диантипирилметана, через 20—30 мин раствор переносят в делительную воронку, далее поступают как при анализе фильтрата.

Количество титана в осадке ( $m_2$ ) находят по градуировочному графику.

### 3.2. Построение градуировочного графика

В восемь стаканов вместимостью 100 мл вводят по 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0 мл рабочего раствора (содержащего 1 мкг/мл титана), приливают по 15 мл раствора диантипирилметана и доводят объем до 50 мл 2 н. раствором соляной кислоты. Через 20—30 мин растворы переводят в делительные воронки вместимостью 150 мл, приливают 30 мл двухлористого олова, 15 мл хлороформа и экстрагируют титан, встряхивая воронки в течение 1 мин. После расслаивания жидкостей ограничительный слой фильтруют через сухой фильтр «красная лента» в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм и измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при  $\lambda_{\max} \approx 400$  нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

В один из стаканов вводят все реактивы, кроме раствора титана (нулевой раствор). Оптическая плотность нулевого раствора не должна превышать 0,05; в противном случае меняют реактивы. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из значений оптических плотностей стандартных растворов.

Определение повторяют не менее пяти раз.

По найденным средним значениям оптических плотностей и соответствующим им массам титана строят градуировочный график, нанося на ось ординат значение оптической плотности раствора, а на ось абсцисс — массу титана в микрограммах.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 + m_2}{m} \cdot 10^{-4},$$

где  $m_1$  — масса титана в фильтрате, найденная по градуировочному графику, мкг;

$m_2$  — масса титана в осадке, найденная по градуировочному графику, мкг;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

4.2. Расхождение результатов параллельных определений, а также результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля титана, %	Допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$
$1,5 \cdot 10^{-2}$	$0,5 \cdot 10^{-2}$