



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

ФЕРРОТИТАН

**МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО
АНАЛИЗА**

**ГОСТ 14250.1-80—ГОСТ 14250.11-80
(СТ СЭВ 1232-78—СТ СЭВ 1238-78,
СТ СЭВ 4524-84—СТ СЭВ 4527-84)**

Издание официальное

Цена 30 коп.

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

ФЕРРОТИТАН

Метод определения алюминия

Ferrotitanium. Method for determination of aluminium

ГОСТ

14250.6—80

[СТ СЭВ 1237—78]

Взамен

ГОСТ 14250.6—69

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 марта 1980 г. № 1172 срок действия установлен

с 01.07.80

до 01.07.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения алюминия (при массовой доле алюминия от 3 до 35 %) в ферротитане.

Метод основан на образовании устойчивого бесцветного комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) с последующим разрушением этого соединения фтористым аммонием. Эквивалентное количество выделившегося трилона Б титруют раствором уксуснокислого цинка и сернокислой меди в присутствии индикаторов ксиленолового оранжевого, дитизона или 1-(пиридил-азо)-2-нафтола (ПАН). От сопутствующих элементов алюминий отделяют гидроокисью натрия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1237—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4 и 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Сентябрь 1985 г.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор; раствор хранят в полиэтиленовой бутылки.

Калий пиросульфидный по ГОСТ 7172—76.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор ксиленоловый оранжевый: 1 г ксиленолового оранжевого растирают с 100 г хлористого натрия.

Дитизон по ГОСТ 10165—79, 0,3%-ный спиртовой раствор.

1-(пиридил-азо)-2-нафтол (ПАН) — индикатор; 0,2 %-ный раствор в изопропиловом спирте.

Спирт этиловый, ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Спирт изопропиловый.

Фенолфталеин-индикатор, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, 30%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Ацетатно-буферный раствор I, рН 5,5—5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 см³ воды. Содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 30 см³ уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Ацетатно-буферный раствор II, рН 5,6—5,8: 320 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 см³ воды. Содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 5 см³ уксусной кислоты и доливают водой до метки.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,025 М раствор: 9,3 г трилона Б растворяют в 100 см³ воды в присутствии нескольких капель аммиака, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и фильтрат промывают 2—3 раза водой. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Железо металлическое.

Титан металлический.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют при нагревании в 50 см³ раствора соляной кислоты, окисляют 4—5 каплями азотной кислоты, кипятят; охлаждают и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора алюминия содержит 0,001 г алюминия.

Цинк уксуснокислый, 0,025 М раствор: 5,486 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см³ воды, нагревают до полного растворения соли, охлаждают, раствор переливают в мерную колбу:

вместимостью 1 дм³. Для получения прозрачного раствора добавляют несколько капель уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь сернистая по ГОСТ 4165—78, 0,025 М раствор: 6,24 г сернистой меди растворяют в 100 см³ воды, нагревают до полного растворения соли. Раствор охлаждают, фильтруют, промывают фильтр водой, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка и раствора сернистой меди, выраженный в г/см³ алюминия, устанавливают по стандартному раствору алюминия: берут навески железа и титана в зависимости от их содержания в пробе, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают от 20 до 40 см³ стандартного раствора алюминия, 40 см раствора серной кислоты (1:4) и далее проводят анализ как указано в разд. 3.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески, взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, в зависимости от массовой доли алюминия, а также аликвотную часть раствора определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см ³
От 3,0 до 4,0	0,5	100
Св. 4,0 > 8,0	0,25	100
> 8,0 > 16,0	0,25	50
> 16,0 > 25,0	0,25	25
> 2,50 > 35,0	0,20	25

3.2. При массовой доле кремния до 10% навеску ферротитана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения навески. Затем приливают по каплям 1—2 см³ азотной кислоты и выпаривают содержимое колбы до появления густых паров серной кислоты.

После этого содержимое колбы охлаждают, приливают 50—60 см³ воды и нагревают до полного растворения солей.

При наличии нерастворимого остатка его отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокалывают. К содержимому тигля приливают 3 см³ раствора фтористово-

дородной кислоты, 2—3 капли серной кислоты и упаривают досуха, затем остаток сплавляют с 2—3 г пиросерноокислого калия при (800 ± 23) °С. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора серной кислоты (1:19) и выщелачивают при нагревании. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

3.3. При массовой доле кремния свыше 10% навеску ферротитана помещают в платиновую чашку, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4), 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают и приливают 5 см³ азотной кислоты.

После растворения навески раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое чашки охлаждают, приливают 25—30 см³ воды и переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, тщательно обмывают стенки чашки горячей водой. Вновь упаривают раствор до густых паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 50—60 см³ воды и нагревают до полного растворения солей.

3.4. Полученный одним из способов, указанных в п. 3.2 или 3.3, раствор, нагретый до 70—80°С, приливают тонкой струей при перемешивании в коническую колбу вместимостью 500 см³, куда предварительно налито 60 см³ горячего раствора гидроксида натрия. Раствор с осадком кипятят 3—5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

3.5. В зависимости от способа титрования раствора проводят определение содержания алюминия.

3.5.1. При титровании избытка трилона Б раствором уксуснокислого цинка аликвотную часть анализируемого раствора, взятую в соответствии с табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина до исчезновения окраски и дают 2 см³ в избыток, приливают из бюретки 50 см³ трилона Б, 40 см³ ацетатно-буферного раствора I, воды до объема 200 см³ и кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают уксуснокислым раствором цинка в присутствии 0,1 г смеси кислородного оранжевого до перехода желтой окраски раствора в малиново-красную или приливают 3 см³ раствора дитизона и титруют до перехода желто-коричневой окраски раствора в малиновую.

Затем прибавляют 5 см³ раствора фтористого аммония, кипятят раствор 2—3 мин, охлаждают и титруют выделившийся трилон Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии 0,05 г кислородного оранжевого или добавляют 1 см³ раствора дитизона.

3.5.2. При титровании избытка трилона Б раствором сернокислой меди аликвотную часть анализируемого раствора, взятую в соответствии с табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина до исчезновения окраски и дают 2 см³ в избыток; из бюретки приливают 50 см³ трилона Б и 5 см³ ацетатно-буферного раствора II, приливают воды до объема 200 см³ и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до температуры 60—80°C, прибавляют 1 см³ раствора ПАН и избыток ЭДТА оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода желтой окраски раствора в устойчивую фиолетово-красную. Затем приливают 5 см³ раствора фтористого аммония и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до температуры 60—80°C и титруют выделившуюся ЭДТА раствором сернокислой меди.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, израсходованный на титрование раствора ЭДТА, выделившегося после прибавления раствора фтористого аммония, см³;

T — массовая концентрация 0,025 М раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, выраженная в г/см³ алюминия;

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

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 3,0 до 6,0	0,20
Св. 6,0 » 10,0	0,25
» 10,0 » 20,0	0,35
» 20,0 » 35,0	0,45

СО Д Е Р Ж А Н И Е

ГОСТ 14250.1—80 Ферротитан. Метод определения титана . . .	1
ГОСТ 14250.2—80 Ферротитан. Методы определения углерода . . .	7
ГОСТ 14250.3—80 Ферротитан. Метод определения серы . . .	29
ГОСТ 14250.4—80 Ферротитан. Метод определения фосфора . . .	35
ГОСТ 14250.5—80 Ферротитан. Методы определения меди . . .	41
ГОСТ 14250.6—80 Ферротитан. Метод определения алюминия . . .	49
ГОСТ 14250.7—80 Ферротитан. Метод определения кремния . . .	54
ГОСТ 14250.8—80 Ферротитан. Метод определения ванадия . . .	58
ГОСТ 14250.9—80 Ферротитан. Метод определения молибдена . . .	66
ГОСТ 14250.10—80 Ферротитан. Метод определения олова . . .	75
ГОСТ 14250.11—80 Ферротитан. Метод определения циркония . . .	83

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *В. В. Лобачева*

Сдано в наб. 19.06.85 Подп. в печ. 13.11.85 5,75 п. л. 5,88 усл. кр.-отт. 5,77 уч.-изд. л.
Тир. 16000 Цена 30 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2237