ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ

ГОСТ 12365—84

Издание официальное

491-95
12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. П. Лякишев, В. Т. Абабков, С. М. Новокщенова, М. С. Дымова, Т. Ф. Рыбина, В. Д. Шувалова

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии В. Г. Антипин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января 1984 г. № 234

УДК 669.15-194:546.831.06:006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Методы определения циркония

Steels alloyed and highalloyed. Methods for the determination of zirconium

ГОСТ 12365—84

Взамен ГОСТ 12365—66

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января 1984 г. № 234 срок действия установлен

с 01.01.85
до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает методы определения циркония:

фотометрический прямой с реагентом ксиленоловым оранжевым при массовой доле циркония от 0,10 до 1,0 % для сталей, не содержащих молибден и ниобий;

фотометрический с реагентом арсеназо III при массовой доле циркония от 0,01 до 0,50 % с предварительным отделением циркония от мешающих элементов;

гравиметрический фосфатный при массовой доле циркония от 0,10 до 1,0 %.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РЕАГЕНТОМ КСИЛЕНОЛОВЫМ ОРАНЖЕВЫМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония (IV) с ксиленоловым оранжевым в растворе серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,3—0,4 моль/дм³ и измерении светопоглощения раствора при длине

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1984

волны 540 нм. Железо (III) восстанавливают до железа (II) аскорбиновой кислотой.

Для учета влияния сопутствующих элементов оптическую плотность раствора с окрашенным комплексным соединением циркония измеряют относительно такого же раствора, содержащего трилон Б.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и с массовой концентрацией эквивалента 1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1; готовят перед употреблением.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 10, 1 : 100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Ксиленоловый оранжевый, марки «Chemapol», раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Цирконий металлический, йодидный.

Цирконий сернокислый, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,001 г/см³: навеску металлического циркония 0,1 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см³ фтористоводородной кислоты при нагревании. Раствор окисляют 2—3 каплями азотной кислоты. После охлаждения к содержимому чашки приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, осторожно смывают стенки чашки водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. После охлаждения в чашку прибавляют 25—30 см³ воды и растворяют соли. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Цирконий сернокислый, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,0001 г/см³: 10 см³ стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,001 г/см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед употреблением.

Циркония (IV) хлорокись 8-водная, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,001 г/см³: навеску 0,8832 г хлорокиси циркония помещают в стакан вместимостью 250—300 см³,

приливают 40 см³ соляной кислоты (1 : 1) и растворяют при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Проверяют массовую концентрацию стандартного раствора хлорокиси циркония: 25 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 250—300 см³ и проводят осаждение гидроокиси циркония аммиаком. Раствор с осадком оставляют стоять на 20—25 мин, затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 4—5 раз раствором хлористого аммония.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы фарфоровый или платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1050°С до постоянной массы. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора хлорокиси циркония (X), выраженную в г/см³ циркония, вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0{,}7403}{V},$$

где m_1 — масса тигля с осадком двуокиси циркония, г;

m_2 — масса тигля без осадка двуокиси циркония, г;

m_3 — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;

m_4 — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий;

V — объем раствора хлорокиси циркония, взятый для анализа, см³.

Циркония (IV) хлорокись, 8-водная, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,0001 г/см³; 10 см³ стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,001 г/см³ переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой концентрацией эквивалента 1 моль/дм³ и перемешивают; готовят перед применением.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску стали массой 0,25 г помещают в стакан или колбу и растворяют при нагревании в 30—50 см³ соляной кислоты и 5—7 см³ азотной кислоты. Если проба не растворяется в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, навеску растворяют в 30—50 см³ смеси соляной и азотной кислот.

Стакан или колбу охлаждают и приливают серную кислоту (1 : 1) в количестве, приведенном в табл. 1, и выпаривают раствор до паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, смывают стенки стакана или колбы водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Количество прибавляемой серной кислоты (1 : 1), см³	Вместимость мерной колбы, см³	Аликвотная часть анализируемого раствора, см³	Масса навески стали в аликвотной части раствора, г
От 0,10 до 0,50 включ.	20	200	10,0	0,0125
Св. 0,50 до 0,70	25	250	10,0	0,01
Св. 0,70 до 1,00	50	250	5,0	0,005

Содержимое стакана или колбы охлаждают, приливают 80—120 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Выпавший осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и фильтр с осадком промывают 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800°С. К содержимому тигля прибавляют несколько капель воды, 2—3 капли серной кислоты, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления серной кислоты. Остаток прокаливают при 700—800°С и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют в 20—30 см³ серной кислоты (1 : 100), раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в стакан или колбу с основным фильтратом.

Объединенные фильтраты упаривают и переносят в мерную колбу, вместимость которой в зависимости от массовой доли циркония определяют по табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Две аликвотные части полученного раствора в соответствии с табл. 1 помещают в две мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая.

Растворы в колбах нагревают до 70—80°С, охлаждают, прибавляют по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и тщательно перемешивают. Через 5 мин в каждую колбу приливают 20 см³ воды, в одну из колб приливают 2 см³ раствора трилона Б и в каждую колбу из микробюретки прибавляют 2 см³ раствора ксиленолового оранжевого. Содержимое колб доливают до метки водой и перемешивают. Раствор в колбе с трилоном Б служит раствором сравнения.

Через 20—25 мин оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 540 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания при длине волны (540±10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание циркония находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в семь стаканов или колб помещают по 0,25 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей цирконий. В шесть стаканов или колб последовательно приливают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 и 15,0 см³ стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,0001 г, что соответствует 0,0000125; 0,000025; 0,0000375; 0,00005; 0,0000625 и 0,000075 г циркония в 50 см³ фотометрируемого раствора. Седьмой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы или колбы приливают по 30—50 см³ соляной кислоты, по 5—7 см³ азотной кислоты и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1. Объединенный фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, аликвотную часть раствора отбирают в количестве 10 см³.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим концентрациям циркония строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса циркония, найденная по градуировочному графику, г;

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля циркония, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,020 включ.	0,005
Св. 0,02 » 0,050 »	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,015
» 0,20 » 0,40 »	0,025
» 0,40 » 1,00 »	0,04

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РЕАГЕНТОМ АРСЕНАЗО III

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония с арсеназо III в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм³ и измерении оптической плотности раствора при длине волны 665 нм. Цирконий предварительно отделяют от хрома, молибдена, вольфрама осаждением аммиаком с использованием в качестве коллектора гидроксида железа. Железо (III) восстанавливают до железа (II) аскорбиновой кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:5 и с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, готовят перед употреблением.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:100.

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Желатин по ГОСТ 11293—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Арсеназо III, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм³; навеску арсеназо III, равную 0,1 г, растворяют при нагревании в 50—60 см³ воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ соляной кислоты (1 : 5) и доводят водой до метки. Раствор перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента»; готовят перед употреблением.

Стандартные растворы циркония с массовой концентрацией 0,001 и 0,0001 г/см³ готовят из металлического циркония или хлорокиси циркония как указано в п. 2.2.

Стандартный раствор циркония с массовой концентрацией 0,00005 г/см³: 10 см³ раствора циркония с массовой концентрацией 0,001 г/см³ переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед употреблением.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску стали массой 0,25 г помещают в стакан или колбу и растворяют при нагревании в 30—50 см³ соляной кислоты и 5—7 см³ азотной кислоты. Если проба не растворяется в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, навеску растворяют в 30—50 см³ смеси кислот.

К раствору приливают 15—20 см³ хлорной кислоты и нагревают до полного окисления ионов хрома (раствор приобретает оранжевую окраску). В отсутствии ионов раствор нагревают в течение 5—7 мин после начала выделения паров хлорной кислоты.

Раствор охлаждают, приливают 90—100 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Выпавший осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и фильтр с осадком тщательно промывают горячей водой не менее 5 - 6 раз до полного удаления ионов хлорной кислоты. Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800 °С. К содержимому тигля прибавляют несколько капель воды, 2—3 капли серной кислоты, 2—3 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты.

Остаток прокаливают при 700—800 °С и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют в 20—30 см³ серной кислоты (1 : 100) и полученный раствор фильтруют, присоединяя фильтрат к основному фильтрату.

К полученному раствору приливают аммиак до выделения осадка гидроксида железа и еще 2—3 см³ в избыток. Раствор с осадком нагревают до кипения и оставляют стоять в теплом месте в течение 10—15 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и фильтр с осадком тщательно промывают не менее 6—8 раз горячей водой до полного удаления ионов хлорной кислоты.

Осадок на фильтре растворяют в 80 см³ горячей соляной кислоты (1 : 1) при массовой доле циркония до 0,10 % или в 200 см³ при массовой доле циркония свыше 0,10 %. Фильтр промывают горячей водой, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение.

Раствор упаривают до 70—80 см³ или 200—220 см³ в зависимости от вместимости мерной колбы, примененной в следующей стадии анализа. Стакан или колбу с раствором охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ при массовой доле циркония до 0,10% или в мерную колбу вместимостью 250 см³ при массовой доле свыше 0,10 %, доливают до метки водой и перемешивают.

В две мерные колбы, вместимостью 50 см³ каждая, отбирают по 20 см³ полученного раствора. Содержимое колбы нагревают до 70—80°С, охлаждают и приливают в каждую колбу по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Растворы тщательно перемешивают, через 5 мин в каждую колбу приливают по 3 см³ раствора желатина. Затем в одну колбу приливают 1 см³ раствора трилона Б и в каждую из колб прибавляют по 5 см³ раствора арсеназо III. Содержимое колб доливают до метки водой и перемешивают. Раствор в колбе с трилоном Б служит в качестве раствора сравнения.

Через 20—25 мин оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 665 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания при длине волны (665±10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание циркония находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

3.3.2. *Построение градуировочных графиков*

Для построения градуировочного графика при массовой доле циркония от 0,01 до 0,10 % в семь стаканов или колб помещают по 0,25 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей цирконий. В шесть стаканов последовательно приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,00005 г/см³, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г циркония в 50 см³ фотометрируемого раствора. Седьмой стакан или колба служат для проведения контрольного опыта.

Для построения градуировочного графика при массовой доле циркония от 0,10 до 0,50 % в шесть стаканов или колб помещают по 0,25 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей цирконий. В пять стаканов приливают последовательно 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,5 см³ стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,0001 г/см³, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,0001 г циркония в 50 см³ фотометрируемого раствора. Шестой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы или колбы приливают по 30—50 см³ соляной кислоты по 5—7 см³ азотной кислоты и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.1.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим значениям концентраций циркония строят градуировочной график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса циркония, найденная по градуировочному графику, г;

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении циркония в виде фосфорнокислого циркония и прокаливании его до пирофосфорнокислого.

От мешающих элементов цирконий предварительно отделяют купферроном.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 5:95.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1.

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

N-нитрозо-N-фенилгидроксиламин аммонийная соль (купферрон) по ГОСТ 5857—79, раствор с массовой концентрацией 60 г/дм³.

Промывная жидкость: к 1 дм³ воды приливают 10 см³ серной кислоты, охлаждают и приливают 20 см раствора купферрона.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—65, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, растворы с массовой концентрацией 30 и 300 г/дм³.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³.

4.3. Проведение анализа

Навеску стали 2 г при массовой доле циркония от 0,10 до 0,50% или 1 г при массовой доле от 0,50 до 1,0% помещают в колбу или стакан вместимостью 250—300 см³ и растворяют при нагревании в 30—50 см³ соляной кислоты. Затем приливают 5—7 см³ азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Если сталь не растворяется в соляной кислоте с окислением азотной кислотой, навеску растворяют в смеси кислот.

Содержимое колбы или стакана охлаждают, приливают 10 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствора приливают 150—170 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Выпавший осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий беззольную бумажную массу. Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячей соляной кислотой (5 : 95). Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—900°С. Содержимое тигля сплавляют с 3—4 г углекислого натрия при 1000—1100°С в течение 20 мин.

Плав охлаждают, растворяют в 50—70 см³ воды, раствор кипятят 10—15 мин, отфильтровывают нерастворимый осадок на фильтр «синяя лента», содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы, и промывают 6—8 раз горячим раствором углекислого натрия. Осадок высушивают, прокаливают и сплавляют с 1—2 пиросернокислого калия при 800—850°С.

Плав выщелачивают в 50 см³ серной кислоты (1 : 9) и раствор присоединяют к основному фильтрату.

Объединенный раствор охлаждают до 12—15 °С, прибавляют небольшое количество беззольной бумажной массы и приливают раствор купферрона, постоянно перемешивая, до начала осаждения бурого осадка купферроната железа, что указывает на полноту выделения купферроната циркония. Осадку дают отстояться в течение 30—35 мин и отфильтровывают на фильтр «белая лента». Осадок промывают 5—6 раз промывной жидкостью, помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 20—30 мин при 800—850 °С.

Содержимое тигля сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия при 800—850 °С и охлаждают. Плав растворяют при нагревании в 100 см³ серной кислоты (1 : 4).

Раствор фильтруют в стакан вместимостью 400—500 см³ через фильтр «белая лента». Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой и разбавляют раствор водой до 200 см³.

К полученному раствору прибавляют 2—5 см³ раствора перекиси водорода с массовой концентрацией 300 г/дм³, 20 см³ раствора фосфорнокислого аммония, перемешивают и выдерживают при 65—70 °С в течение 3 ч, наблюдая за сохранением избытка перекиси водорода в растворе.

При анализе сталей, не содержащих титан, осаждение циркония фосфорнокислым аммонием проводят без прибавления перекиси водорода.

Осадок фосфорнокислого циркония отфильтровывают на фильтр «синяя лента», содержащий небольшое количество беззоль-

кой бумажной массы и промывают 10—12 раз холодным раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 950—1000 °С в течение 20—25 мин. Содержимое тигля сплавляют с 4—5 г пиросернокислого калия. Плав растворяют в 100 см³ серной кислоты (1 : 4) и осаждают цирконий фосфорнокислым аммонием, как указано выше.

Фильтр с осадком фосфорнокислого циркония помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 950—1000 °С до постоянной массы.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{|(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)| \cdot 0{,}3440}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса тигля с осадком пирофосфорнокислого циркония, г;

m_2 — масса тигля без осадка пирофосфорнокислого циркония, г;

m_3 — масса тигля с осадком, полученным из контрольного опыта, г;

m_4 — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

0,3440 — коэффициент пересчета пирофосфорнокислого циркония на цирконий;

m — навески стали, г.

gost.e-ecolog.ru

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.