ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 17001.4-86—ГОСТ 17001.8-86

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. П. Поздеев, Н. А. Чижов, В. Л. Зуева, Г. И. Гусева, В. П. Глухова

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября 1986 г. № 3512

Редактор И. В. Виноградская
Технический редактор *Г. А. Теребинина*
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 20.12.86 Подп. в печ. 04.03.87 1,75 усл. п. л. 2,0 усл. кр. отт. 1,75 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 10 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 3145

УДК 669.5'296'782—198:546.831.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

Методы определения циркония

Ferrosilicozirconium. Methods for determination of zirconium

ГОСТ 17001.4—86

Взамен ГОСТ 17001.4—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября 1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и комплексонометрический методы определения циркония в ферросиликоцирконии при массовой доле его от 15 до 70%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам 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. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ МИНДАЛЬНОЙ КИСЛОТЫ

2.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении циркония миндальной кислотой в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 моль/дм³. Образующийся осадок миндальнокислого циркония — $Zr(C_6H_5CHOHCOO)_4$ прокаливают по двуокиси циркония и взвешивают.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:50.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1987

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота миндальная, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм^3.

Промывная жидкость: 50 г миндальной кислоты растворяют в 1 дм^3 соляной кислоты (1 : 50).

2.3. Проведение анализа

Навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г при массовой доле циркония до 30% или 0,2 г при массовой доле циркония свыше 30% помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см^3 воды, 5 см^3 азотной кислоты, добавляют по каплям фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см^3 фтористоводородной кислоты.

Чашку помещают на плиту и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают 10 см^3 раствора серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха. Стенки чашки обмывают водой и снова выпаривают досуха.

Содержимое чашки охлаждают, приливают 30 см^3 соляной кислоты и растворяют соли при нагревании. Полученный раствор переносят в стакан вместимостью 400 см^3, стенки чашки обмывают небольшим количеством воды, собирая промывные воды в тот же стакан и нагревают до 80°С. Если раствор мутный, то проводят нагревание до получения прозрачного раствора.

При наличии нерастворимого остатка его отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают 10—12 раз горячей соляной кислотой (1 : 50), фильтр с остатком отбрасывают.

Затем при перемешивании тонкой струей прибавляют 75 см^3 раствора миндальной кислоты. Общий объем раствора должен быть около 150 см^3. Осадок миндальнокислого циркония выдерживают при 80—85°С в течение 40 мин, периодически перемешивая. Для лучшего отстаивания раствор с осадком выдерживают до полного охлаждения при комнатной температуре (можно оставить до следующего дня).

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы. Фильтр с осадком промывают 12--15 раз промывной жидкостью. Для проверки фильтрата на полноту осаждения циркония его оставляют на 12 ч.

При выпадении осадка его дополнительно отфильтровывают на плотный фильтр и промывают промывной жидкостью.

Фильтры с основным и дополнительным осадком объединяют, помещают во взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы. Тигель охлаждают и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

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

$$X=\frac{(m_1-m_2)\ 0,7403\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка двуокиси циркония, г;

m_2 — масса осадка в контрольном опыте, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице

Массовая доля циркония, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 15,0 до 30,0 включ.	0,4
Св. 30,0 » 50,0 »	0,5
» 50,0 » 70,0 »	0,6

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на прямом титровании цирконил-иона (ZrO^{2+}) раствором трилона Б в горячем растворе соляной кислоты с массовой концентрацией 2 моль/дм^3 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением его двухлористым оловом.

Алюминий и титан в количествах, содержащихся в ферросиликоцирконии, определению циркония не мешают.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 5, 1 : 50 и раствор с молярной концентрацией 6 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Кислота миндальная, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм^3.

Промывная жидкость: 50 г миндальной кислоты растворяют в 1 дм^3 соляной кислоты (1 : 50).

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3: 50 г двухлористого олова растворяют в 100 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор ксиленоловый оранжевый.

Смесь индикаторная: 1 г ксиленолового оранжевого растирают с 50 г хлористого натрия.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Циркония хлорокись (цирконил хлористый).

Стандартный раствор циркония: 3,533 г хлористого цирконила растворяют в 100 см³ соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки этой же кислотой и перемешивают.

Массовая концентрация циркония равна 0,001 г/см³.

Допускается стандартный раствор готовить из металлического циркония.

Массовую концентрацию циркония в стандартном растворе проверяют гравиметрическим методом. Для этого аликвотную часть стандартного раствора 50 см³ помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и нагревают до 80°С. Затем при перемешивании тонкой струей прибавляют 75 см³ раствора миндальной кислоты. Общий объем раствора должен быть около 150 см³. Раствор с осадком миндальнокислого циркония выдерживают при 80—85°С в течение 40 мин, периодически перемешивая. Для лучшего отстаивания раствор с осадком выдерживают до полного охлаждения при комнатной температуре (лучше оставить на 12 ч).

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы, и промывают фильтр с осадком 12—15 раз промывной жидкостью.

Фильтр с осадком помещают во взвешенный тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°С до постоянной массы, после чего тигель охлаждают и взвешивают.

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

$$c = \frac{m \cdot 0{,}7403}{V},$$

где m — масса двуокиси циркония, г;

V — объем стандартного раствора, взятый для определения, см³;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′, —тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 9,306 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды в присутствии нескольких капель аммиака.

Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Устанавливают массовую концентрацию раствора трилона Б, выраженную в г/см³ циркония. Для этого аликвотную часть стандартного раствора циркония 50 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 10 см³ серной кислоты (1 : 4), выпаривают до выделения обильных паров серной кислоты и охлаждают. Прибавляют 70 см³ соляной кислоты (1 : 5), нагревают до кипения и кипятят в течение 1—2 мин. Затем прибавляют 0,02 г индикаторной смеси и горячий раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в лимонно-желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (c_1), выраженную в г/см³ циркония, вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{m}{V},$$

где m — масса циркония в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора циркония, см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросиликоциркония массой 0,2 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты, а затем по каплям добавляют фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см³ фтористоводородной кислоты в избыток. Чашку помещают на плиту и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают 10 см³ серной кислоты (1 : 1) и выпаривают до обильных паров серной кислоты в течение 10 мин.

Чашку охлаждают, стенки чашки обмывают водой и вновь выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты в течение 10 мин. Чашку охлаждают, приливают 30—40 см³ воды и нагревают до растворения солей. Затем раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Обмывают стенки чашки водой несколько раз, собирая промывные воды в ту же колбу. Раствор кипятят в течение 1—2 мин.

После этого раствор охлаждают, осаждают цирконий аммиаком, прибавляя его до прекращения выделения осадка, и еще 5—10 см³ в избыток. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 3—5 мин. Осадку дают отстояться, а затем отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 6—8 раз горячей водой с несколькими каплями аммиака. Осадок раст-

воряют в горячей соляной кислоте (1 : 5), собирая раствор в колбу вместимостью 250 см³, в которой проводилось осаждение гидроксидов аммиаком. Общий объем раствора должен быть не более 70 см³.

Раствор нагревают до полного растворения осадка гидроксидов и кипятят в течение 1—2 мин. Для восстановления трехвалентного железа прибавляют по каплям раствор двухлористого олова до исчезновения желтой окраски. Затем прибавляют 0,015—0,020 г смеси индикатора и снова нагревают раствор до кипения.

Горячий раствор медленно по каплям титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовой в лимонно-желтую. (Перед концом титрования раствор можно подогреть).

3.4. Обработка результатов

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

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

где c - массовая концентрация трилона Б, выраженная в г/см³ циркония;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице.

gost.e-ecolog.ru