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

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'295—198:546.28.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 14250.7—80

(СТ СЭВ 1235—78)

Взамен
ГОСТ 14250.7—69

ФЕРРОТИТАН

Метод определения кремния

Ferrotitanium. Method for determination of silicon

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 гравиметрический метод определения кремния (при массовой доле кремния от 0,5 до 30,0%) в ферротитане.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1235—78.

Метод основан на выделении кремниевой кислоты из сернокислых растворов выпариванием до появления густых белых паров.

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. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Печь муфельная любого типа, обеспечивающая температуру нагрева до 1000°С.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленая 1:49.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Сентябрь 1985 г.

Аммоний роданистый, 5%-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,05%-ный раствор.
Желатин, 1%-ный раствор.
Натрия перекись.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески, взятой из лабораторной пробы ферротитана, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, в зависимости от массовой доли кремния, определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г
От 0,5 до 2,0	1,0
Св. 2,0 » 10,0	0,5
» 10,0 » 30,0	0,25

3.2. При массовой доле кремния в ферротитане до 10% навеску помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 60 см^3 раствора серной кислоты (1:4), стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения. Затем приливают небольшими порциями 2—3 см^3 азотной кислоты и выпаривают раствор при умеренном нагревании до появления паров серной кислоты, которым дают выделяться 3—5 мин.

3.3. При массовой доле кремния в ферротитане более 10% навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродистый тигель, куда предварительно помещены 5—6 г перекиси натрия, тщательно перемешивают, сверху прибавляют 1—2 г перекиси натрия, накрывают крышкой и расплавляют смесь при от 400 до 500 °С, а затем сплавляют при (800±25) °С в течение 3—5 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 100—150 см^3 воды и выщелачивают плав при нагревании. После выщелачивания плава тигель извлекают, протирают его стенки стеклянной палочкой с резиновым наконечником и обмывают водой. К полученному раствору приливают соляной кислоты до растворения гидроокисей, 50 см^3 серной кислоты и раствор выпаривают до паров серного ангидрида, которым дают выделяться 3—5 мин.

3.4. Полученный одним из способов, указанных в пп. 3.2 и 3.3, раствор охлаждают, осторожно приливают 200 см^3 воды, 10 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения солей. В горячий раствор при перемешивании приливают 10 см^3 раствора желатина и дают постоять 5 мин.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 6—7 раз горячим раствором соляной кислоты (1:49) до отрицательной реакции на железо (проба с роданистым аммонием), затем промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтрат переносят в стакан, снова выпаривают до появления паров серной кислоты и дополнительно выделяют кремниевую кислоту, как указано выше.

Дополнительно выделенный осадок присоединяют к основному осадку кремниевой кислоты, фильтры с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают 40 мин при (1000±25)°С.

Осадок кремниевой кислоты увлажняют 3—4 каплями воды, добавляют 4—5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 3—4 капли раствора серной кислоты (1:1) и осторожно нагревают до удаления серной кислоты.

Сухой остаток прокаливают в течение 15—20 мин при температуре (1000±25)°С, охлаждают и взвешивают. Масса кремния соответствует разности первого и второго взвешивания.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{[(m - m_1) - (m_2 - m_3)] \cdot 0{,}4674 \cdot 100}{m_4},$$

где m — масса тигля с осадком двуокиси кремния до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_1 — масса тигля с остатком после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_2 — масса тигля с осадком контрольного опыта до обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

m_3 — масса тигля с остатком контрольного опыта после обработки раствором фтористоводородной кислоты, г;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний;

m_4 — масса навески, г.

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

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,5 до 1,0	0,05
Св. 1,0 » 2,0	0,08
» 2,0 » 5,0	0,10
» 5,0 » 10,0	0,20
» 10,0 » 15,0	0,25
» 15,0 » 20,0	0,35
» 20,0 » 30,0	0,40

СОДЕРЖАНИЕ

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

gost.e-ecolog.ru