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—198:546.621.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 14250.6—80

(СТ СЭВ 1237—78)

ФЕРРОТИТАН

Метод определения алюминия

Ferrotitanium. Method for determination of aluminium

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 бутыли.

Калий пиросернокислый 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, ректификованный 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, pH 5,5—5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 $см^3$ воды. Содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют 30 $см^3$ уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Ацетатно-буферный раствор II, pH 5,6—5,8: 320 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 $см^3$ воды. Содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, добавляют 5 $см^3$ 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 $см^3$ воды в присутствии нескольких капель аммиака, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ 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 $см^3$ раствора соляной кислоты, окисляют 4—5 каплями азотной кислоты, кипятят; охлаждают и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора алюминия содержит 0,001 г алюминия.

Цинк уксуснокислый, 0,025 М раствор: 5,486 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 $см^3$ 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 сернокислая по ГОСТ 4165—78, 0,025 М раствор: 6,24 г сернокислой 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 сернокислой 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 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, см³
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 прокаливают. 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 пиросернокислого 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 гидроокиси 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 ксиленолового 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 ксиленолового 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°С, 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°С 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

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