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—198:546.56.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 14250.5—80

(СТ СЭВ 1238—78)

ФЕРРОТИТАН

Методы определения меди

Ferrotitanium. Methods for determination of copper

Взамен ГОСТ 14250.5—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 полярографический метод определения меди (при массовой доле меди от 0,10 до 3,5%); фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом натрия (при массовой доле меди от 0,10 до 0,50%); фотометрический метод определения меди по окраске медно-аммиачного комплекса (при массовой доле меди от 0,5 до 3,5%) в ферротитане.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1238—78.

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. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на способности ионов меди восстанавливаться на ртутном капельном катоде при потенциале минус 0,48 В.

Медь от железа, титана и других мешающих элементов отделяют в виде аммиачного комплекса.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

Переиздание. Сентябрь 1985 г.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Натрий сернистокислый (сульфит) безводный по ГОСТ 195—77.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 10%-ный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Титана двуокись.

Раствор титана: 1,70 г двуокиси титана сплавляют в платиновой чашке с 20 г пиросернокислого калия в течение 20 мин, плав растворяют в 80 см³ раствора серной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,004 г титана.

Железо хлорное по ГОСТ 4142—77, 20%-ный раствор.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 20—25 см³ раствора азотной кислоты, добавляют 30 см³ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см³ воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 100 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Массу навески, взятой 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 меди определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,5	1,0
Св. 0,5 » 1,5	0,5
» 1,5 » 3,5	0,25

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения. Затем по каплям при-

ливают 2 см³ азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора. Раствор нагревают до удаления окислов азота и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Содержимое колбы охлаждают, приливают 70—80 см³ воды, 20 см³ раствора хлористого аммония и нагревают до растворения солей.

При массовой доле меди 0,1—0,5% к содержимому конической колбы приливают 50 см³ аммиака и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, после чего добавляют 3 г сернистокислого натрия, 5 см³ раствора желатина, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют на 10 мин.

При массовой доле меди свыше 0,5% к содержимому конической колбы приливают 60 см³ раствора аммиака, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 4 г сернистокислого натрия, 5 см³ раствора желатина, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют на 10 мин.

Аммиачные растворы фильтруют через двойные складчатые фильтры средней плотности в сухие колбы, первые порции фильтрата отбрасывают.

Часть раствора наливают в электролизер и полярографируют при напряжении на электродах от минус 0,1 до минус 0,6 В.

2.3.2. Расчет содержания производят методом сравнения со стандартным раствором меди, проведенным через все стадии анализа.

Для этого в зависимости от содержания меди отбирают стандартные растворы А и Б в конические колбы вместимостью 250 см³: при массовой доле меди от 0,1 до 0,5% — от 5 до 50 см³ стандартного раствора Б; при массовой доле меди свыше 0,5% — от 2 до 9 см³ стандартного раствора А.

Прибавляют по 70 см³ раствора титана и по 15 см³ раствора хлорного железа, нагревают до появления паров серной кислоты, охлаждают, прибавляют 70—80 см³ воды, 20 см³ раствора хлористого аммония, перемешивают раствор и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³.

Далее поступают как указано в п. 2.3.1. Содержание меди допускается определять методом добавок. В этом случае к навеске ферротитана добавляют такое количество стандартного раствора меди, чтобы высота волны добавки составляла не менее половины высоты волны исследуемой пробы.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (X) методом сравнения в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot m \cdot 100}{H_1 \cdot m_1},$$

где H — высота волны, полученная полярографированием раствора навески ферротитана, мм;

H_1 — высота волны, полученная при полярографировании стандартного раствора меди, мм;

m — масса меди во взятом стандартном растворе, г;

m_1 — масса навески ферротитана, г.

Массовую долю меди (X) методом добавок в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{H\cdot m\cdot 100}{(H_1-H)\cdot m_1},$$

где H — высота полярографической волны анализируемой навески ферротитана, мм;

H_1 — высота полярографической волны анализируемой навески ферротитана с добавкой меди, мм;

m — масса добавляемой меди, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20	0,03
Св. 0,20 » 0,30	0,04
» 0,30 » 0,50	0,05
» 0,50 » 1,00	0,07
» 1,00 » 2,50	0,10
» 2,50 » 3,50	0,15

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТА НАТРИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желто-коричневый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в аммиачном растворе и измерении оптической плотности.

Мешающие определению элементы связывают лимонной кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Желатин по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 20%-ный раствор.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 0,5%-ный свежеприготовленный.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 40 $см^3$ раствора азотной кислоты. После полного растворения навески добавляют 30 $см^3$ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Соли растворяют в 200 $см^3$ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферротитана массой 0,5 г, взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 50 $см^3$ раствора серной кислоты (1:4), нагревают до полного растворения, приливают 1—2 $см^3$ азотной кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Две аликвотные части раствора по 10—25 $см^3$ отбирают пипеткой в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$, приливают в каждую колбу 15 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 10 $см^3$ свежеприготовленного раствора желатина, 15 $см^3$ аммиака, перемешивают и охлаждают.

Затем в одну из колб добавляют 10 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают и доливают водой до метки, в другую колбу доливают только воду до метки и этот раствор служит раствором сравнения.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в области светопропускания от 400 до 440 нм или спектрофотометре при длине волны 435 нм.

3.3.2. Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ приливают из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10 $см^3$ стандартного раствора Б; добавляют 10 $см^3$ раствора лимонной кислоты, 10 $см^3$ раствора желатина, 15 $см^3$ аммика, перемешивают и охлаждают. Затем в ра-

створы приливают по 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и доливают до метки водой.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в области светопропускания от 400 до 440 нм или спектрофотометре при длине волны 435 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

По данным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПО ОКРАСКЕ МЕДНО-АММИАЧНОГО КОМПЛЕКСА

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет медноаммиачного комплекса, полученного при взаимодействии ионов меди с избытком аммиака и измерении оптической плотности.

Сопутствующие элементы (железо, титан и др.) отделяют в виде гидроокисей.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Железо металлическое.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 10%-ный раствор.

Титан металлический.

Медь электролитическая.

Стандартный раствор меди: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 40 см³ раствора азотной кислоты. После полного растворения навески добавляют 30 см³ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Соли растворяют в 200 см³ воды, раствор переносят в

мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

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

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску ферротитана массой 1 г , взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения. Затем приливают по каплям 2—3 см^3 азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора, нагревают для удаления окислов азота и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 100 см^3 воды, нагревают до полного растворения солей, добавляют при непрерывном перемешивании небольшими порциями раствор аммиака до выпадения гидроокисей, затем дают в избыток 30—35 см^3. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через складчатый фильтр средней плотности в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в области светопропускания от 620 до 700 нм или спектрофотометре при длине волны 700 нм.

Раствор контрольного опыта, проведенного в тех же условиях, используют в качестве раствора сравнения.

4.3.2. При построении калибровочного графика в семь конических колб емкостью 250 см^3 помещают по 0,5 г металлического железа, по 0,3 г титана металлического, приливают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0 см^3 стандартного раствора меди, приливают 50 см^3 раствора серной кислоты (1:4) и нагревают до полного растворения навески. Затем по каплям добавляют 2—3 см^3 азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора, нагревают до удаления окислов азота и выпаривают до появления густых паров серной кислоты.

Содержимое колбы охлаждают, приливают 100 см^3 воды, нагревают до полного растворения солей, добавляют при непрерывном перемешивании раствор аммиака до выпадения гидроокисей, затем дают в избыток 30—35 см^3. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммиачный раствор фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Измерение оптической плотности проводят, как указано в п. 4.3.1.

В качестве раствора сравнения используют воду.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди в процентах вычисляют по п. 3.4.1.

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

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