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—198:546.821.86:006.354

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 14250.1—80

(СТ СЭВ 1232—78)

Взамен ГОСТ 14250.1—69

ФЕРРОТИТАН

Метод определения титана

Ferrotitanium. Method for determination of titanium

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 титана (при массовой доле титана от 20 до 70 %) в ферротитане.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1232—78.

Метод основан на восстановлении четырехвалентного титана до трехвалентного в кислом растворе металлическим алюминием.

Восстановленный титан титруют раствором хлорного железа или раствором железа III аммония сернокислого в присутствии роданистого аммония.

Ванадий и молибден при массовой доле свыше 0,2% (в сумме) мешают определению титана. Для устранения их влияния титан отделяют гидроокисью натрия.

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 № 016 по ГОСТ 6613—73.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Май 1985 г.

© Издательство стандартов, 1985

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:4, 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:19 и 1%-ный.

Кислота фтористоводородная (плавиковая) по ГОСТ 10484—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Алюминий металлический гранулированный.

Аммоний роданистый, 10%-ный раствор.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 2%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25 и 3%-ный растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и 1%-ный раствор.

Титана двуокись.

Стандартный раствор титана: 1,669 г двуокиси титана, свежепрокаленной при температуре (1000±25)°С, помещают в платиновую чашку и сплавляют с 25 г пиросернокислого калия при температуре (800±25) °С. Охлажденный плав помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 100 см³ горячего раствора серной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. Затем приливают 100 см³ воды и полученный раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 5—6 раз раствором серной кислоты (1:19), доливают до метки раствором серной кислоты (1:19) и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора сернокислого титана; 50 см³ раствора помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют 100—150 см³ воды, приливают при перемешивании водного раствора аммиака до выпадения гидроокиси титана и 10 см³ в избыток. Раствор нагревают до кипения, дают постоять 15—20 мин и осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 3—4 раза теплым 1%-ным раствором аммиака.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре 1000—1100°С до постоянной массы. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Титр раствора сернокислого титана (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}5995}{V},$$

где m — масса осадка двуокиси титана, г;

m_1 — масса осадка контрольного опыта, г;

0,5995 — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан;

V — объем раствора титана, взятый для установления массовой концентрации, см³.

Железо хлорное, 0,025 н и 0,035 н растворы: 6,76 или 9,46 г хлорного железа растворяют при нагревании в 200 см³ раствора соляной кислоты (1:19). Затем раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки раствором соляной кислоты (1:19).

Железо III аммоний сернокислый, 0,025 н и 0,035 н растворы: 12,5 или 17,5 г железа III аммония сернокислого растворяют в 400 см³ раствора серной кислоты (1:19), прибавляют 2 %-ный раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски, нагревают и кипятят до исчезновения окраски. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки раствором серной кислоты (1:19) и перемешивают.

Титр 0,025 н и 0,035 н раствора хлорного железа или растворов железа III аммония сернокислого устанавливают по стандартному раствору титана: 50 см³ стандартного раствора титана помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1), добавляют 2 г гранулированного алюминия, далее восстановление и титрование ведут, как указано в п. 3.1.

Массовую концентрацию раствора хлорного железа или железа III аммоний сернокислого (T), выраженный в г/см³ титана, вычисляют по формуле

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

где m — масса титана в объеме стандартного раствора, г;

V — объем раствора хлорного железа или железа III аммоний сернокислого, израсходованный на титрование, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При массовой доле ванадия и молибдена до 0,2% (в сумме) масса навески, взятой из лабораторной пробы, приготовленной в виде порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, в зависимости от массовой доли титана, приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Масса навески, г
От 20,0 до 30,0	0,25
Св. 30,0 » 40,0	0,20
» 40,0 » 70,0	0,10

3.1.1. При массовой доле кремния до 10% навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения. Затем осторожно по каплям приливают 1—2 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до появления густых паров серного ангидрида. После этого колбу снимают с плиты, охлаждают, обмывают стенки колбы водой и снова выпаривают раствор по появления паров серного ангидрида.

3.1.2. При массовой доле кремния свыше 10% навеску помещают в платиновую чашку, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4), добавляют 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают и приливают 5 см³ азотной кислоты.

После растворения навески содержимое чашки выпаривают до появления паров серного ангидрида, охлаждают, приливают 30 см³ воды и раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Затем тщательно обмывают стенки чашки водой и снова выпаривают раствор до появления густых паров серного ангидрида.

3.1.3. К полученному одним из способов (пп. 3.1.1 или 3.1.2) раствору приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1), обмывают стенки колбы водой, приливают 30—40 см³ воды и нагревают до полного растворения солей.

В случае неполного растворения навески нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим раствором серной кислоты (1:19).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают. Остаток сплавляют с 3—4 г пиросернокислого калия при (800±25)°С в течение 8—10 мин. Плав охлаждают, выщелачивают в стакане вместимостью 100 см³ в 30 см³ раствора серной кислоты (1:19), нагревают до полного растворения солей, после чего присоединяют к основному раствору. Объединенный раствор выпаривают до объема 100—120 см³, затем охлаждают, добавляют 2 г гранулированного алюминия, накрывают колбу часовым стеклом и оставляют в холодном месте. Когда закончится растворение алюминия, колбу умеренно нагревают до кипения. После полного растворения алюминия в колбу приливают 10 см³ раствора роданистого аммония и горячий раствор тотчас же титруют раствором хлорного железа или раствором железа III аммония сернокислого до появления устойчивой желто-оранжевой окраски.

Титрование восстановленного титана лучше проводить в присутствии защитной атмосферы — двуокиси углерода.

3.2. При массовой доле ванадия и молибдена свыше 0,2% (в сумме) навеску ферротитана массой 0,2 г, взятую по п. 3.1, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают

40 см³ раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения. Затем осторожно по каплям приливают 1—2 см³ азотной кислоты и выпаривают до появления густых паров серного ангидрида.

Содержимое колбы охлаждают, осторожно приливают 50—60 см³ воды и нагревают до полного растворения солей.

В случае неполного растворения навески нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим раствором серной кислоты (1:19). Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают.

Остаток сплавляют с 3—4 г пиросернокислого калия при температуре (800±25)°С в течение 8—10 мин. Плав охлаждают, выщелачивают в стакане вместимостью 100 см³ в 30 см³ раствора серной кислоты (1:19), нагревают до полного растворения солей и присоединяют к основному раствору.

Объединенный раствор выпаривают до объема 100—120 см³, нагревают до 70—80°С, после чего небольшими порциями при перемешивании переливают в коническую колбу вместимостью 250 см³, куда предварительно налито 60 см³ 25%-ного горячего раствора гидроокиси натрия.

Раствор с осадком кипятят 3—5 мин, после чего оставляют на 15—20 мин. Осадок гидроокисей (титана, железа и др.) отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают осадок и колбу 6—8 раз горячим 3%-ным раствором гидроокиси натрия. Осадок смывают в колбу, в которой производилось осаждение. Остатки осадка растворяют на фильтре в 40 см³ горячего раствора соляной кислоты (1:1). Фильтр промывают 1%-ным раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа (проба с роданистым аммонием).

Полученный раствор пробы выпаривают до 80—100 см³, охлаждают, прибавляют 20 см³ соляной кислоты, 2 г гранулированного алюминия и далее поступают, как указано в п. 3.1.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где T — массовая концентрация раствора хлорного железа или железа III аммоний сернокислого, выраженная в г/см³ титана;

V — объем раствора хлорного железа или железа III аммоний сернокислого, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г.

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

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 20,0 до 40,0	0,4
Св. 40,0 » 70,0	0,6

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