



**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**

ФЕРРОТИТАН

Метод определения кремния

Ferrotitanium. Method for determination of silicon

ГОСТ
14250.7—80

[СТ СЭВ 1235—78]

Взамен
ГОСТ 14250.7—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 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°C.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 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 см³, приливают 60 см³ раствора серной кислоты (1:4), стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения. Затем приливают небольшими порциями 2—3 см³ 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 см³, приливают 100—150 см³ 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 см³ 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 см³ воды, 10 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. В горячий раствор при перемешивании приливают 10 см³ 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 $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$.

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 $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$, 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.

Т а б л и ц а 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

СО Д Е Р Ж А Н И Е

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