



**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 титана

Ferrotitanium. Method for determination of titanium

ГОСТ
14250.1—80

(СТ СЭВ
1232—78)

Взамен
ГОСТ 14250.1—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 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 пироксерникоксидный 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% -ные растворы.

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

Титана двуокись.

Стандартный раствор титана: 1,669 г двуокиси титана, свежeproкаленной при температуре $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$, помещают в платиновую чашку и сплавляют с 25 г пироксерникоксидного калия при температуре $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$. 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°C 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 серноокислый, 0,025 н и 0,035 н растворы: 12,5 или 17,5 г железа III аммония серноокислого 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 серноокислого 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 серноокислого (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 серноокислого, 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 пирросернокислого калия при $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ 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, взвешивают и прокаливают.

Остаток сплавляют с 3—4 г пиросерникоксидного 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 серноокислого, выраженная в г/см³ титана;

V — объем раствора хлорного железа или железа III аммоний серноокислого, 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

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