



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР**

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 17001.4-86—ГОСТ 17001.8-86

Издание официальное

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

**РАЗРАБОТАНЫ Министерством черной металлургии СССР
ИСПОЛНИТЕЛИ**

Н. П. Поздеев, Н. А. Чирков, В. Л. Зуева, Г. И. Гусева, В. П. Глухова

ВНЕСЕНЫ Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября 1986 г. № 3512

*Редактор И. В. Виноградская
Технический редактор Г. А. Теребинина
Корректор Е. И. Морозова*

Сдано в наб 20 12 86 Подп в печ 04 03 87 1,75 усл п л 2,0 усл кр отт 1,75 уч изд л
Тир 8000 Цена 10 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер, 3
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер, 6. Зак 3143

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ**Методы определения циркония**Ferrosilicozirconium. Methods for
determination of zirconium**ГОСТ
17001.4—86**Взамен
ГОСТ 17001.4—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября
1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический и комплексонометрический методы определения циркония в ферросиликоцирконии при массовой доле его от 15 до 70%.

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. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ
МИНДАЛЬНОЙ КИСЛОТЫ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на осаждении циркония миндальной кислотой в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2,5 моль/дм³. Образующийся осадок миндальнокислого циркония— $Zr(C_6H_5CHONCOO)_4$ прокалывают по двуокиси циркония и взвешивают.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:50.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1987

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота миндальная, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³.

Промывная жидкость: 50 г миндальной кислоты растворяют в 1 дм³ соляной кислоты (1:50).

2.3. Проведение анализа

Навеску ферросиликоциркония массой 0,5 г при массовой доле циркония до 30% или 0,2 г при массовой доле циркония свыше 30% помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты, добавляют по каплям фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см³ фтористоводородной кислоты.

Чашку помещают на плиту и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают 10 см³ раствора серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха. Стенки чашки обмывают водой и снова выпаривают досуха.

Содержимое чашки охлаждают, приливают 30 см³ соляной кислоты и растворяют соли при нагревании. Полученный раствор переносят в стакан вместимостью 400 см³, стенки чашки обмывают небольшим количеством воды, собирая промывные воды в тот же стакан и нагревают до 80°C. Если раствор мутный, то проводят нагревание до получения прозрачного раствора.

При наличии нерастворимого остатка его отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, и промывают 10—12 раз горячей соляной кислотой (1:50), фильтр с остатком отбрасывают.

Затем при перемешивании тонкой струей прибавляют 75 см³ раствора миндальной кислоты. Общий объем раствора должен быть около 150 см³. Осадок миндальнокислого циркония выдерживают при 80—85°C в течение 40 мин, периодически перемешивая. Для лучшего отстаивания раствор с осадком выдерживают до полного охлаждения при комнатной температуре (можно оставить до следующего дня).

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы. Фильтр с осадком промывают 12—15 раз промывной жидкостью. Для проверки фильтрата на полноту осаждения циркония его оставляют на 12 ч.

При выпадении осадка его дополнительно отфильтровывают на плотный фильтр и промывают промывной жидкостью.

Фильтры с основным и дополнительным осадком объединяют, помещают во взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°C до постоянной массы. Тигель охлаждают и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) 0,7403 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса осадка двуокиси циркония, г;

m_2 — масса осадка в контрольном опыте, г;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице

Массовая доля циркония, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 15,0 до 30,0 включ.	0,4
Св. 30,0 » 50,0 »	0,5
» 50,0 » 70,0 »	0,6

3. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на прямом титровании цирконил-иона (ZrO^{2+}) раствором трилона Б в горячем растворе соляной кислоты с массовой концентрацией 2 моль/дм³ в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением его двуххлористым оловом.

Алюминий и титан в количествах, содержащихся в ферросиликоцирконии, определению циркония не мешают.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:5, 1:50 и раствор с молярной концентрацией 6 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Кислота миндальная, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм³.

Промывная жидкость: 50 г миндальной кислоты растворяют в 1 дм³ соляной кислоты (1:50).

Олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³: 50 г двуххлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор ксиленоловый оранжевый.

Смесь индикаторная: 1 г ксиленолового оранжевого растирают с 50 г хлористого натрия.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Циркония хлорокись (цирконила хлористый).

Стандартный раствор циркония: 3,533 г хлористого циркониила растворяют в 100 см³ соляной кислоты с молярной концентрацией 6 моль/дм³. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки этой же кислотой и перемешивают.

Массовая концентрация циркония равна 0,001 г/см³.

Допускается стандартный раствор готовить из металлического циркония.

Массовую концентрацию циркония в стандартном растворе проверяют гравиметрическим методом. Для этого аликвотную часть стандартного раствора 50 см³ помещают в стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 30 см³ соляной кислоты и нагревают до 80°C. Затем при перемешивании тонкой струей прибавляют 75 см³ раствора миндальной кислоты. Общий объем раствора должен быть около 150 см³. Раствор с осадком миндальнокислого циркония выдерживают при 80—85°C в течение 40 мин, периодически перемешивая. Для лучшего отстаивания раствор с осадком выдерживают до полного охлаждения при комнатной температуре (лучше оставить на 12 ч).

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, содержащий небольшое количество беззольной фильтробумажной массы, и промывают фильтр с осадком 12—15 раз промывной жидкостью.

Фильтр с осадком помещают во взвешенный тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1100°C до постоянной массы, после чего тигель охлаждают и взвешивают.

Массовую концентрацию раствора циркония, (*c*), выраженную в г/см³, вычисляют по формуле

$$c = \frac{m \cdot 0,7403}{V},$$

где *m* — масса двуокиси циркония, г;

V — объем стандартного раствора, взятый для определения, см³;

0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N' — тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,025 моль/дм³: 9,306 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды в присутствии нескольких капель аммиака.

Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Фильтр промывают 2—3 раза водой и отбрасывают. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Устанавливают массовую концентрацию раствора трилона Б, выраженную в г/см³ циркония. Для этого аликвотную часть стандартного раствора циркония 50 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 10 см³ серной кислоты (1:4), выпаривают до выделения обильных паров серной кислоты и охлаждают. Прибавляют 70 см³ соляной кислоты (1:5), нагревают до кипения и кипятят в течение 1—2 мин. Затем прибавляют 0,02 г индикаторной смеси и горячий раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в лимонно-желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (c_1), выраженную в г/см³ циркония, вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{m}{V},$$

где m — масса циркония в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора циркония, см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросиликоциркония массой 0,2 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см³ воды, 5 см³ азотной кислоты, а затем по каплям добавляют фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см³ фтористоводородной кислоты в избыток. Чашку помещают на плиту и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают 10 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают до обильных паров серной кислоты в течение 10 мин.

Чашку охлаждают, стенки чашки обмывают водой и вновь выпаривают раствор до выделения паров серной кислоты в течение 10 мин. Чашку охлаждают, приливают 30—40 см³ воды и нагревают до растворения солей. Затем раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³. Обмывают стенки чашки водой несколько раз, собирая промывные воды в ту же колбу. Раствор кипятят в течение 1—2 мин.

После этого раствор охлаждают, осаждают цирконий аммиаком, прибавляя его до прекращения выделения осадка, и еще 5—10 см³ в избыток. Раствор нагревают до кипения и кипятят в течение 3—5 мин. Осадку дают отстояться, а затем отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 6—8 раз горячей водой с несколькими каплями аммиака. Осадок раст-

воряют в горячей соляной кислоте (1:5), собирая раствор в колбу вместимостью 250 см³, в которой проводилось осаждение гидроксидов аммиаком. Общий объем раствора должен быть не более 70 см³.

Раствор нагревают до полного растворения осадка гидроксидов и кипятят в течение 1—2 мин. Для восстановления трехвалентного железа прибавляют по каплям раствор двухлористого олова до исчезновения желтой окраски. Затем прибавляют 0,015—0,020 г смеси индикатора и снова нагревают раствор до кипения.

Горячий раствор медленно по каплям титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовой в лимонно-желтую. (Перед концом титрования раствор можно подогреть).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю циркония (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c V 100}{m},$$

где c — массовая концентрация трилона Б, выраженная в г/см³ циркония;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допустимых значений, указанных в таблице.