



ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР

---

## ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗОВ

ГОСТ 17001.4-86—ГОСТ 17001.8-86

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ССРП 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. Антилин

**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.  
Тираж 8000 Цена 10 коп

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

## ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

## Методы определения циркония

Ferrosilicozirconium. Methods for determination of zirconium

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

ГОСТ  
17001.4—86Взамен  
ГОСТ 17001.4—71

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/дм<sup>3</sup>. Образующийся осадок миндальноокислого циркония — Zr (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>2</sub>NO<sub>2</sub>COO)<sub>4</sub> прокаливают 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.



Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота миндальная, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм<sup>3</sup>.

Промывная жидкость: 50 г миндальной кислоты растворяют в 1 дм<sup>3</sup> 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 выше 30% помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляют по каплям фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластмассы, и еще 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты.

Чашку помещают на плиту и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и выпаривают содержимое чашки досуха. Стенки чашки обмывают водой и снова выпаривают досуха.

Содержимое чашки охлаждают, приливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и растворяют соли при нагревании. Полученный раствор переносят в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора миндальной кислоты. Общий объем раствора должен быть около 150 см<sup>3</sup>. Осадок миндальноокислого 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, озолят 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

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

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, %
Ог 15,0 до 30,0 включ.	0,4
Св. 30,0 > 50,0 >	0,5
> 50,0 > 70,0 >	0,6

## 3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на прямом титровании цирконий-иона ( $ZrO^{2+}$ ) раствором трилон-Б в горячем растворе соляной кислоты с массовой концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Промывная жидкость: 50 г миндальной кислоты растворяют в 1 дм<sup>3</sup> соляной кислоты (1:50).

Олово двуххлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>; 50 г двуххлористого олова растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> 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 (цирконил хлористый).

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

Массовая концентрация циркония равна 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Допускается стандартный раствор готовить из металлического циркония.

Массовую концентрацию циркония в стандартном растворе проверяют гравиметрическим методом. Для этого аликовотную часть стандартного раствора 50 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, прибавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до 80°C. Затем при перемешивании тонкой струей прибавляют 75 см<sup>3</sup> раствора миндальной кислоты. Общий объем раствора должен быть около 150 см<sup>3</sup>. Раствор с осадком миндально-кислого 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, (с), выраженную в г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

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

где *m* — масса двуокиси циркония, г;

*V* — объем стандартного раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

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/дм<sup>3</sup>: 9,306 г трилона Б растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды в присутствии нескольких капель аммиака.

Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. 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/см<sup>3</sup> циркония. Для этого аликовтную часть стандартного раствора циркония 50 см<sup>3</sup> помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), выпаривают до выделения обильных паров серной кислоты и охлаждают. Прибавляют 70 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup> циркония, вычисляют по формуле

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

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

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора циркония, см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферросиликоциркония массой 0,2 г помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, приливают 5 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, а затем по каплям добавляют фтористоводородную кислоту до растворения основной массы навески, прикрыв чашку крышкой из пластины, и еще 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты в избыток. Чашку помещают на плиту и нагревают до полного растворения навески. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Затем раствор переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> 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 расти-

воряют в горячей соляной кислоте (1:5), собирая раствор в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в которой проводилось осаждение гидроксидов аммиаком. Общий объем раствора должен быть не более 70 см<sup>3</sup>.

Раствор нагревают до полного растворения осадка гидроксидов и кипятят в течение 1—2 мин. Для восстановления трехвалентного железа прибавляют по каплям раствор двуххлористого 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/см<sup>3</sup> циркония;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

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