



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Е С Т А Н Д А Р Т Ы  
С О Ю З А С С Р

## 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  
М е с к в а

**ГОСТ****ФЕРРОТИТАН****Метод определения алюминия**

Ferrotitanium. Method for determination of aluminum

**14250.6—80****[СТ СЭВ 1237—78]**

Взамен

**ГОСТ 14250.6—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 алюминия (при массовой доле алюминия от 3 до 35 %) в ферротитане.

Метод основан на образовании устойчивого бесцветного комплексного соединения алюминия с динатриевой солью этилендиаминетрауксусной кислоты (трилон Б) с последующим разрушением этого соединения фтористым аммонием. Эквивалентное количество выделившегося трилона Б титруют раствором уксусно-кислого цинка и сернокислой меди в присутствии индикаторов ксиленолового оранжевого, дитизона или 1-(пиридинил-азо)-2-нафтола (ПАН). От сопутствующих элементов алюминий отделяют гидроокисью натрия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1237—78.

**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. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4 и 1:9.  
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

**Издание официальное****Перепечатка воспрещена***Переиздание. Сентябрь 1985 г.*

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40%-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 25%-ный раствор; раствор хранят в полиэтиленовой бутыли.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Индикатор ксиленоловый оранжевый: 1 г ксиленолового оранжевого растирают с 100 г хлористого натрия.

Дитизон по ГОСТ 10165—79, 0,3%-ный спиртовой раствор.

1-(пиридил-азо)-2-нафтол (ПАН) — индикатор; 0,2 %-ный раствор в изопропиловом спирте.

Спирт этиловый, ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Спирт изопропиловый.

Фенолфталеин-индикатор, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, 30%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Ацетатно-буферный раствор I, рН 5,5—5,8: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Ацетатно-буферный раствор II, рН 5,6—5,8: 320 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Содержимое переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> уксусной кислоты и доливают водой до метки.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,025 М раствор: 9,3 г трилона Б растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды в присутствии нескольких капель аммиака, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и фильтрат промывают 2—3 раза водой. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Железо металлическое.

Титан металлический.

Алюминий металлический.

Стандартный раствор алюминия: 1 г металлического алюминия растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, окисляют 4—5 каплями азотной кислоты, кипятят; охлаждают и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия содержит 0,001 г алюминия.

Цинк уксуснокислый, 0,025 М раствор: 5,486 г уксуснокислого цинка растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают до полного растворения соли, охлаждают, раствор переливают в мерную колбу:

вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Для получения прозрачного раствора добавляют несколько капель уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, 0,025 М раствор: 6,24 г сернокислой меди растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, нагревают до полного растворения соли. Раствор охлаждают, фильтруют, промывают фильтр водой, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка и раствора сернокислой меди, выраженный в г/см<sup>3</sup> алюминия, устанавливают по стандартному раствору алюминия: берут навески железа и титана в зависимости от их содержания в пробе, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают от 20 до 40 см<sup>3</sup> стандартного раствора алюминия, 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) и далее проводят анализ как указано в разд. 3.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески, взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, в зависимости от массовой доли алюминия, а также аликвотную часть раствора определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см <sup>3</sup>
От 3,0 до 4,0	0,5	100
Св. 4,0 » 8,0	0,25	100
» 8,0 » 16,0	0,25	50
» 16,0 » 25,0	0,25	25
» 2,50 » 35,0	0,20	25

3.2. При массовой доле кремния до 10% навеску ферротита на помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения навески. Затем приливают по каплям 1—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают содержимое колбы до появления густых паров серной кислоты.

После этого содержимое колбы охлаждают, приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения солей.

При наличии нерастворимого остатка его отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озолят и прокаливают. К содержимому тигля приливают 3 см<sup>3</sup> раствора фтористово-

дородной кислоты, 2—3 капли серной кислоты и упаривают досуха, затем остаток сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия при  $(800\pm23)$  °С. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:19) и выщелачивают при нагревании. Полученный раствор присоединяют к основному раствору.

3.3. При массовой доле кремния свыше 10% навеску ферротитана помещают в платиновую чашку, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4), 5 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают и приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты.

После растворения навески раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое чашки охлаждают, приливают 25—30 см<sup>3</sup> воды и переводят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, тщательно обмывают стенки чашки горячей водой. Вновь упаривают раствор до густых паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды и нагревают до полного растворения солей.

3.4. Полученный одним из способов, указанных в п. 3.2 или 3.3, раствор, нагретый до 70—80°С, приливают тонкой струей при перемешивании в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, куда предварительно налито 60 см<sup>3</sup> горячего раствора гидроокиси натрия. Раствор с осадком кипятят 3—5 мин, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

3.5. В зависимости от способа титрования раствора проводят определение содержания алюминия.

3.5.1. При титровании избытка трилона Б раствором уксусно-кислого цинка аликовотную часть анализируемого раствора, взятую в соответствии с табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина до исчезновения окраски и дают 2 см<sup>3</sup> в избыток, приливают из бюrette 50 см<sup>3</sup> трилона Б, 40 см<sup>3</sup> ацетатно-буферного раствора I, воды до объема 200 см<sup>3</sup> и кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают уксуснокислым раствором цинка в присутствии 0,1 г смеси ксиленолового оранжевого до перехода желтой окраски раствора в малиново-красную или приливают 3 см<sup>3</sup> раствора дитизона и титруют до перехода желто-коричневой окраски раствора в малиновую.

Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония, кипятят раствор 2—3 мин, охлаждают и титруют выделившийся трилон Б раствором уксуснокислого цинка в присутствии 0,05 г ксиленолового оранжевого или добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора дитизона.

3.5.2. При титровании избытка трилона Б раствором сернокислой меди аликвотную часть анализируемого раствора, взятую в соответствии с табл. 1, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором соляной кислоты в присутствии 2—3 капель раствора фенолфталеина до исчезновения окраски и дают 2 см<sup>3</sup> в избыток; из бюретки приливают 50 см<sup>3</sup> трилона Б и 5 см<sup>3</sup> ацетатно-буферного раствора II, приливают воды до объема 200 см<sup>3</sup> и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до температуры 60—80°C, прибавляют 1 см<sup>3</sup> раствора ПАН и избыток ЭДТА оттитровывают раствором сернокислой меди до перехода желтой окраски раствора в устойчивую фиолетово-красную. Затем приливают 5 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают до температуры 60—80°C и титруют выделившуюся ЭДТА раствором сернокислой меди.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $V$  — объем раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, израсходованный на титрование раствора ЭДТА, выделившегося после прибавления раствора фтористого аммония, см<sup>3</sup>;

$T$  — массовая концентрация 0,025 М раствора уксуснокислого цинка или сернокислой меди, выраженная в г/см<sup>3</sup> алюминия;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 3,0 до 6,0	0,20
Св. 6,0 » 10,0	0,25
» 10,0 » 20,0	0,35
» 20,0 » 35,0	0,45

## 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 *P. С. Федорова*

Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*

Корректор *B. 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