



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
С О Ю З А С С Р**

ФЕРРОТИТАН

**МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО
АНАЛИЗА**

**ГОСТ 14250.I-80—ГОСТ 14250.II-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**ГОСТ
14250.5—80****Методы определения меди****(СТ СЭВ 1238—78)**

Ferrotitanium. Methods for determination of copper

**Взамен
ГОСТ 14250.5—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 полярографический метод определения меди (при массовой доле меди от 0,10 до 3,5%); фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом натрия (при массовой доле меди от 0,10 до 0,50%); фотометрический метод определения меди по окраске медно-аммиачного комплекса (при массовой доле меди от 0,5 до 3,5%) в ферротитане.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1238—78.

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. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на способности ионов меди восстанавливаться на ртутном капельном катоде при потенциале минус 0,48 В.

Медь от железа, титана и других мешающих элементов отделяют в виде аммиачного комплекса.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Полярограф со всеми принадлежностями.

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Натрий сернистокислый (сульфит) безводный по ГОСТ 195—77.

Калий пироксерникоксильный по ГОСТ 7172—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 10%-ный раствор.

Желатин по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Титана двуокись.

Раствор титана: 1,70 г двуокиси титана сплавляют в платиновой чашке с 20 г пироксерникоксильного калия в течение 20 мин, плав растворяют в 80 см³ раствора серной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,004 г титана.

Железо хлорное по ГОСТ 4142—77, 20%-ный раствор.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 20—25 см³ раствора азотной кислоты, добавляют 30 см³ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см³ воды, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 100 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г меди.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Массу навески, взятой 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 меди определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,5	1,0
Св. 0,5 > 1,5	0,5
> 1,5 > 3,5	0,25

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения. Затем по каплям при-

ливают 2 см³ азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора. Раствор нагревают до удаления окислов азота и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Содержимое колбы охлаждают, приливают 70—80 см³ воды, 20 см³ раствора хлористого аммония и нагревают до растворения солей.

При массовой доле меди 0,1—0,5% к содержимому конической колбы приливают 50 см³ аммиака и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, после чего добавляют 3 г сернисто-кислого натрия, 5 см³ раствора желатина, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют на 10 мин.

При массовой доле меди свыше 0,5% к содержимому конической колбы приливают 60 см³ раствора аммиака, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 4 г сернисто-кислого натрия, 5 см³ раствора желатина, доливают до метки водой, перемешивают и оставляют на 10 мин.

Аммиачные растворы фильтруют через двойные складчатые фильтры средней плотности в сухие колбы, первые порции фильтрата отбрасывают.

Часть раствора наливают в электролизер и полярографируют при напряжении на электродах от минус 0,1 до минус 0,6 В.

2.3.2. Расчет содержания производят методом сравнения со стандартным раствором меди, проведенным через все стадии анализа.

Для этого в зависимости от содержания меди отбирают стандартные растворы А и Б в конические колбы вместимостью 250 см³: при массовой доле меди от 0,1 до 0,5% — от 5 до 50 см³ стандартного раствора Б; при массовой доле меди свыше 0,5% — от 2 до 9 см³ стандартного раствора А.

Прибавляют по 70 см³ раствора титана и по 15 см³ раствора хлорного железа, нагревают до появления паров серной кислоты, охлаждают, прибавляют 70—80 см³ воды, 20 см³ раствора хлористого аммония, перемешивают раствор и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³.

Далее поступают как указано в п. 2.3.1. Содержание меди допускается определять методом добавок. В этом случае к навеске ферротитана добавляют такое количество стандартного раствора меди, чтобы высота волны добавки составляла не менее половины высоты волны исследуемой пробы.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди (X) методом сравнения в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot m \cdot 100}{H_1 \cdot m_1},$$

где H — высота волны, полученная полярографированием раствора навески ферротитана, мм;

H_1 — высота волны, полученная при полярографировании стандартного раствора меди, мм;

m — масса меди во взятом стандартном растворе, г;

m_1 — масса навески ферротитана, г.

Массовую долю меди (X) методом добавок в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot m \cdot 100}{(H_1 - H) \cdot m_1},$$

где H — высота полярографической волны анализируемой навески ферротитана, мм;

H_1 — высота полярографической волны анализируемой навески ферротитана с добавкой меди, мм;

m — масса добавляемой меди, г;

m_1 — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20	0,03
Св. 0,20 » 0,30	0,04
» 0,30 » 0,50	0,05
» 0,50 » 1,00	0,07
» 1,00 » 2,50	0,10
» 2,50 » 3,50	0,15

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ ДИЭТИЛДИТИОКАРБАМАТА НАТРИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в желто-коричневый цвет комплексного соединения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в аммиачном растворе и измерении оптической плотности.

Мешающие определению элементы связывают лимонной кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

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

Желатин по ГОСТ 11293—78, 0,5%-ный раствор, свежеприготовленный.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 20%-ный раствор.

Натрия диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 0,5%-ный свежеприготовленный.

Медь электролитическая.

Стандартные растворы меди.

Раствор А: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 40 см³ раствора азотной кислоты. После полного растворения навески добавляют 30 см³ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Соли растворяют в 200 см³ воды, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску ферротитана массой 0,5 г, взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора серной кислоты (1:4), нагревают до полного растворения, приливают 1—2 см³ азотной кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Две аликвотные части раствора по 10—25 см³ отбирают пипеткой в мерные колбы вместимостью по 100 см³, приливают в каждую колбу 15 см³ раствора лимонной кислоты, 10 см³ свежеприготовленного раствора желатина, 15 см³ аммиака, перемешивают и охлаждают.

Затем в одну из колб добавляют 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, перемешивают и доливают водой до метки, в другую колбу доливают только воду до метки и этот раствор служит раствором сравнения.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в области светопропускания от 400 до 440 нм или спектрофотометре при длине волны 435 нм.

3.3.2. Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10 см³ стандартного раствора Б; добавляют 10 см³ раствора лимонной кислоты, 10 см³ раствора желатина, 15 см³ аммиака, перемешивают и охлаждают. Затем в ра-

створы приливают по 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и доливают до метки водой.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в области светопропускания от 400 до 440 нм или спектрофотометре при длине волны 435 нм. В качестве раствора сравнения используют воду.

По данным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю меди (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса меди, найденная по градуировочному графику, г;
 m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

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

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПО ОКРАСКЕ МЕДНО-АММИАЧНОГО КОМПЛЕКСА

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в синий цвет медноаммиачного комплекса, полученного при взаимодействии ионов меди с избытком аммиака и измерении оптической плотности.

Сопутствующие элементы (железо, титан и др.) отделяют в виде гидроокисей.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Железо металлическое.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 10%-ный раствор.

Титан металлический.

Медь электролитическая.

Стандартный раствор меди: 1 г электролитической меди растворяют при нагревании в 40 см³ раствора азотной кислоты. После полного растворения навески добавляют 30 см³ раствора серной кислоты (1:1) и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Соли растворяют в 200 см³ воды, раствор переносят в

мерную колбу вместимостью 1 дм³, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 0,001 г меди.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску ферротитана массой 1 г, взятую из лабораторной пробы, приготовленной в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито со стороной ячейки в свету 0,16 мм помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора серной кислоты (1:4) и умеренно нагревают до полного растворения. Затем приливают по каплям 2—3 см³ азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора, нагревают для удаления окислов азота и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, добавляют при непрерывном перемешивании небольшими порциями раствор аммиака до выпадения гидроокисей, затем дают в избыток 30—35 см³. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через складчатый фильтр средней плотности в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в области светопропускания от 620 до 700 нм или спектрофотометре при длине волны 700 нм.

Раствор контрольного опыта, проведенного в тех же условиях, используют в качестве раствора сравнения.

4.3.2. При построении калибровочного графика в семь конических колб емкостью 250 см³ помещают по 0,5 г металлического железа, по 0,3 г титана металлического, приливают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0 см³ стандартного раствора меди, приливают 50 см³ раствора серной кислоты (1:4) и нагревают до полного растворения навески. Затем по каплям добавляют 2—3 см³ азотной кислоты до прекращения вспенивания раствора, нагревают до удаления окислов азота и выпаривают до появления густых паров серной кислоты.

Содержимое колбы охлаждают, приливают 100 см³ воды, нагревают до полного растворения солей, добавляют при непрерывном перемешивании раствор аммиака до выпадения гидроокисей, затем дают в избыток 30—35 см³. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аммиачный раствор фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Измерение оптической плотности проводят, как указано в п. 4.3.1.

В качестве раствора сравнения используют воду.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди в процентах вычисляют по п.3.4.1.

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

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 *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