



**ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ  
СОЮЗА ССР**

**ФЕРРОТИТАН**

**МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**ГОСТ 14250.1—90 (СТ СЭВ 1232—89,  
ИСО 7692—83),**

**ГОСТ 14250.4—90 (СТ СЭВ 1236—89),**

**ГОСТ 14250.5—90 (СТ СЭВ 1238—89),**

**ГОСТ 14250.6—90 (СТ СЭВ 1237—89),**

**ГОСТ 14250.7—90 (СТ СЭВ 1235—89)**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ  
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ**

**Москва**

**ФЕРРОТИТАН**

ГОСТ

14250.1—90

Метод определения титана

Ferrotitanium.

Method for determination of titanium

(СТ СЭВ 1232—89,  
ИСО 7692—83)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический метод определения титана в ферротитане при массовой доле его от 15 до 80 %.

Метод основан на восстановлении четырехвалентного титана до трехвалентного металлическим алюминием в кислом растворе с последующим титрованием раствором трехвалентного железа в присутствии роданид-ионов в защитной атмосфере инертного газа или на воздухе в присутствии комплексообразователя уксусной кислоты.

Для устранения мешающего влияния ванадия и молибдена при их суммарном содержании свыше 0,2% титан отделяют гидроокисью натрия.

Допускается определение титана по методике международного стандарта ИСО 7692—83, приведенного в приложении.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

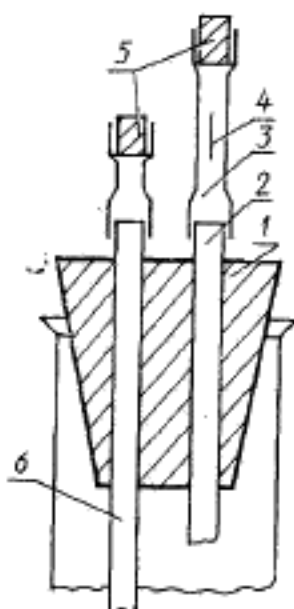
Клапан Бунзена (черт. 1) состоит из пробки (1), сквозь которую проходит стеклянная трубка (2). На стеклянную трубку насажена резиновая трубка (3), верхний конец которой закрыт стек-

Издание официальное

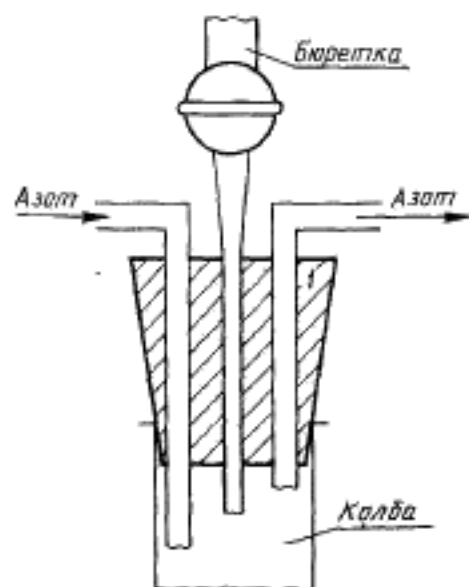
© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

261-95



Черт. 1



Черт. 2

## 6. ПРОБА

Используют порошок, проходящий через сито с отверстиями размером 160 мкм, приготовленный согласно ИСО 3713.

## 7. ХОД АНАЛИЗА

### 7.1 Навеска

Отбирают навеску массой  $(1 \pm 0,0002)$  г.

### 7.2 Контрольный анализ

Проводят контрольный анализ параллельно определению в тех же условиях, используя то же количество всех реактивов (кроме раствора двойной соли сульфата железа и аммония) и без навески.

### 7.3 Контрольное испытание

Проверяют правильность проведения анализа, проводя параллельно анализу в тех же условиях определение содержания титана в одной или нескольких пробах одного типа с известным содержанием титана.

### 7.4 Установка титра раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония

#### 7.4.1 Анализ с использованием титановой губки

Определение проводят на навеске титановой губки массой 0,75—0,85 г.

#### 7.4.2 Анализ с использованием стандартного раствора титана

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> переносят пипеткой 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора титана, 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной (1+1), и 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Продолжают согласно п. 7.5.3.2.

Проводят контрольный анализ в тех же условиях, чтобы проверить отсутствие титана в реактивах, использованных для приготовления стандартного раствора.

## 7.5 Определение

### 7.5.1. Растворение навески

Помещают навеску в тefлоновый стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Приливают примерно 20 см<sup>3</sup> воды и 35 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной (1+1). Когда реакция замедлится, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Закрывают стакан тefлоновой крышкой. Проводят окисление без нагревания с помощью 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, добавляя ее по каплям. Когда реакция закончится, снимают крышку и осторожно нагревают раствор до появления белых паров. Продолжают нагревать в течение примерно 5 мин. Охлаждают раствор, приливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, осторожно перемешивают, закрывают и нагревают на плите до просветления раствора. Споласкивают крышку 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Охлаждают и переливают раствор в мерную колбу с меткой вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Споласкивают стакан и разбавляют раствор дистиллированной водой (раствор А) до метки.

Если ожидаемое содержание титана в пробе находится в пределах от 20 до 45% (м/м), то отбирают точно 50 см<sup>3</sup> раствора А. Если ожидаемое содержание титана находится от 45 до 75% (м/м), то отбирают точно 25 см<sup>3</sup> раствора А. Эту аликвотную часть переносят в низкий стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, содержащий 10 см<sup>3</sup> раствора сульфата железа (III), если нужно отделить мешающие элементы, продолжая действовать согласно п. 7.5.2, или в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, если такое отделение не проводится, продолжая действовать согласно п. 7.5.3.1.

### 7.5.2. Отделение мешающих элементов

К аликвотной части раствора А в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и 2 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода, нагревают до кипения и кипятят 5 мин. Дают осадку отстояться и фильтруют либо через двойной быстроседействующий фильтр, либо через фильтр, покрытый бумажной пульпой. После того как весь осадок гидроксида перенесен на фильтр, промывают фильтр раствором гидроксида натрия и споласкивают стакан и осадок шесть раз примерно 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия. Споласкивают трубку воронки водой и помещают воронку в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

В стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 45 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 15 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной (1+4), и нагревают до 60—70°C. С помощью этой смеси кислот растворяют осадок гидроксилов на фильтре, добавляя ее порциями по 10 см<sup>3</sup> и давая каждой порции полностью пройти через фильтр перед подачей следующей порции. Когда стакан станет пустым, приливают 35 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают, как описано выше, и промывают фильтр порциями соляной кислоты примерно по 10 см<sup>3</sup>. В заключение споласкивают стакан, фильтр и трубку воронки горячей водой (70—80°C), общий объем которой не должен превышать 40 см<sup>3</sup>. Продолжают согласно п. 7.5.3.2.

### 7.5.3. Титрование

#### 7.5.3.1. Отсутствие мешающих элементов

К аликвотной части раствора А, помещенной в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 85 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 25 см<sup>3</sup> воды. Продолжают согласно 7.5.3.2.

#### 7.5.3.2. Восстановление титана

К опытному раствору контрольного испытания, полученному согласно п. 7.5.2 или 7.5.3.1, добавляют ( $2 \pm 0,2$ ) г кислого углекислого натрия и ( $4 \pm 0,2$ ) г алюминия, разрезанного на несколько кусочков. Сразу же закрывают колбу клапаном Бульена или трубкой Геккеля, наполненной насыщенным раствором кислого углекислого натрия<sup>1</sup>. Во время восстановления очень часто встряхивают.

<sup>1</sup> В конце восстановления может произойти всасывание в клапане Геккеля; в этом случае надо быстро добавить насыщенный раствор углекислого натрия.

## 7.5.3.3. Титрование в атмосфере азота

Перед полным растворением алюминия присоединяют погружающуюся трубку 6 клапана Бузена к источнику азота, убрав резиновую трубку 3. Устанавливают расход азота до  $(0,7 \pm 0,1)$  дм<sup>3</sup>/мин. Когда алюминий растворится (прекратится бурное выделение газа), полностью погружают колбу в холодную воду, для возможности азоту выйти через щель 4 каучуковой трубки 3, пока раствор не остынет до комнатной температуры (необходимое время — примерно 7 мин).

Не перекрывая струю азота, приподнимают клапан Бузена, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония и вставляют магнитный стержень. Смешивают погружающуюся трубку 6 кипяченой водой и заменяют клапан Бузена титровальной установкой (черт. 2), предварительно подключив ее к источнику азота. Всю систему ставят на магнитную мешалку и титруют раствором двойной соли сульфата железа (III) и аммония до получения стойкой розовой окраски.

## 7.5.3.4. Титрование в атмосфере двуокиси углерода

Когда алюминий полностью растворится, охлаждают раствор и вынимают клапан Бузена или трубку Геккеля. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония и титруют раствором двойной соли сульфата железа (III) и аммония до получения стойкой розовой окраски.

## 8. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Если титр раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония устанавливают методом с использованием титановой губки, то содержание титана ( $x$ ), выраженное в процентах, вычисляют по формуле

$$x = \frac{m_1}{V_2 - V_1} \cdot \frac{V_3 - V_1}{m_2} \cdot 100,$$

где  $V_1$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный при контрольном анализе, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный для титрования с применением титановой губки, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный при проведении анализа, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса титановой губки, содержащаяся в аликвотной части, полученной согласно п. 7.5.1, г;

$m_2$  — масса ферротитана, содержащаяся в аликвотной части, полученной согласно п. 7.5.1, г.

8.2. Если титр раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония устанавливают методом с применением стандартного раствора титана согласно п. 7.4.2, то содержание титана ( $x$ ), выраженное в процентах, вычисляют по формуле

$$x = \frac{m_1}{V_2 - V_1} \cdot \frac{V_3 - V_1}{m_2} \cdot 100,$$

где  $V_1$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный при контрольном анализе с установкой титра, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный для титрования 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора титана, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный при определении, см<sup>3</sup>;

$V_4$  — объем раствора двойной соли сульфата железа (III) и аммония, использованный при контрольном анализе, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса титана, содержащаяся в 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора титана, г;

$m_2$  — масса ферротитана, содержащаяся в аликвотной части, полученной согласно п. 7.5.1, г.

### 9. ОТЧЕТ ОБ ИСПЫТАНИИ

В отчете указывается

- а) ссылка на настоящий международный стандарт;
- б) описание пробы;
- в) полученный результат и способ его выражения;
- г) все особенности, выявленные в ходе определения;
- д) описание операций, не предусмотренных настоящим стандартом или рассматриваемых как необязательные.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

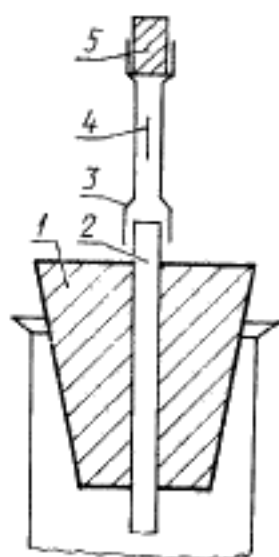
В. Г. Мизин, Т. А. Перфильева, С. И. Ахманаев, Г. И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Государственного комитета СССР по управлению качеством  
продукции и стандартам от 29.12.90 № 37493. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1232—89, кроме  
приложения

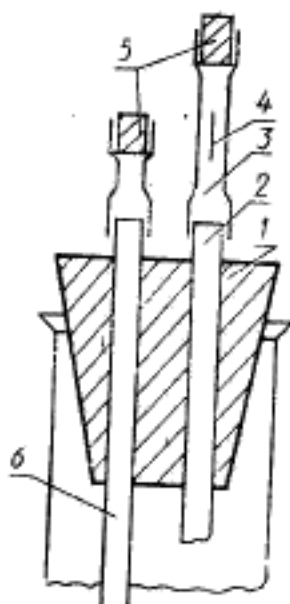
## 4. ВЗАМЕН ГОСТ 14250.1—80

Приложение подготовлено методом прямого применения между-  
народного стандарта ИСО 7692—83 «Ферротитан. Определе-  
ние содержания титана. Титриметрический метод»5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-  
ТЫ

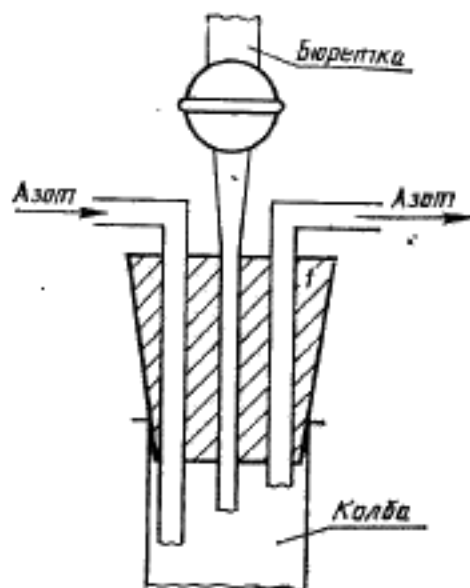
Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 61—75	Разд. 2
ГОСТ 83—79	Разд. 2
ГОСТ 177—88	Разд. 2
ГОСТ 3118—79	Разд. 2
ГОСТ 3760—79	Разд. 2
ГОСТ 4139—75	Разд. 2
ГОСТ 4147—74	Разд. 2
ГОСТ 4201—79	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 7172—76	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 10929—76	Разд. 2
ГОСТ 20490—75	Разд. 2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 27067—86	Разд. 2
ГОСТ 28473—90	1.1



Черт. 1



Черт. 2



Черт. 3



ляной пробкой (5). Резиновая трубка, насаженная на стеклянную трубку (2), имеет продольный надрез (4), который сделан лезвием бритвы на длину 10—15 мм. В случае восстановления титана в атмосфере инертного газа в клапан Бунзена (черт. 2) дополнительно вставляется стеклянная трубка (6) для подачи инертного газа. Допускается применение защитных клапанов других типов.

Насадка для титрования в атмосфере инертного газа (черт. 3).

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и растворы 1:1, 1:4, 1:19.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 3:2, 1:1, 1:19.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Смесь кислот: к 450 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (3:2) приливают 150 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) и перемешивают.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Алюминий металлический в виде пластинок толщиной 0,2—0,5 мм.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 500 г/дм<sup>3</sup> или калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор 600 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор 1:24.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, растворы 30 и 250 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201 или натрий углекислый по ГОСТ 83.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929 или по ГОСТ 177.

Титана двуокись.

Стандартный раствор титана.

1,6680 г двуокиси титана, свежепрокаленной при температуре  $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$ , сплавляют в платиновой чашке с 25 г пироксернистого калия при температуре  $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ . Охлажденный плав помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> горячего раствора серной кислоты (1:1). Затем приливают 100 см<sup>3</sup> воды и полученный раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Фильтр промывают 5—6 раз раствором серной кислоты (1:19) и отбрасывают. Раствор охлаждают, доливают до метки раствором серной кислоты (1:19) и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора титана устанавливают следующим образом:

50,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора титана помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, добавляют 100—150 см<sup>3</sup> воды, приливают при перемешивании аммиак до выпадения гидроксида титана и 10 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор с осадком нагревают до кипения, осадок

отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза теплым раствором аммиака.

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре  $(1000 \pm 25)^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора титана ( $c$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> титана, вычисляют по формуле

$$c = \frac{(m - m_1) \cdot 0,5995}{50}, \quad (1)$$

где  $m$  — масса осадка двуокиси титана, г;

$m_1$  — масса осадка контрольного опыта, г;

0,5995 — коэффициент пересчета двуокиси титана на титан;

50 — объем стандартного раствора титана, см<sup>3</sup>.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор  $c$  ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

13,52 г хлорида железа растворяют при нагревании в 200 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:19). Затем раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки раствором соляной кислоты (1:19) и перемешивают или железо (III) аммоний серноокислый, раствор  $c$  ( $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>; 24,1 г реактива растворяют в 400 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:19), приливают по каплям раствор перманганата калия до появления розовой окраски, нагревают и кипятят до исчезновения окраски. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки раствором серной кислоты (1:19) и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора железа устанавливают по стандартному образцу, проведенному через все стадии анализа, или по стандартному раствору титана: 50,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора титана помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), добавляют 2 г гидрокарбоната или карбоната натрия, 2 г алюминия и далее восстановление и титрование проводят, как указано в п. 4.1.5.

Массовую концентрацию раствора железа ( $c_1$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> титана, вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{\hat{A} \cdot m_2}{V(V - V_1) \cdot 100}, \quad (2)$$

где  $\hat{A}$  — аттестованное значение массовой доли титана в стандартном образце, %;

$m_2$  — масса навески стандартного образца, г;

$V$  — объем раствора железа, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора железа, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>

или

$$c_1 = \frac{m_3}{V_2 - V_1}, \quad (3)$$

где  $m_3$  — масса титана в аликвотной части стандартного раствора, г;

$V_2$  — объем раствора железа, израсходованный на титрование стандартного раствора титана, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора железа, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески пробы выбирают в зависимости от массовой доли титана по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Масса навески, г
От 15 до 30 включ.	0,25
Св. 30 > 40 >	0,2
> 40 > 80 >	0,1

3.1.1. При массовой доле кремния до 5% навеску помещают в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4) и растворяют при слабом нагревании. Затем небольшими порциями добавляют 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения обмывают стенки колбы водой, снова выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты и охлаждают.

3.1.2. При массовой доле кремния свыше 5% навеску помещают в платиновую или стеклоуглеродистую чашку, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4), 5 см<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты, перемешивают, добавляют небольшими порциями 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения приливают 30 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и раствор переносят в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Затем раствор снова выпаривают до выделения густых паров серной кислоты и охлаждают.

3.1.3. К содержимому колбы, полученному по п. 3.1.1 или 3.1.2, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, обмывают стенки колбы водой и нагревают раствор до полного растворения солей. В случае неполного

разложения 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 при температуре  $(650 \pm 50)^\circ\text{C}$ . Остаток сплавляют с 2 г пиросульфата калия при температуре  $(725 \pm 25)^\circ\text{C}$ . После охлаждения плав выщелачивают в стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup> в 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:19) при нагревании и присоединяют к основному раствору, общий объем не должен превышать 120 см<sup>3</sup>.

3.1.4. При суммарной массовой доле ванадия и молибдена выше 0,2% к раствору приливают раствор гидроксида натрия 250 г/дм<sup>3</sup> до начала выделения гидроксидов и 20 см<sup>3</sup> в избыток, затем приливают 2 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят раствор с осадком 3—5 мин. Осадку дают отстояться 15—20 мин и отфильтровывают его на фильтр средней плотности. Колбу и осадок промывают 6—7 раз горячим раствором гидроксида натрия 30 г/дм<sup>3</sup>.

Осадок на фильтре растворяют в 60 см<sup>3</sup> горячей смеси кислот, собирая раствор в колбу, в которой проводилось осаждение. Смесь кислот приливают порциями по 10 см<sup>3</sup>, давая каждой порции полностью пройти через фильтр. Затем фильтр промывают четыре раза горячим раствором соляной кислоты (3:2) порциями по 10 см<sup>3</sup>, давая каждой порции кислоты полностью пройти через фильтр, и 2—3 раза горячей водой. Фильтр отбрасывают. Объем должен быть не более 120—140 см<sup>3</sup>.

3.1.5. В охлажденный раствор прибавляют 2 г углекислого кислорода или углекислого натрия, 2 г алюминия, закрывают колбу защитным клапаном и выдерживают при комнатной температуре до начала бурной реакции, затем восстановление титана проводят при охлаждении колбы. После полного растворения алюминия вынимают клапан, добавляют в колбу 15 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, обмывают клапан и стенки колбы водой и снова закрывают колбу клапаном. После перемешивания раствор осторожно нагревают до просветления, затем охлаждают в проточной воде, осторожно открывают колбу и титруют раствором железа до ослабления сиренево-фиолетовой окраски. Затем добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора роданистого аммония или калия и продолжают титровать до получения не исчезающего желто-бурого окрашивания раствора.

Титрование восстановленного титана можно проводить в атмосфере инертного газа в герметически закрытой ячейке. В этом случае уксусную кислоту не добавляют.

3.1.6. При суммарной массовой доле ванадия и молибдена до 0,2% растворение навески пробы проводят по п. 3.1.1 или 3.1.2.

При полном разложении навески к содержимому колбы приливают 30 см<sup>3</sup> воды, 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и

нагревают до растворения солей. Далее анализ проводят по п. 3.1.5.

При неполном разложении навески анализ проводят по п. 3.1.3, затем выпаривают раствор до объема 50—70 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и охлаждают. Далее поступают, как указано в п. 3.1.5.

В случае помутнения раствора при выпаривании (из-за гидролиза титана) следует выпаривать раствор до паров серной кислоты, охладить, прилить 30 см<sup>3</sup> воды, 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и нагреть до растворения солей. Далее анализ проводят по п. 3.1.5.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{c_1(V_2 - V_1)}{m_4} \cdot 100, \quad (4)$$

где  $c_1$  — массовая концентрация раствора железа, выраженная в г/см<sup>3</sup> титана;

$V_2$  — объем раствора железа, израсходованный на титрование раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора железа, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m_4$  — масса навески пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли титана приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 15 до 20 включ.	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
Св. 20 > 50 >	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
> 50 > 80 >	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3

Международный стандарт  
ФЕРРОТИТАН

ИСО 7692

Определение содержания титана  
Титриметрический метод

## 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий международный стандарт устанавливает титриметрический метод определения содержания титана в ферротитане. Метод применим к маркам ферротитана с содержанием титана между 20 и 80% (м/м).

## 2. ССЫЛКИ

ИСО 3713 «Ферросплавы. Отбор и подготовка проб. Общие правила»<sup>1</sup>

## 3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Растворение навески в серной, фтористоводородной, азотной и соляной кислотах. Отделение мешающих элементов (хром, ванадий, молибден, олово) при их наличии путем осаждения гидроксидов титана в присутствии перекиси водорода. Восстановление титана до  $Ti^{2+}$  металлическим алюминием в атмосфере двуоксида углерода или азота. Титрование  $Ti^{2+}$  стандартным титрованным раствором двойной соли сульфата железа (III) и аммония в присутствии роданистого аммония в качестве индикатора.

## 4. РЕАКТИВЫ

Если нет других указаний, то в ходе анализа используют только реактивы известного аналитического качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

4.1. Алюминий чистый, не менее 99,5%, не содержащий титан, в виде листа толщиной 0,05 мм.

4.2. Натрий кислый углекислый ( $NaHCO_3$ )

4.3. Кислота азотная,  $\rho$  1,42 г/см<sup>3</sup>.

4.4. Кислота серная,  $\rho$  1,84 г/см<sup>3</sup>.

4.5. Кислота соляная,  $\rho$  1,19 г/см<sup>3</sup>.

4.6. Кислота фтористоводородная,  $\rho$  1,14 г/см<sup>3</sup>.

4.7. Кислота серная, разбавленная (1+1).

Осторожно добавляют один объем серной кислоты к одному объему воды. Охлаждают, перемешивая.

4.8. Кислота серная, разбавленная (1+4)

Осторожно добавляют один объем серной кислоты к четырем объемам воды. Охлаждают, перемешивая.

4.9. Натрия гидроксид, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

4.10. Натрия гидроксид, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

4.11. Аммоний роданистый, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

4.12. Азот, практически не содержащий кислород (менее 10 объемных частей на 1 млн), чистота 99,998% или двуокись углерода такой же чистоты

4.13. Перекись водорода, 30%-ный раствор или 100-объемный раствор.

4.14. Двойная соль сульфата железа (III) и аммония  $[Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O]$ , раствор стандартный титрованный

<sup>1</sup> На стадии проекта:

10,2 г двойной соли сульфата железа (III) и аммония помещают в химический стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>. Приливают 100 см<sup>3</sup> холодной воды и 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Переливают по частям в мерную колбу с меткой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и разбавляют до метки 1 см<sup>3</sup> этого раствора соответствует примерно 1 мг титана.

#### 4.15. Сульфат железа (III), раствор

Растворяют 2 г чистого железа (например, ВСS 149/3) в 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, окисляют при помощи 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, приливают 40 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной (1+1), и нагревают до появления белых паров. Охлаждают, разбавляют водой до объема 200 см<sup>3</sup> и кипятят в течение 15 мин. Охлаждают, переливают по частям в мерную колбу с меткой вместимостью 500 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки.

4.16 Губка титановая, металлический титан чистотой более 99,9% титана

#### 4.17. Титан, эталонный раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>

##### 4.17.1. Приготовление раствора из двуокиси титана

Взвешивают  $(0,8340 \pm 0,0002)$  г двуокиси титана, предварительно прокаленного в течение 2 ч при температуре 800°C. Осторожно сплавляют с 10 г пиро-сульфата калия, используя либо платиновый тигель с такой же крышкой или кварцевый тигель вместимостью 170 см<sup>3</sup> с крышкой в виде тарелки, или кварцевую коническую колбу.

После охлаждения растворяют полученный плав прямо в кварцевом тигле или в кварцевой конической колбе в 100 см<sup>3</sup> горячей воды, затем переливают раствор в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>. Несколько раз споласкивают кварцевый тигель или кварцевую коническую колбу. Если используют платиновый тигель, то после охлаждения помещают его в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, в котором содержится 100 см<sup>3</sup> горячей воды чтобы растворить плав. Когда плав растворится, вынимают тигель и споласкивают его несколько раз водой. К раствору плава приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной (1+1). Осторожно нагревают на плите до полного просветления раствора. Охлаждают, переливают по частям в мерную колбу с меткой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> доливают водой до метки и перемешивают.

##### 4.17.2. Приготовление раствора из гексафтортитаната калия

Взвешивают в платиновом тигле  $(2,5060 \pm 0,0002)$  г гексафтортитаната калия (K<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub>), предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре 105°C. Помещают тигель в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной (1+4), и нагревают до тех пор, пока гексафтортитанат не растворится (примерно 15 мин). Вынимают тигель и несколько раз споласкивают его водой. Переносят раствор по частям в мерную колбу с меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> и после охлаждения разбавляют водой до метки и перемешивают.

## 5. ПРИБОРЫ

Обычное лабораторное оборудование, в частности

5.1. Стаканы тефлоновые вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

5.2. Стаканы стеклянные вместимостью 600 см<sup>3</sup>.

5.3. Колба коническая или круглая с плоским дном вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

5.4. Клапан Бунзена или трубка Геккеля

Клапан Бунзена (черт. 1) состоит из каучуковой пробки 1, сквозь которую проходит две стеклянные трубки 2 и 6. На стеклянные трубки насажены резиновые трубки 3, верхние концы которых закрыты стеклянными пробками 5. Резиновая трубка, насаженная на стеклянную трубку 2 имеет продольный надрез 4, который сделан бритвой на длину 10—15 мм. Трубка 6, конец которой находится на расстоянии 5 см над уровнем титруемого раствора, позволяет вводить азот или двуокись углерода, сменяя трубку, через которую газ поступает в резиновую трубку 3.

5.5. Мешалка магнитная со стержнем, покрытым тефлоном.

5.6. Установка для титрования в атмосфере азота (черт. 2).