

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР



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. к 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, Лялин 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

Взамен
ГОСТ 17001.4—71с 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 миндальноокислого циркония — Zr(C₆H₅CH₂NOHCOO)₄ 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.

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 выше 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 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.