



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИРКОНИЯ**

**ГОСТ 12365—84**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ**

**Москва**

**РАЗРАБОТАН** Министерством черной металлургии СССР

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

Н. П. Лякишев, В. Т. Абабков, С. М. Новокщенова, М. С. Дымова, Т. Ф. Рыбина, В. Д. Шувалова

**ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

Член Коллегии В. Г. Антипин

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января 1984 г. № 234

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ****Методы определения циркония**Steels alloyed and highalloyed. Methods for the  
determination of zirconium**ГОСТ  
12365—84****Взамен  
ГОСТ 12365—66**

ОКСТУ 0809

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 января  
1984 г. № 234 срок действия установлен****с 01.01.85  
до 01.01.95****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения циркония:

фотометрический прямой с реагентом ксиленоловым оранжевым при массовой доле циркония от 0,10 до 1,0 % для сталей, не содержащих молибден и ниобий;

фотометрический с реагентом арсеназо III при массовой доле циркония от 0,01 до 0,50 % с предварительным отделением циркония от мешающих элементов;

гравиметрический фосфатный при массовой доле циркония от 0,10 до 1,0 %.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 20560—81.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РЕАГЕНТОМ КСИЛЕНОЛОВЫМ  
ОРАНЖЕВЫМ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония (IV) с ксиленоловым оранжевым в растворе серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,3—0,4 моль/дм<sup>3</sup> и измерении светопоглощения раствора при длине

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1984

волны 540 нм. Железо (III) восстанавливают до железа (II) аскорбиновой кислотой.

Для учета влияющих сопутствующих элементов оптическую плотность раствора с окрашенным комплексным соединением циркония измеряют относительно такого же раствора, содержащего трилон Б.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и с массовой концентрацией эквивалента 1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3 : 1; готовят перед употреблением.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 10, 1 : 100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Ксиленоловый оранжевый, марки «Сетарол», раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Цирконий металлический, йодидный.

Цирконий сернистый, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,001 г/см<sup>3</sup>: навеску металлического циркония 0,1 г помещают в платиновую чашку и растворяют в 10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты при нагревании. Раствор окисляют 2—3 каплями азотной кислоты. После охлаждения к содержимому чашки приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, осторожно смывают стенки чашки водой и гнонь выпаривают до паров серной кислоты. После охлаждения в чашку прибавляют 25—30 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Цирконий сернистый, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,0001 г/см<sup>3</sup>: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед употреблением.

Циркония (IV) хлорокись 8-водная, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,001 г/см<sup>3</sup>: навеску 0,8832 г хлорокиси циркония помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>.

приливают 40 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) и растворяют при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Проверяют массовую концентрацию стандартного раствора хлорокиси циркония: 25 см<sup>3</sup> раствора помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и проводят осаждение гидроокиси циркония аммиаком. Раствор с осадком оставляют стоять на 20—25 мин, затем осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 4—5 раз раствором хлористого аммония.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы фарфоровый или платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 1000—1050°C до постоянной массы. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора хлорокиси циркония ( $X$ ), выраженную в г/см<sup>3</sup> циркония, вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,7403}{V},$$

- где  $m_1$  — масса тигля с осадком двуокиси циркония, г;  
 $m_2$  — масса тигля без осадка двуокиси циркония, г;  
 $m_3$  — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;  
 $m_4$  — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;  
 0,7403 — коэффициент пересчета двуокиси циркония на цирконий;  
 $V$  — объем раствора хлорокиси циркония, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

Циркония (IV) хлорокись, 8-водная, стандартный раствор с массовой концентрацией циркония 0,0001 г/см<sup>3</sup>; 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой концентрацией эквивалента 1 моль/дм<sup>3</sup> и перемешивают; готовят перед применением.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску стали массой 0,25 г помещают в стакан или колбу и растворяют при нагревании в 30—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Если проба не растворяется в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, навеску растворяют в 30—50 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот.

Стакан или колбу охлаждают и приливают серную кислоту (1:1) в количестве, приведенном в табл. 1, и выпаривают раствор до паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, смывают стенки стакана или колбы водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля циркония, %	Количество прибавляемой серной кислоты (1 : 1), см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>	Аликвотная часть анализируемого раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески стали в аликвотной части раствора, г
От 0,10 до 0,50 включ.	20	200	10,0	0,0125
Св. 0,50 до 0,70	25	250	10,0	0,01
Св. 0,70 до 1,00	50	250	5,0	0,005

Содержимое стакана или колбы охлаждают, приливают 80—120 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

Выпавший осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и фильтр с осадком промывают 4—5 раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800°C. К содержимому тигля прибавляют несколько капель воды, 2—3 капли серной кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до удаления серной кислоты. Остаток прокаливают при 700—800°C и сплавляют с 1 г пироксернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 100), раствор фильтруют через фильтр «белая лента» в стакан или колбу с основным фильтратом.

Объединенные фильтраты упаривают и переносят в мерную колбу, вместимость которой в зависимости от массовой доли циркония определяют по табл. 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Две аликвотные части полученного раствора в соответствии с табл. 1 помещают в две мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая.

Растворы в колбах нагревают до 70—80°C, охлаждают, прибавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты и тщательно перемешивают. Через 5 мин в каждую колбу приливают 20 см<sup>3</sup> воды, в одну из колб приливают 2 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и в каждую колбу из микробюретки прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого. Содержимое колб доливают до метки водой и перемешивают. Раствор в колбе с трилоном Б служит раствором сравнения.

Через 20—25 мин оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 540 нм или на фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим максимум пропускания при длине волны (540 ± 10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание циркония находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в семь стаканов или колб помещают по 0,25 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей цирконий. В шесть стаканов или колб последовательно приливают 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 и 15,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,0001 г, что соответствует 0,0000125; 0,000025; 0,0000375; 0,00005; 0,0000625 и 0,000075 г циркония в 50 см<sup>3</sup> фотометрируемого раствора. Седьмой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы или колбы приливают по 30—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, по 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1. Объединенный фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, аликвотную часть раствора отбирают в количестве 10 см<sup>3</sup>.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим концентрациям циркония строят градуировочный график.

### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю циркония ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса циркония, найденная по градуировочному графику, г;

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

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля циркония, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,020 включ.	0,005
Св. 0,02 » 0,050 »	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,015
» 0,20 » 0,40 »	0,025
» 0,40 » 1,00 »	0,04

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РЕАГЕНТОМ АРСЕНАЗО III

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения циркония с арсеназо III в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм<sup>3</sup> и измерении оптической плотности раствора при длине волны 665 нм. Цирконий предварительно отделяют от хрома, молибдена, вольфрама осаждением аммиаком с использованием в качестве коллектора гидроксида железа. Железо (III) восстанавливают до железа (II) аскорбиновой кислотой.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:5 и с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, готовят перед употреблением.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:100.

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172—76.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой концентрацией 150 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Желатин по ГОСТ 11293—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.

Арсеназо III, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>; навеску арсеназо III, равную 0,1 г, растворяют при нагревании в 50—60 см<sup>3</sup> воды, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:5) и доводят водой до метки. Раствор перемешивают и фильтруют через фильтр «белая лента»; готовят перед употреблением.

Стандартные растворы циркония с массовой концентрацией 0,001 и 0,0001 г/см<sup>3</sup> готовят из металлического циркония или хлороксида циркония как указано в п. 2.2.

Стандартный раствор циркония с массовой концентрацией 0,00005 г/см<sup>3</sup>: 10 см<sup>3</sup> раствора циркония с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают; готовят перед употреблением.



### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску стали массой 0,25 г помещают в стакан или колбу и растворяют при нагревании в 30—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты и 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Если проба не растворяется в соляной кислоте с добавлением азотной кислоты, навеску растворяют в 30—50 см<sup>3</sup> смеси кислот.

К раствору приливают 15—20 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и нагревают до полного окисления ионов хрома (раствор приобретает оранжевую окраску). В отсутствие ионов раствор нагревают в течение 5—7 мин после начала выделения паров хлорной кислоты.

Раствор охлаждают, приливают 90—100 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

Выпавший осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и фильтр с осадком тщательно промывают горячей водой не менее 5—6 раз до полного удаления ионов хлорной кислоты. Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 700—800 °С. К содержимому тигля прибавляют несколько капель воды, 2—3 капли серной кислоты, 2—3 см<sup>3</sup> фотористоводородной кислоты и выпаривают до удаления паров серной кислоты.

Остаток прокаливают при 700—800 °С и сплавляют с 1 г пирросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют в 20—30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 100) и полученный раствор фильтруют, присоединяя фильтрат к основному фильтрату.

К полученному раствору приливают аммиак до выделения осадка гидроксида железа и еще 2—3 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор с осадком нагревают до кипения и оставляют стоять в теплом месте в течение 10—15 мин.

Осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и фильтр с осадком тщательно промывают не менее 6—8 раз горячей водой до полного удаления ионов хлорной кислоты.

Осадок на фильтре растворяют в 80 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты (1 : 1) при массовой доле циркония до 0,10 % или в 200 см<sup>3</sup> при массовой доле циркония свыше 0,10 %. Фильтр промывают горячей водой, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение.

Раствор упаривают до 70—80 см<sup>3</sup> или 200—220 см<sup>3</sup> в зависимости от вместимости мерной колбы, примененной в следующей стадии анализа. Стакан или колбу с раствором охлаждают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> при массовой доле циркония до 0,10% или в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> при массовой доле свыше 0,10 %, доливают до метки водой и перемешивают.

В две мерные колбы, вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая, отбирают по 20 см<sup>3</sup> полученного раствора. Содержимое колбы нагревают до 70—80°C, охлаждают и приливают в каждую колбу по 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты. Растворы тщательно перемешивают, через 5 мин в каждую колбу приливают по 3 см<sup>3</sup> раствора желатина. Затем в одну колбу приливают 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и в каждую из колб прибавляют по 5 см<sup>3</sup> раствора арсената III. Содержимое колб доливают до метки водой и перемешивают. Раствор в колбе с трилоном Б служит в качестве раствора сравнения.

Через 20—25 мин оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 665 нм или на фотоэлектродколориметре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания при длине волны (665±10) нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Содержание циркония находят по градуировочному графику с учетом поправки контрольного опыта.

### 3.3.2. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочного графика при массовой доле циркония от 0,01 до 0,10 % в семь стаканов или колб помещают по 0,25 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей цирконий. В шесть стаканов последовательно приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,00005 г/см<sup>3</sup>, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005 г циркония в 50 см<sup>3</sup> фотометрируемого раствора. Седьмой стакан или колба служат для проведения контрольного опыта.

Для построения градуировочного графика при массовой доле циркония от 0,10 до 0,50 % в шесть стаканов или колб помещают по 0,25 г карбонильного железа или стали, близкой по составу к анализируемой и не содержащей цирконий. В пять стаканов приливают последовательно 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 и 12,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора циркония с массовой концентрацией 0,0001 г/см<sup>3</sup>, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,0001 г циркония в 50 см<sup>3</sup> фотометрируемого раствора. Шестой стакан или колба служит для проведения контрольного опыта.

Во все стаканы или колбы приливают по 30—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты по 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты и далее анализ проводят как указано в п. 3.3.1.

Из значений оптической плотности анализируемых растворов вычитают значение оптической плотности контрольного опыта. По полученным значениям оптической плотности и соответствующим значениям концентраций циркония строят градуировочный график.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю циркония ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса циркония, найденная по градуировочному графику, г;

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

## 4. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на осаждении циркония в виде фосфорнокислого циркония и прокаливании его до пирофосфорнокислого.

От мешающих элементов цирконий предварительно отделяют купферроном.

### 4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 5:95.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1.

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

N-нитрозо-N-фенилгидроксиламин аммонийная соль (купферрон) по ГОСТ 5857—79, раствор с массовой концентрацией 60 г/дм<sup>3</sup>.

Промывная жидкость: к 1 дм<sup>3</sup> воды приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают и приливают 20 см раствора купферрона.

Аммоний фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 3772—74, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 3761—65, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пиросерноокислый по ГОСТ 7172—76.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, растворы с массовой концентрацией 30 и 300 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79 и раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

### 4.3. Проведение анализа

Навеску стали 2 г при массовой доле циркония от 0,10 до 0,50% или 1 г при массовой доле от 0,50 до 1,0% помещают в колбу или стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 30—50 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем приливают 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят до удаления окислов азота. Если сталь не растворяется в соляной кислоте с окислением азотной кислотой, навеску растворяют в смеси кислот.

Содержимое колбы или стакана охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения раствора приливают 150—170 см<sup>3</sup> воды и растворяют соли при нагревании.

Выпавший осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента», содержащий беззольную бумажную массу. Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячей соляной кислотой (5:95). Фильтрат и промывные воды сохраняют (основной фильтрат).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—900°C. Содержимое тигля сплавляют с 3—4 г углекислого натрия при 1000—1100°C в течение 20 мин.

Плав охлаждают, растворяют в 50—70 см<sup>3</sup> воды, раствор кипятят 10—15 мин, отфильтровывают нерастворимый осадок на фильтр «синяя лента», содержащий небольшое количество беззольной бумажной массы, и промывают 6—8 раз горячим раствором углекислого натрия. Осадок высушивают, прокаливают и сплавляют с 1—2 пиросерникоксида калия при 800—850°C.

Плав выщелачивают в 50 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:9) и раствор присоединяют к основному фильтрату.

Объединенный раствор охлаждают до 12—15°C, прибавляют небольшое количество беззольной бумажной массы и приливают раствор купферрона, постоянно перемешивая, до начала осаждения бурого осадка купферроната железа, что указывает на полноту выделения купферроната циркония. Осадку дают отстояться в течение 30—35 мин и отфильтровывают на фильтр «белая лента». Осадок промывают 5—6 раз промывной жидкостью, помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают в течение 20—30 мин при 800—850°C.

Содержимое тигля сплавляют с 2—3 г пиросерникоксида калия при 800—850°C и охлаждают. Плав растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4).

Раствор фильтруют в стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup> через фильтр «белая лента». Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой и разбавляют раствор водой до 200 см<sup>3</sup>.

К полученному раствору прибавляют 2—5 см<sup>3</sup> раствора перекиси водорода с массовой концентрацией 300 г/дм<sup>3</sup>, 20 см<sup>3</sup> раствора фосфорнокислого аммония, перемешивают и выдерживают при 65—70°C в течение 3 ч, наблюдая за сохранением избытка перекиси водорода в растворе.

При анализе сталей, не содержащих титан, осаждение циркония фосфорнокислым аммонием проводят без прибавления перекиси водорода.

Осадок фосфорнокислого циркония отфильтровывают на фильтр «синяя лента», содержащий небольшое количество беззоль-

ной бумажной массы и промывают 10—12 раз холодным раствором азотнокислого аммония. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 950—1000 °С в течение 20—25 мин. Содержимое тигля сплавляют с 4—5 г пироксернокислого калия. Плав растворяют в 100 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4) и осаждают цирконий фосфорнокислым аммонием, как указано выше.

Фильтр с осадком фосфорнокислого циркония помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 950—1000 °С до постоянной массы.

Одновременно с выполнением анализа проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю циркония ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,3440}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком пирофосфорнокислого циркония, г;

$m_2$  — масса тигля без осадка пирофосфорнокислого циркония, г;

$m_3$  — масса тигля с осадком, полученным из контрольного опыта, г;

$m_4$  — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

0,3440 — коэффициент пересчета пирофосфорнокислого циркония на цирконий;

$m$  — масса навески стали, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.