Вне сентября № 2 ИУС 10-85

УДК 622.341.1:546.824-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Метод определения содержания двуокиси титана

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Method of the determination of titanium dioxide content

ГОСТ 23581.4—79*

(СТ СЭВ 2854—81)

Взамен ГОСТ 12751—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.96 и УС 10-85

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает фотометрический метод определения содержания двуокиси титана при массовой доле от 0,01 до 5 %.

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет устойчивого соединения четырехвалентного титана с диантипирилметаном в 1—4 н. солянокислой среде.

Влияние трехвалентного железа и пятивалентного ванадия устраняют восстановлением их аскорбиновой кислотой.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3854—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1000°С;

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* *Переиздание. Сентябрь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в марте 1982 г. (ИУС № 7 1982 г.)*

gost.e-ecolog.ru

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до температуры 350—400 °С и прокаливают при указанной температуре в течение 1,5 ч;

железа окись по ГОСТ 4173—77;

смесь для сплавления: тщательно перемешивают измельченные безводные тетраборнокислый и углекислый натрий в весовом соотношении 1:4. 15 весовых частей приготовленной смеси растирают с 1 весовой частью окиси железа. Смесь хранят в закрытой банке;

кислоту аскорбиновую, 100 г/дм³ свежеприготовленный раствор;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:4; 1:9;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 1 н. раствор и разбавленную 1:1, 1:4;

диантипирилметан, 50 г/дм³ свежеприготовленный раствор: 5 г диантипирилметана растворяют в 70 см³ 1 н. раствора соляной кислоты, при необходимости фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки той же кислотой;

двуокись титана, ос. ч;

стандартные растворы двуокиси титана;

раствор А:

1 способ. Навеску двуокиси титана, предварительно прокаленную в платиновом или фарфоровом тигле при 900 °С в течение 40 мин и охлажденную в эксикаторе, массой 0,1000 г помещают в платиновый тигель и сплавляют с 3—4 г пиросернокислого калия при 650—700 °С до получения прозрачного плава. Тигель с плавом охлаждают и помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, и растворяют плав при слабом нагревании. Тигель удаляют из стакана и обмывают водой.

2 способ. Навеску двуокиси титана, предварительно прокаленную в платиновом или фарфоровом тигле при 900 °С в течение 40 мин и охлажденную в эксикаторе, массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 250 см³. Прибавляют 2 г сернокислого аммония, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают до растворения.

Полученный одним из способов раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,4 мг двуокиси титана;

раствор Б: 25 см³ стандартного раствора А переносят в мер-

ную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки серной кислотой, разбавленной 1:9, и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг двуокиси титана;
аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески руды, концентрата или агломерата в зависимости от содержания двуокиси титана указана в табл. 1.

3.2. Навеску руды, концентрата или агломерата помещают в платиновый тигель, смешивают со смесью для сплавления, накрывают платиновой крышкой, нагревают до 1000 °С и после расплавления плавят при температуре 1050—1100 °С до получения прозрачного плава (10—20 мин). Извлекают тигель из муфеля и осторожно поворачивают его, равномерно распределяют охлаждающийся плав по стенкам тигля. Помещают тигель вместе с крышкой в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют плав в 100 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор кипятят в течение 2—3 мин.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси титана, %	Масса навески, г	Масса смеси для сплавления, г	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,05	0,5	5	50
Св. 0,05 » 0,25	0,2	3	20
» 0,25 » 0,5	0,2	3	10
» 0,5 » 3	0,2	3	5
» 3 » 5	0,1	3	5

При наличии в руде, концентрате или агломерате марганца более 0,1 % во избежание порчи платины плав выщелачивают в 50—80 см³ воды, вынимают тигель, обмывают его водой, добавляют 20 см³ соляной кислоты и кипятят 2—3 мин. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

3.3. При кислотном разложении навеску руды, концентрата или агломерата помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 30 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до разложения материала. Добавляют 5 см³ азотной кислоты, 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, нагревают постепенно до густых белых паров и продолжают нагревание 10 мин. Стакан охлаждают, добавляют 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 50 см³ воды и нагревают раствор до растворения солей.

Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы.

Промывают стакан горячей водой 2—3 раза и 8—10 раз фильтр с осадком. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют, прокаливают при температуре 600—700 °С и охлаждают. К остатку прибавляют 1—2 капли воды, 3—4 капли серной кислоты, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. К остатку прибавляют 0,5—1,0 г пиросернокислого калия (в зависимости от величины осадка) и сплавляют при температуре 750—800 °С. Плав выщелачивают в 50 см³ горячей воды, тигель удаляют из стакана, обмывают его водой и раствор присоединяют к основному раствору.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки, и перемешивают.

3.4. Отбирают аликвотную часть раствора, полученного по п. 2.3.2. или 2.3.3, в соответствии с табл. 1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ аскорбиновой кислоты при содержании двуокиси титана до 0,05 % и 2 см³ — при содержании более 0,05 %, перемешивают. Через 5 мин прибавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см³ раствора диантипирилметана. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 380—400 нм или на спектрофотометре при длине волны 385 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

Если в руде, концентрате или агломерате в заметных количествах присутствуют элементы, придающие раствору собственную окраску (хром, никель), то в качестве раствора сравнения используют фоновый раствор.

Для приготовления фонового раствора соответствующую аликвотную часть анализируемого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 или 10 см³ раствора аскорбиновой кислоты (в зависимости от содержания ее в анализируемом растворе) и перемешивают. Через 5 мин прибавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

Для внесения поправки на содержание двуокиси титана в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора с учетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание двуокиси титана по градуировочному графику.

3.5. При содержании двуокиси титана до 1,0 % для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 1; 2,5; 5,0; 7,5 см³ стандартного раствора двуокиси титана (раствор Б), что соответствует 0,01; 0,025; 0,050; 0,075 мг двуокиси титана.

При содержании двуокиси титана более 1 % в мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см³ стандартного раствора двуокиси титана (раствор Б), что соответствует 0,075; 0,100; 0,125; 0,150 мг двуокиси титана.

К растворам прибавляют аскорбиновую кислоту в количестве, соответствующем ее содержанию в исследуемом растворе, перемешивают. Через 5 мин добавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см³ раствора диантипирилметана. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре в интервале длин волн 380—400 нм или на спектрофотометре при длине волны 385 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

По найденным значениям оптической плотности растворов за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям двуокиси титана строят градуировочный график.

3.6. Контрольный опыт для градуировочного графика проводят, как указано в п. 3.5, в раствор которого не добавляют стандартный раствор титана.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса двуокиси титана, найденная по градуировочному графику, мг;

K — коэффициент пересчета содержания двуокиси титана на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r},$$

где W_r — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемой по ГОСТ 23581.1—79, %;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г;

1000 — коэффициент пересчета миллиграммов на граммы.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля двуокиси титана, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,015	0,006
Св. 0,015 » 0 025	0,01
» 0,025 » 0,05	0,015
» 0,05 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,25	0,03
» 0,25 » 0,50	0,05
» 0,5 » 1	0,07
» 1 » 2,5	0,1
» 2,5 » 5	0,15

Изменение № 2 ГОСТ 23581.4—79 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания титана

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2135 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слова: «в 1 — 4 н. солянокислой среде» на «в солянокислой среде 1 — 4 моль/дм³»;

заменить ссылку: СТ СЭВ 3854—81 на СТ СЭВ 2854—81.

(Продолжение см. с. 50)

Пункт 2.1 дополнить абзацем (после четырнадцатого): «железо карбонильное (99,99 %)»;

двадцатый, двадцать первый абзацы после слов «I способ» и «II способ» изложить в новой редакции: «Навеску двуокиси титана, предварительно прокаленной в платиновом или фарфоровом тигле при 900 °С в течение 40 мин и охлажденной в эксикаторе, массой».

Пункт 3.3. Четвертый абзац. Заменить значение: «750—800 °С» на «650 — 700 °С».

Пункт 3.4. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Для приготовления контрольного опыта навеску карбонильного железа или окиси железа, взя-

(Продолжение см. с. 51)

туют в соответствии с содержанием железа в анализируемой пробе, проводят через все стадии анализа».

Пункт 3.5. Первый, второй абзацы. Заменить значение: 1,0 % на 1,5 %.

Пункты 4.2. Исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 10 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru