ГОСТ 14657.5—96
(ИСО 6995—85)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения диоксида титана

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом 99 «Алюминий», Всероссийским алюминиево-магниевым институтом (АО ВАМИ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение А настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 6995—85 «Алюминиевые руды. Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с 4,4′-диантипирилметаном»

4 Постановлением Государственного Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 17 декабря 1997 г. № 415 межгосударственный стандарт ГОСТ 14657.5—96 (ИСО 6995—85) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14657.5—78

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БОКСИТ

Методы определения диоксида титана

Bauxite. Methods for determination of titanium dioxide content

Дата введения 1999—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает три метода определения диоксида титана при массовой доле диоксида титана от 0,5 % до 5 %:

фотометрический с пероксидом водорода;

фотометрический с диантипирилметаном;

атомно-абсорбционный.

Спектрофотометрический метод с 4,4′ - диантипирилметаном при массовой доле диоксида титана от 0,5 % до 8 % по ИСО 6995 приведен в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4038—79 Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11069—74 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 14657.0—96 (ИСО 8558—85) Боксит. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 14657.1—96 (ИСО 6606—86) Боксит. Методы определения диоксида кремния

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0.

4 Фотометрический метод с пероксидом водорода

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с пероксидом водорода. Влияние железа устраняют добавлением фосфорной кислоты. Присутствие ванадия мешает определению.

Издание официальное

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1 и 1:3.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Квасцы железоаммонийные (железо III — аммоний сернокислый), раствор: 5 г квасцов растворяют в воде, приливают 10 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1 и воды до объема раствора 100 $см^3$.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий пиросернокислый.

Титана двуокись.

Стандартный раствор титана: 0,2000 г двуокиси титана, предварительно прокаленной при 900 °С в течение 30—40 мин, сплавляют в платиновом тигле с 7—8 г пиросернокислого калия или натрия при 950 °С. Тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, приливают 150—200 $см^3$ раствора серной кислоты 1:3 и нагревают до растворения плава. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 0,0002 г диоксида титана.

4.2 Проведение анализа

4.2.1 От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим или фотометрическим методом по ГОСТ 14657.2, отбирают аликвотную часть 20—50 $см^3$ в зависимости от массовой доли диоксида титана и помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1, 3 $см^3$ ортофосфорной кислоты и 3 $см^3$ пероксида водорода. Раствор доливают водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 410 нм. Раствором сравнения служит вода. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу диоксида титана по градуировочному графику.

4.2.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ приливают из микробюретки 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 $см^3$ стандартного раствора титана, что соответствует 0; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002; 0,0025 г диоксида титана. В каждую колбу приливают по 10 $см^3$ раствора серной кислоты 1:1, по 5 $см^3$ железоаммонийных квасцов, по 3 $см^3$ ортофосфорной кислоты, по 3 $см^3$ пероксида водорода и далее ведут анализ, как указано в 4.2.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным массам диоксида титана строят градуировочный график.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю диоксида титана X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса диоксида титана, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, $см^3$;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$;

m — масса навески боксита, г.

4.3.2 Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака при массовой доле диоксида титана от 0,50 % до 1,00 % включительно и рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака при массовой доле диоксида титана свыше 1,0 %.

4.3.3 Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля диоксида титана в боксите, %	Допускаемое расхождение, % абс.	
	Сходимость	Воспроизводимость
От 0,50 до 1,00 включ.	0,05	0,07
Св. 1,0 » 3,0 »	0,1	0,2
» 3,0 » 5,0 »	0,2	0,3

5 Фотометрический метод с диантипирилметаном

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с диантипирилметаном. Трехвалентное железо восстанавливают аскорбиновой кислотой.

5.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5 % в растворе соляной кислоты 1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:1 и 1:6.

Кислота аскорбиновая раствора с массовой долей 2 %.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 5 %.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий пиросернокислый.

Титана двуокись.

Стандартные растворы титана.

Раствор А: 0,2000 г предварительно прокаленной при 900 °С в течение 30—40 мин двуокиси титана сплавляют с двадцатикратным количеством пиросернокислого калия или натрия до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании 100 см^3 раствора серной кислоты 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,0002 г диоксида титана.

Раствор Б: 50 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают раствором серной кислоты 1:9 до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00005 г диоксида титана.

5.2 Проведение анализа

5.2.1 От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим или фотометрическим методом по ГОСТ 14657.2, отбирают пипеткой 5 см^3 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты 1:6, 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, две капли раствора сернокислой меди, 10 см^3 раствора диантипирилметана, доливают раствором серной кислоты 1:6 до метки и перемешивают.

Через 1 ч измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм. Раствором сравнения служит вода.

Одновременно с анализом проводят контрольный опыт. По оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта находят массу диоксида титана по градуировочному графику.

5.2.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 приливают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 стандартного раствора, что соответствует 0; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г диоксида титана, прибавляют по 10 см^3 раствора серной кислоты 1:6, по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и анализ далее ведут, как указано в 3.2.1. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным массам диоксида титана строят градуировочный график.

5.3 Обработка результатов

5.3.1 Массовую долю диоксида титана X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса диоксида титана, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

5.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

5.3.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3

6 Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на разложении пробы сплавлением с карбонатом и тетраборатом натрия, выщелачивании плава в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции титана в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 364,3 нм.

6.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для титана.

Ацетилен растворенный газообразный технический по ГОСТ 5457.

Закись азота.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:1.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при 400 °С.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2 %.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка. Стружку очищают в ацетоне, затем высушивают в сушильном шкафу при 100 °С в течение 3—5 мин и охлаждают в эксикаторе.

Раствор алюминия: 1,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты, 1—2 капли хлористого никеля. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения алюминия, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Смесь для сплавления: смешивают натрий углекислый и натрий тетраборнокислый в соотношении 6:1 (по массе).

Раствор-фон: 30 г смеси для сплавления помещают в стакан вместимостью 600 см^3, смачивают водой и осторожно порциями добавляют 200 см^3 раствора соляной кислоты. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Титан металлический по ГОСТ 19807.

Стандартный раствор титана: 0,3000 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают порциями 50 см^3 раствора соляной кислоты, нагревают до растворения. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 100 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г диоксида титана.

6.2 Проведение анализа

6.2.1 Для анализа используют раствор пробы, приготовленный по ГОСТ 14657.2 (4.2.1).

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ 14657.2 (4.2.1), добавляя в мерную колбу вместимостью 500 см^3 125 см^3 раствора алюминия.

Измеряют атомную абсорбцию титана в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен — закись азота при длине волны 364,3 нм.

Массу диоксида титана находят по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

6.2.2 Для построения градуировочного графика в восемь мерных колб вместимостью 200 см^3 каждая приливают по 50 см^3 раствора алюминия, по 40 см^3 раствора-фона и из бюретки добавляют 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см^3 стандартного раствора титана, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и 0,0001 г/см^3 диоксида титана. Колбы доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию титана в растворах для построения градуировочного графика непосредственно до и после измерения атомной абсорбции титана в растворе пробы. Из значений атомной абсорбции раствором для построения градуировочного графика вычитают атомную абсорбцию раствора, не содержащего стандартный раствор титана, и по полученным значениям и соответствующим им концентрациям диоксида титана строят градуировочный график.

6.3 Обработка результатов

6.3.1 Массовую долю диоксида титана X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где c — массовая концентрация диоксида титана в растворе пробы,найденная по градуировочному графику,г/см^3;

V — объем раствора пробы,см^3;

m — масса навески боксита,г.

6.3.2 Расчет результатов анализа — по 4.3.2.

6.3.3 Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа — по 4.3.3.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Алюминиевые руды. Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с 4,4′-диантипирилметаном (ИСО 6995—85)

А.1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический с 4,4′-диантипирилметаном метод определения титана в алюминиевых рудах.

Данный метод применим к рудам с массовой долей диоксида титана от 0,5 % до 8 %.

А.2 Ссылки

ГОСТ 8.010—90* Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений.

ГОСТ 8.207—76 Государственная система обеспечения единства измерений. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений.

А.3 Сущность метода

Разложение навески одним из следующих методов:

1) Обработкой смесью соляной, азотной и серной кислот.

Примечание — Этот метод рекомендуют для руд, содержащих гиббсит и бемит, а также если нерастворившийся остаток после удаления диоксида кремния составляет не более 1 % от массы навески.

2) Спеканием с пероксидом натрия с последующим кратковременным сплавлением. Плав растворяют серной кислотой.

Примечание — Этот метод рекомендуют для руд, содержащих диаспор, или если остаток после удаления диоксида кремния составляет не менее 1 % от массы навески.

3) Сплавлением со смесью карбоната натрия и тетрабората натрия с последующим растворением в серной кислоте.

Примечание — Этот метод пригоден для всех типов руд.

Обезвоживание гидроксида кремния, растворение солей, фильтрование и прокаливание осадка. Удаление диоксида кремния выпариванием с фтористоводородной и серной кислотами. Сплавление остатка со смесью карбоната натрия и тетрабората натрия, растворение плава серной кислотой и присоединение к основному раствору.

Восстановление железа аскорбиновой кислотой, окрашивание 4,4′-диантипирилметаном и измерение оптической плотности при длине волны 390 нм.

А.4 Реактивы

Для анализа применяют реактивы квалификации ч.д.а. и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

А.4.1 Пероксид натрия

Примечание — Пероксид натрия хранят в сухом месте. Не допускается использовать реактив с признаками агломерации.

А.4.2 Смесь карбоната натрия и тетрабората натрия для сплавления

Смешивают три части карбоната натрия и одну часть безводного тетрабората натрия.

А.4.3 Фтористоводородная кислота, 40 %-ный раствор (по массе) ρ_{20} = 1,13 г/см^3.

А.4.4 Серная кислота, ρ_{20} = 1,84 г/см^3, разбавленная 1:1.

А.4.5 Серная кислота, ρ_{20} = 1,84 г/см^3, разбавленная 1:9.

А.4.6 Соляная кислота, ρ_{20} = 1,17 г/см^3, разбавленная 1:1.

А.4.7 Смесь кислот

В стакан вместимостью 100 см^3 вливают 225 см^3 воды, добавляют, осторожно перемешивая, 175 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3). После охлаждения добавляют 150 см^3 соляной кислоты (ρ_{20} = 1,17 г/см^3), 50 см^3 азотной кислоты (ρ_{20} = 1,42 г/см^3) и перемешивают.

Смесь кислот готовят перед каждой серией определений, оставшийся раствор выливают.

А.4.8 Аскорбиновая кислота, раствор 100 г/дм^3.

Применяют свежеприготовленный раствор.

А.4.9 4,4′-диантипирилметан, раствор 15 г/дм^3.

* ВРоссийской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

Растворяют 15 г 4,4′-диантипирилметана ($C_{23}H_{24}N_4O_2$) в 1000 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3) разбавленной 1:9.

Применяют свежеприготовленный раствор.

А.4.10 Железа (III)-аммония сульфат, раствор.

Растворяют 6 г сульфата железа (III)-аммония ($Fe(NH_4)_3(SO_4)_2 \cdot 24\ H_2O$) в 1000 см^3 воды, содержащей 10 см^3 серной кислоты (А.4.5).

А.4.11 Стандартный раствор титана, содержащий 1 г диоксида титана в 1 дм^3.

Стандартный раствор готовят по одному из следующих методов:

а) взвешивают 0,300 г металлического титана высокой чистоты (99,9 %) с точностью до 0,001 г, помещают в коническую колбу, прибавляют 50 см^3 воды и 50 см^3 серной кислоты (А.4.4) и нагревают до растворения металла. Раствор окисляют прибавлением по каплям раствора азотной кислоты (ρ_{20} = 1,42 г/см^3, разбавленной 1:4) до исчезновения красной окраски, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, объем раствора доводят водой до метки и осторожно перемешивают;

б) взвешивают с точностью до 0,001 г и 0,500 г диоксида титана высокой чистоты (99,9 %), предварительно прокаленного в платиновом тигле при температуре от 950 до 1000 °С в течение 30 мин и высушенного при температуре (105 ± 5) °С, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Прибавляют 8 г сульфата аммония и 25 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3). Вставляют стеклянную воронку с коротко обрезанным концом в горлышко колбы и осторожно нагревают при перемешивании до начала кипения. Продолжают нагревать до полного растворения, следя за тем, чтобы на стенках колбы не оставались нерастворенные частички. Охлаждают до температуры окружающей среды и быстро прибавляют за один прием 200 см^3 холодной воды, не перемешивая раствор. Когда раствор станет однородным, его перемешивают, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, содержащую 100 см^3 раствора серной кислоты (А.4.5). Доливают водой до метки.

Примечание - Если используют нагревательную плитку, то включают ее на максимальную температуру, чтобы сократить время нагревания до начала кипения раствора;

в) взвешивают с точностью до 0,005 г 2,215 г дигидрата оксалата калия-титана $K_2TiO(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$ в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 25 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3) и постепенно нагревают до кипения. Кипятят 10 мин, хорошо охлаждают и вливают раствор в 300—400 см^3 воды. Охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Раствор разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

А.4.12 Стандартный раствор титана, содержащий 25 мг диоксида титана в 1 дм^3.

Отбирают пипеткой 5 см^3 стандартного раствора титана (А.4.11) в мерную колбу вместимостью 200 см^3, разбавляют до метки раствором серной кислоты (А.4.5) и тщательно перемешивают.

Раствор готовят перед употреблением.

А.5 Аппаратура

Обычная лабораторная посуда и приборы, указанные в А.5.1 — А.5.6.

А.5.1 Муфельная печь с регулируемой температурой от 480 до 1000 °С.

А.5.2 Циркониевые тигли вместимостью приблизительно 40 см^3 для разложения спеканием.

А.5.3 Тигли из сплава платины с золотом (95/5) или аналогичные вместимостью 25 см^3 для плавления по А.7.5.1.3.

А.5.4 Платиновые тигли для обработки остатка (А.7.5.3).

А.5.5 Спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 390 нм.

А.5.6 Эксикатор, содержащий в качестве осушителя оксид фосфора (V).

А.6 Отбор и подготовка проб

Лабораторную пробу отбирают, размалывают и перемешивают на сите с размерами ячейки 150 мкм.

А.7 Проведение анализа

А.7.1 Количество определений

Анализ проводят на двух параллельных независимых пробах руды.

Примечание — «Независимо» означает проведение анализа разными лаборантами, или, в случае невозможности замены лаборантов, с перерывом между определениями.

А.7.2 Навеска

Взвешивают с точностью до 0,0001 г 1 г анализируемой пробы.

А.7.3 Холостой опыт

Параллельно с проведением анализа готовят раствор холостого опыта. Если анализируют одновременно несколько образцов, то проводят один холостой опыт, но при этом следят за тем, чтобы опыт проводился в тех же условиях и с теми же реактивами.

А.7.4 Контрольный опыт

Одновременно с анализом пробы проводят анализ стандартного образца с известным содержанием в тех же условиях.

Примечание — Стандартный образец должен быть того же типа, что и анализируемая проба. Если свойства анализируемой пробы отличаются от стандартного образца, то он не может служить для контроля.

А.7.5 Определение

А.7.5.1 *Разложение навески*

Если для разложения навески используют кислотное разложение, то поступают, как описано в А.7.5.1.1. Если используют щелочное спекание, то поступают, как описано в А.7.5.1.2. Если используют сплавление, то поступают, как описано в А.7.5.1.3.

А.7.5.1.1 *Кислотное разложение*

Навеску (А.7.2) помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, смачивают водой и прибавляют 60 $см^3$ смеси кислот (А.4.7). Закрывают стакан часовым стеклом и нагревают при 80 °С до растворения образца.

Примечание — Для проб с высоким содержанием железа (Fe_2O_3 >15 %) нагревание должно быть более продолжительным.

После прекращения выделения бурых паров осторожно обмывают стенки стакана и часовое стекло. Выпаривают раствор до густых паров серной кислоты. Закрывают и нагревают в течение 60 мин на плитке при температуре (200 ± 10) °С.

Примечание — Определяют температуру раствора, сравнивая ее с температурой, которую показывает термометр, частично погруженный (на 10 $см^3$) в другой химический сосуд, содержащий серную кислоту.

А.7.5.1.2 *Разложение щелочным спеканием*

Навеску (А.7.2) помещают в сухой циркониевый тигель (А.5.2), прибавляют 10 г пероксида натрия (А.4.1) и сразу перемешивают сухим металлическим шпателем. Помещают тигель в муфельную печь (А.5.1) и нагревают при 480—500 °С в течение 45 мин. Вынимают тигель и нагревают на горелке до расплавления спека (приблизительно 30 с). Продолжают нагревание расплава при постоянном перемешивании в течение 2 мин.

Охлаждают тигель до температуры окружающей среды (для ускорения охлаждения можно использовать металлическую плиту) и помещают на бок в стакан вместимостью 400 $см^3$. Стакан закрывают и осторожно прибавляют со стороны дна тигля 140 $см^3$ серной кислоты (А.4.5). Прибавляют 20 $см^3$ серной кислоты (А.4.4) и полностью растворяют содержимое тигля. Вынимают тигель из стакана и тщательно обмывают его стенки и крышку. Выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Закрывают крышкой и выдерживают в течение 60 мин на плитке при температуре (200±10) °С.

А.7.5.1.3 *Разложение сплавлением*

Навеску (А.7.2) помещают в сухой платиново-золотой тигель (А.5.3) (см. примечание), прибавляют 2 г смеси карбоната натрия и тетрабората натрия (А.4.2) и быстро перемешивают сухим металлическим шпателем. Закрывают платиновой крышкой и помещают в муфельную печь (А.5.1), выдерживают 5 мин при температуре 480—500 °С, затем переносят в муфельную печь температурой 900—950 °С и выдерживают в течение 10 мин.

Примечание — Можно использовать для сплавления платиновый тигель, но, чтобы избежать стекание плава по стенкам, используют тигель большего размера вместимостью 30 $см^3$.

Охлаждают тигель и помещают его на бок в стакан вместимостью 400 $см^3$. Прибавляют 40 $см^3$ воды и 35 $см^3$ серной кислоты (А.4.4), закрывают и растворяют содержимое тигля. Выпаривают раствор до появления густых паров серной кислоты. Закрывают крышкой и нагревают 60 мин на плитке при температуре (200±10) °С.

А.7.5.2 *Растворение и фильтрование*

Охлаждают раствор, приготовленный по А.7.5.1.1, А.7.5.1.2 или А.7.5.1.3, осторожно прибавляют 130 $см^3$ воды и нагревают при 80—90 °С в течение 40 мин при помешивании до полного растворения солей. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности и собирают фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. Стакан обмывают водой, очищают стенки стакана стеклянной палочкой с резиновым наконечником и переносят осадок на фильтр. Промывают осадок на фильтре 5 раз горячей водой (по 5—10 $см^3$). Фильтрат с промывными водами сохраняют для использования по А.7.5.3. Фильтр с осадком сохраняют для А.7.5.3.

Примечание — Если содержание титана будет более высоким, можно увеличить объем промывного раствора.

А.7.5.3 *Обработка осадка*

Помещают фильтр с осадком (А.7.5.2) в прокаленный платиновый тигель (А.5.4). Высушивают, осторожно озоляют и прокаливают в муфельной печи (А.5.1) при температуре 600—700 °С в течение 30 мин. Охлаждают тигель и смачивают осадок несколькими каплями воды. Добавляют 5 капель серной кислоты (А.4.4) и, в зависимости от содержания диоксида кремния, от 5 до 15 $см^3$ фтористоводородной кислоты (А.4.3). Выпаривают досуха в вытяжном шкафу для удаления диоксида кремния и серной кислоты. Охлаждают тигель и взвешивают. Определяют массу остатка, чтобы убедиться, что условия, оговоренные в разделе 3, соблюдены.

Прибавляют (0,7±0,1) г смеси (А.4.2). Сплавляют при 1000 °С в муфельной печи (А.5.1) в течение 4—5 мин, распределяют вращательным движением расплав по стенкам тигля и снова помещают в муфельную печь на 1—2 мин.

Охлаждают тигель, добавляют 10 $см^3$ раствора серной кислоты (А.4.5) и нагревают до растворения. Переносят раствор в фильтрат (А.7.5.2) и промывают тигель водой. Охлаждают до температуры окружающей среды, разбавляют водой до метки и перемешивают. Растворы для анализа готовят согласно таблице А.1.

Таблица А.1 — Промежуточное разбавление

Массовая доля диоксида титана,%	Объем аликвотной части,см^3	Конечный объем,см3
0,5 — 2,0	25,00	50,00
2,0 — 4,0	25,00	100,00
4,0 — 8,0	25,00	200,00

А.7.5.4 *Спектрофотометрическое определение*

Отбирают пипеткой вместимостью 5 см^3 раствор для анализа или разбавленный раствор, приготовленный по А.7.5.3, а также раствор холостого опыта, приготовленный таким же способом, в мерные колбы вместимостью 50 см^3, в каждую колбу добавляют 5 см^3 раствора сульфата железа (III) — аммония (А.4.10), 5 см^3 аскорбиновой кислоты (А.4.8), перемешивают растворы и оставляют стоять 10 мин. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (А.4.6), хорошо перемешивают, добавляют 15 см^3 раствора диантипирилметана (А.4.9). Доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Выдерживают в течение 60 мин и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 390 нм в кювете 10 мм относительно воды.

А.7.6 Градуировочный график

Отбирают пипеткой аликвотные части стандартного раствора титана (А.4.12) согласно таблице А.2 в мерные колбы вместимостью 50 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора сульфата железа (III) — аммония (А.4.10), 5 см^3 аскорбиновой кислоты (А.4.8), перемешивают и дают постоять 10 мин. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (А.4.6), хорошо перемешивают, а затем добавляют 15 см^3 раствора диантипирилметана (А.4.9). Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Через 60 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 390 нм в кювете 10 мм относительно воды.

Строят график зависимости оптической плотности измеряемых растворов от содержания диоксида титана в микрограммах.

Таблица А.2 — Масса диоксида титана в аликвотных частях стандартного раствора

Объем стандартного раствора титана (А.4.12),см^3	Масса диоксида титана,мкм
0,0	0
2,0	50
4,0	100
6,0	150
8,0	200

А.8 Обработка результатов

А.8.1 Расчет массовой доли диоксида титана

Массовую долю диоксида титана X в анализируемой пробе, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 - m_{2b}}{m_1} \cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса навески с поправкой на промежуточное разбавление,г;

m_2 — масса диоксида титана в аликвотной части анализируемого раствора,мкг;

m_{2b} — масса диоксида титана в аликвотной части холостого раствора,мкг.

А.8.2 Обработка результатов

А.8.2.1 *Точность*

Точность метода (сходимость, воспроизводимость и индекс воспроизводимости) приведена в таблице А.3.

Таблица А.3 — Точность определения титана

Образец	Массовая доля диоксида титана,%	Составляющие стандартного отклонения		Индекс воспроизводимости
		Сходимость (r)	Воспроизводимость (R)	
МТ/12/6	1,29	0,01	0,05	0,10
МТ/12/2	2,59	0,03	0,06	0,15
МТ/12/1	3,22	0,03	0,13	0,26
МТ/12/5	5,27	0,04	0,12	0,25

А.8.2.2 *Критерии оценки правильности результатов анализа*

Результат анализа пробы принимают, если результат анализа стандартного образца отличается от паспортного значения этого образца на значение, не превышающее индекса воспроизводимости (таблица А.3), а расхождение между двумя параллельными результатами определений для анализируемой пробы не превышает 2,77 *r* (таблица А.3).

Если результат анализа стандартного образца находится за пределами индекса воспроизводимости, необходимо провести одновременно анализ одной анализируемой пробы, одного стандартного образца и одного холостого опыта. Результат анализа стандартного образца должен быть рассмотрен для принятия результатов анализа анализируемой пробы, как указано выше.

Если результат анализа стандартного образца находится за пределами индекса воспроизводимости, проводят анализ другого стандартного образца того же типа руды, пока не будут получены два приемлемых результата.

Если расхождение между двумя результатами превышает 2,77 *r*, необходимо провести дополнительный анализ одной пробы с одной холостой пробой одновременно с анализом стандартного образца того же типа руды. Принятие полученного дополнительного результата анализа пробы должно зависеть в каждом случае от принятия результата анализа стандартного образца.

А.8.2.3 *Расчет окончательного результата*

За результат принимают среднеарифметическое значение принятых результатов анализа, рассчитанных с точностью до четвертого десятичного знака и округленных до второго десятичного знака следующим образом:

а) если цифра третьего десятичного знака меньше 5, ее отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения;

б) если цифра третьего десятичного знака 5, а четвертый десятичный знак любая, кроме нуля, или, если цифра третьего десятичного знака больше 5, цифру второго десятичного знака увеличивают на единицу;

в) если цифра третьего десятичного знака равна 5, а четвертый десятичный знак 0, цифру 5 отбрасывают, а цифру второго десятичного знака оставляют без изменения, если она равна 0, 2, 4, 6 или 8, и увеличивают на единицу, если она равна 1, 3, 5, 7 или 9.

9 Протокол

Протокол испытания должен содержать следующее:

1) данные, необходимые для характеристики пробы;
2) ссылку на данный стандарт;
3) результаты анализа;
4) порядковый номер результатов;
5) любые данные, полученные в процессе анализа, и операции, не предусмотренные настоящим стандартом.

МКС 73.060 А39 ОКСТУ 1711

Ключевые слова: боксит, испытания, диоксид титана

gost.e-ecolog.ru