УДК 622.349.21 : 546.824—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Методы определения диоксида титана

Bauxite. Methods for the determination of titanium dioxide

ГОСТ 14657.5—78

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.01.79 до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотоколориметрические методы определения массовой доли диоксида титана при массовой доле от 0,5 до 5%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. ПЕРЕКСИДНЫЙ МЕТОД

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

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ—26, СФ—16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 950°С.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:1.

Водородная перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Издание официальное

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

gost.e-ecolog.ru

Квасцы железоаммонийные (железо III-аммоний сернокислый), раствор готовят следующим образом: 5 г квасцов растворяют в воде, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема раствора 100 см³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий пиросернокислый.

Титана диоксид.

Стандартный раствор титана; готовят следующим образом: 0,2000 г диоксида титана, предварительно прокаленной при 700°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 см³, приливают 150—200 см³ серной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают до растворения плава. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,2 мг диоксида титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим или фотоколориметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78, отбирают аликвотную часть 20—50 см³ в зависимости от массовой доли титана и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, 3 см³ ортофосфорной кислоты и 3 см³ перекиси водорода. Раствор доливают до метки водой, перемешивают и через 10 мин фотометрируют на фотоэлектроколориметре, или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 410 нм. Раствором сравнения служит вода. Одновременно проводят контрольный опыт.

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

2.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 0; 5; 10; 15; 20; 25; 30 см³ стандартного раствора диоксида титана, что соответствует 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6 мг диоксида титана. В каждую колбу приливают по 10 м серной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 м железоаммонийных квасцов, по 3 см³ ортофосфорной кислоты, по 3 см³ перекиси водорода и далее анализ ведут, как указано в п. 2.2.1.

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

2.2.1, 2.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю диоксида титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески боксита, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля диоксида титана в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОВЫЙ МЕТОД

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

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5% в растворе соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:6.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2%.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой долей 5%.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий пиросернокислый.

Титана диоксид.

Стандартные растворы титана.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1000 г прокаленного диоксида титана сплавляют с двадцатикратным количеством пиросернокислого калия или натрия до получения прозрачного плава. Плав выщелачивают при нагревании 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг диоксида титана.

Раствор Б; готовят перед применением следующим образом: отбирают 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают серной кислотой, разбавленной 1:6, до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг диоксида титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. От раствора, полученного после определения диоксида кремния гравиметрическим или фотоколориметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78, отбирают пипеткой 5 см³ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:6, 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, две капли раствора сернокислой меди, 10 см³ раствора диантипирилметана, доливают серной кислотой, разбавленной 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 величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта находят массовую долю диоксида титана по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ приливают 0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 мг диоксида титана, прибавляют по 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:6, по 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.2.1. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным массовым долям диоксида титана строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю диоксида титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

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

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице (см. п. 2.3.2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством цветной металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.5—69**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4165—78	3.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 3.1
ГОСТ 6552—80	2.1
ГОСТ 7172—76	3.1
ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 14657.0—78	1
ГОСТ 14657.2—78	2.2.1
ГОСТ 24104—80	2.1, 3.1

5. **Срок действия продлен до 01.01.94** Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2908

6. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru