УДК 622.349.3-15:546.824-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

## Методы определения двуокиси титана

Raremetallic concentrates.
Methods for the determination
of titanium dioxide

ГОСТ
25702.14—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3363 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает методы определения двуокиси титана:

дифференциальный фотометрический с перекисью водорода в ильменитовом (при массовой доле от 35 до 65 %), рутиловом (при массовой доле от 85 до 99 %) и лопаритовом (при массовой доле от 38 до 40 %) концентратах;

дифференциальный фотометрический с диантипирилметаном в ильменитовом концентрате (при массовой доле от 35 до 65 %);

оксидиметрический в ильменитовом (при массовой доле от 35 до 65 %) и рутиловом (при массовой доле от 85 до 99 %) концентратах;

фотометрический с перекисью водорода в ниобиевом (пирохлоровом) концентрате (при массовой доле от 4 до 15 %).

При разногласиях в оценке качества ильменитового и рутилового концентратов определение проводят дифференциальным фотометрическим методом.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)*

gost.e-ecolog.ru

## 2. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В ИЛЬМЕНИТОВОМ, РУТИЛОВОМ И ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

Метод основан на реакции образования окрашенного в оранжево-желтый цвет комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислом растворе и фотометрировании окраски раствора дифференциальным способом с использованием раствора сравнения, содержащего 20,0 мг двуокиси титана в фотометрируемом растворе. Влияние железа устраняют добавлением ортофосфорной кислоты.

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900 °С.

Спектрофотометр типа СФ-26 или СФ-16.

Светофильтр нейтральный типа НС-8 толщиной 4 мм.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Тигли кварцевые вместимостью 40 см³ или фарфоровые № 3 или 4.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 250 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм³, и разбавленная 1:4.

Аммоний сернокислый (сульфат аммония) по ГОСТ 3769—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой концентрацией 60 г/дм³.

Титана двуокись марки ОС.Ч.6—2.

Раствор двуокиси титана; готовят одним из следующих способов:

первый способ. Навеску предварительно прокаленной при температуре 850—900 °С двуокиси титана массой 0,5 г помещают в коническую колбу, прибавляют 12,5 г сернокислого аммония, 30 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 2,0 мг двуокиси титана;

второй способ. Навеску предварительно прокаленной при 850 - 900 °С двуокиси титана массой 0,2 г помещают в кварцевый или фарфоровый тигель и сплавляют с 5 г пиросернокислого калия в муфельной печи при температуре 700—800 °С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 55 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 2,0 мг двуокиси титана.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы при анализе лопаритового концентрата

Чашки платиновые вместимостью 50 см³.

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

**Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.**

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску пробы лопаритового концентрата массой 0,3 г помещают в платиновую чашку, смачивают водой, осторожно приливают 10 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1. Навеску растворяют при умеренном нагревании, а затем выпаривают содержимое чашки до паров серной кислоты, охлаждают, приливают 3 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, вторично выпаривают почти досуха и добавляют в чашку 5 г пиросернокислого калия.

2.2.2. Навеску пробы ильменитового концентрата массой 0,3 г или рутилового концентрата массой 0,25 г помещают в кварцевый или фарфоровый тигель и добавляют по 7 г пиросернокислого калия.

2.2.3. Содержимое тигля или платиновой чашки, полученное по п. 2.2.1 или 2.2.2, сплавляют в муфельной печи сначала при 500 °С, затем постепенно повышают температуру до 700—800 °С и сплавляют до получения жидкой легкоподвижной массы, после чего добавляют в охлажденный тигель или платиновую чашку 4—5 капель серной кислоты и вновь сплавляют до получения прозрачного плава.

Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 200 см³.

В стакан или платиновую чашку приливают 50 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³, 1 см³ перекиси водорода и растворяют плав при умеренном нагревании раствора. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 2 моль/дм³ раствором серной кислоты и перемешивают. Если раствор слегка мутный (из-за

присутствия кремниевой кислоты), его фильтруют через фильтр «белая лента» или дают отстояться до просветления.

Аликвотную часть прозрачного раствора объемом 15,0—20,0 см³ при анализе ильменитового и лопаритового или 10,0 см³ при анализе рутилового концентратов помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 14 см³ ортофосфорной кислоты при анализе ильменитового концентрата или 2 см³ при анализе лопаритового и рутилового концентратов, 50 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³, 5 см³ перекиси водорода и доливают той же серной кислотой до метки.

2.2.1—2.2.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.4. Измеряют оптическую плотность раствора, полученного по п. 2.2.3, по отношению к раствору сравнения, содержащему 20,0 мг двуокиси титана, приготовленному по п. 2.2.5, на спектрофотометре при длине волны 390 нм и постоянной ширине щели, используя кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, или на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм.

Допускается применять спектрофотометр типа СФ-4А. При этом измерения оптической плотности проводят с использованием светофильтра типа УФС-2.

Массу двуокиси титана находят, пользуясь градуировочным фактором или по градуировочному графику.

2.2.5. Для вычисления градуировочного фактора или построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ вводят бюреткой 10,0; 12,0; 14,0 и 15,0 см³ основного раствора титана, приливают по 14 см³ ортофосфорной кислоты при анализе ильменитового концентрата или 2 см³ при анализе лопаритового и рутилового концентратов, по 50 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³, по 5 см³ перекиси водорода и доливают той же серной кислотой до метки. Масса двуокиси титана в растворах равна соответственно 20,0; 24,0; 28,0 и 30,0 мг. Измеряют оптическую плотность каждого из растворов, начиная со второго, по отношению к первому раствору (раствор сравнения), как указано в п. 2.2.4.

Градуировочный фактор вычисляют, как указано в ГОСТ 25702.0—83, или по найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси титана строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.6. При фотометрировании раствора анализируемого концентрата допускается применять нейтральный светофильтр вместо

раствора сравнения. В этом случае эквивалентное значение массы двуокиси титана ($m_c$) находят по ГОСТ 25702.0—83.

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю двуокиси титана ($X_1$) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V(m_1 + A \cdot F) \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где $V$ — объем анализируемого раствора, см³;

$m_1$ — масса двуокиси титана в растворе сравнения, мг;

$A$ — оптическая плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения;

$F$ — градуировочный фактор;

$K$ — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

$m$ — масса навески пробы, г;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

**2.3.2. При использовании нейтрального светофильтра массовую долю двуокиси титана ($X_2$)** в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V(m_c + A \cdot F) \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где $m_c$ — эквивалентное значение массы двуокиси титана, мг.

2.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

| Анализируемый концентрат | Массовая доля двуокиси титана, % | Допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|---|
| | | при измерении на спектрофотометре | при измерении на фотоэлектроколориметре |
| Рутиловый | 85,0 | 1,1 | 1,2 |
| | 90,0 | 1,2 | 1,3 |
| | 99,0 | 1,4 | 1,5 |
| Ильменитовый | 35,0 | 0,5 | 0,7 |
| | 45,0 | 0,7 | 0,9 |
| | 50,0 | 0,8 | 1,0 |
| | 55,0 | 0,9 | 1,1 |
| | 65,0 | 1,1 | 1,3 |
| Лопаритовый | 38,0 | 0,7 | 0,8 |
| | 40,0 | 0,7 | 0,8 |

2.3.1—2.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В ИЛЬМЕНИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном в сернокислой среде (молярная концентрация раствора серной кислоты 0,5 моль/дм³) и фотометрировании окраски раствора дифференциальным способом с использованием раствора сравнения, содержащего 0,5 мг двуокиси титана в фотометрируемом объеме. Влияние железа устраняют добавлением аскорбиновой кислоты.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000 °С.

Спектрофотометр типа СФ-26 или СФ-16.

Светофильтр нейтральный типа НС-8 толщиной 4 мм.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Тигли кварцевые вместимостью 30 см³.

Бюретка вместимостью 10 см³.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Мензурки мерные вместимостью 10, 50 и 250 см³.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ без делений.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:3 и 1:4.

Аммоний сернокислый (сульфат аммония) по ГОСТ 3769—78.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³, готовят следующим образом: 25 г реагента растворяют в смеси, состоящей из 300 см³ воды, 30 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, хорошо перемешивая до полного растворения реагента. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают (если при стоянии из раствора выделяются кристаллы реагента, то раствор слегка подогревают до их растворения).

Титана двуокись марки ОС. Ч. 6—2.

Растворы двуокиси титана (основные); готовят одним из следующих способов:

первый способ. Раствор А: навеску предварительно прокаленной при температуре 850—900 °С двуокиси титана массой 0,25 г помещают в коническую колбу, прибавляют 12,5 г сернокислого аммония, 30 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг двуокиси титана;

второй способ. Раствор А: навеску предварительно прокаленной при температуре 850—900 °С двуокиси титана массой 0,1 г помещают в кварцевый или фарфоровый тигель и сплавляют с 5 г пиросернокислого калия в муфельной печи при температуре 700—800 °С до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: аликвотную часть раствора А объемом 10 см³ переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг двуокиси титана.

Составной реагент; готовят следующим образом: 660 см³ воды помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, туда же приливают 90 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:3, 25 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 10 см³ раствора сернокислой меди, 115 см³ раствора диантипирилметана, доводят до метки водой и перемешивают. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают.

Необходимые для приготовления составного реагента растворы готовят заранее, а смешивают их в указанной последовательности перед применением составного реагента.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в кварцевый тигель и прибавляют 5 г пиросернокислого калия. Тигель сначала помещают в муфельную печь, нагретую примерно до 500 °С, и

сплавляют, постепенно повышая температуру до получения прозрачного плава при температуре 700—800 °С. Если плавление происходит не полностью, то плав охлаждают, добавляют 5 капель серной кислоты и вновь сплавляют до получения жидкой прозрачной массы. Плав растворяют при нагревании в 50 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором серной кислоты, разбавленной 1:4, и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора объемом 10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, и до метки доводят водой. Для фотометрирования отбирают аликвотную часть раствора объемом 5—10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают составным реагентом.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.2. Через 60 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения, содержащему 0,5 мг двуокиси титана, приготовленному по п. 3.2.3, на спектрофотометре при длине волны 385 нм и постоянной ширине щели, используя кювету с толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм, или на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~400 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм.

Массу двуокиси титана находят, пользуясь градуировочным фактором или по градуировочному графику.

3.2.3. Для вычисления градуировочного фактора или построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ вводят бюреткой 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см³ рабочего раствора двуокиси титана (раствор Б) и до метки доливают составным реагентом.

Масса двуокиси титана в растворах равно соответственно: 0,50; 0,60; 0,70; 0,80 и 0,90 мг.

Измеряют оптическую плотность каждого из растворов, начиная со второго, по отношению к первому раствору (раствор сравнения), как указано в п. 3.2.2.

Градуировочный фактор вычисляют, как указано в ГОСТ 25702.0—83, или строят градуировочный график зависимости оптической плотности от концентрации.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.2.4. При фотометрировании раствора концентрата допускается применять нейтральный светофильтр вместо раствора сравнения. В этом случае эквивалентное значение массы двуокиси титана ($m_э$) находят по ГОСТ 25702.0—83.

### 3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю двуокиси титана ($X_3$) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V(m_1 + A \cdot F) \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где $V$ — объем анализируемого раствора, см³;

$m_1$ — масса двуокиси титана в растворе сравнения, мг;

$A$ — оптическая плотность анализируемого раствора по отношению к раствору сравнения;

$F$ — градуировочный фактор;

$K$ — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

$m$ — масса навески пробы, г;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

3.3.2. При использовании нейтрального светофильтра массовую долю двуокиси титана ($X_4$) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V(m_c + A \cdot F) \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где $m_c$ — эквивалентное значение массы двуокиси титана, мг.

3.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля двуокиси титана, % | Допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | при измерении на спектрофотометре | при измерении на фотоэлектроколориметре |
| 35,0 | 0,5 | 0,7 |
| 45,0 | 0,7 | 0,9 |
| 50,0 | 0,8 | 1,0 |
| 56,0 | 0,9 | 1,1 |
| 65,0 | 1,1 | 1,3 |

## 4. ОКСИДИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В ИЛЬМЕНИТОВОМ И РУТИЛОВОМ КОНЦЕНТРАТАХ

Метод основан на восстановлении металлическим алюминием титана (IV) до титана (III) и последующем титровании последнего раствором железоаммонийных квасцов в присутствии индикатора роданистого аммония.

**4.1. Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900 °С.

Тигли кварцевые вместимостью 40 см³.

Тигли фарфоровые № 3 или 4.

Бюретки вместимостью 10 и 25 см³.

Воронка с гидравлическим затвором (см. чертеж).

Воронка с гидравлическим затвором



Колба коническая вместимостью 250 см³.

Колба мерная вместимостью 1000 см³.

Мензурки мерные.

Стакан стеклянный лабораторный вместимостью 300 см³.

Стекло часовое.

Цилиндр мерный вместимостью 50 см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1,5 и 1:4.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:20.

Алюминий в виде тонкой стружки.

Аммоний роданистый, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201-79, насыщенный раствор.

Титана двуокись марки ОС. Ч. 6—2.

Квасцы железоаммонийные (железо-III-аммоний сернокислый) по НТД, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, (в реакции окисления титана в кислой среде), готовят следующим образом: 48,2 г железоаммонийных квасцов растворяют в 200 см³ серной кислоты, разбавленной 1:20, прибавляют раствор марганцовокислого калия до образования устойчивой розовой окраски раствора, нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 15—20 мин (до исчезновения розовой окраски). После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:20.

Титр раствора железоаммонийных квасцов устанавливают в условиях проведения анализа по раствору двуокиси титана, при-

готовленному по п. 3.1, из навески двуокиси титана массой 0,2 г, предварительно прокаленной при 850—900°С.

Титр раствора железоаммонийных квасцов с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³, выраженный в г/см³ двуокиси титана, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где $m$ — масса навески двуокиси титана, г;

$V$ — объем раствора железоаммонийных квасцов с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³ израсходованный на титрование, см³.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2. **Проведение анализа**

4.2.1. Навеску пробы ильменитового или рутилового концентрата массой 0,2 г сплавляют с 5 г пиросернокислого калия, как указано в п. 2.2.2. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 300 см³, прибавляют 50 см³ горячего раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1,5 и растворяют плав при нагревании. После охлаждения тигель вынимают, обмывают 25 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор переводят в коническую колбу вместимостью 250 см³, стенки стакана обмывают 25 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:4, добавляют 2 г алюминия, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают раствор в течение 30 мин. Обмывают часовое стекло раствором соляной кислоты, разбавленной 1:4, прибавляют 20 см³ соляной кислоты и немедленно закрывают колбу воронкой с гидравлическим затвором, заполненной раствором двууглекислого натрия.

Раствор в колбе нагревают до полного растворения алюминия, затем охлаждают, наблюдая, чтобы в воронке находилось достаточное количество раствора двууглекислого натрия (отводная трубка воронки должна быть погружена в жидкость). После охлаждения раствора воронку с гидравлическим затвором быстро снимают, обмывают соляной кислотой, разбавленной 1:4, приливают 10 см³ раствора роданистого аммония и немедленно титруют раствором железоаммонийных квасцов до образования устойчивой розовой окраски раствора. К концу титрования каждую последующую каплю следует добавлять после тщательного перемешивания раствора. Концом титрования считают окрашивание, не исчезающее в течение 1—2 мин.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.2.2. Одновременно с анализом проводят два параллельных контрольных опыта на содержание в реактивах веществ, восстанавливающихся алюминием и титрующихся раствором железо-

аммонийных квасцов, берут среднее арифметическое значение, которое вычитают из результатов титрования навески концентрата.

4.3. **Обработка результатов**

4.3.1. Массовую долю двуокиси титана ($X_5$) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot T \cdot K \cdot 100}{m},$$

где $V$ — объем раствора железоаммонийных квасцов, израсходованный на титрование, с учетом поправки контрольного опыта, см³;

$T$ — титр раствора железоаммонийных квасцов, выраженный в г/см³ двуокиси титана;

$K$ — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

$m$ — масса навески пробы, г.

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

| Анализируемый концентрат | Массовая доля двуокиси титана, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|---|
| Рутиловый | 85,0 | 1,2 |
| | 90,0 | 1,3 |
| | 99,0 | 1,5 |
| Ильменитовый | 35,0 | 0,7 |
| | 45,0 | 0,9 |
| | 50,0 | 1,0 |
| | 55,0 | 1,1 |
| | 65,0 | 1,3 |

4.3.1; 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на реакции образования окрашенного в желтый цвет комплексного соединения титана с перекисью водорода в сернокислом растворе и фотометрировании окраски раствора.

5.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 900 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60.

Тигли платиновые вместимостью 30 см³.

Тигли кварцевые вместимостью 20 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 250 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Титана двуокись марки ОС. Ч. 6—2.

Раствор двуокиси титана (рабочий раствор Б); готовят, как указано в п. 3.1.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг двуокиси титана.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.2. **Проведение анализа**

5.2.1. Навеску пробы массой 0,1 г сплавляют с 3 г пиросернокислого калия в кварцевом или платиновом тигле при 750—800 °С до получения прозрачного плава. После охлаждения плав выщелачивают 100 см³ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ в присутствии 10 см³ перекиси водорода, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доводят объем до метки той же кислотой. После перемешивания раствор фильтруют через сухой фильтр, отбрасывая первую порцию фильтрата. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора объемом 25 см³, прибавляют 3 см³ перекиси водорода, доводят объем до метки раствором серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны ~400 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массу двуокиси титана находят по градуировочному графику.

5.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 2,0; 4,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0; 16,0 и 20,0 см³ рабочего раствора двуокиси титана (раствор Б). В каждую колбу прибавляют по 3 см³ перекиси водорода, доводят объем до метки серной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 5.2.1. Раствором сравнения служит раствор серной кислоты.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси титана строят градуировочный график.

5.2.1; 5.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю двуокиси титана ($X_6$) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

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

$V$ — объем анализируемого раствора, см$^3$;

$K$ — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0- 83 п. 1.5;

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

$m$ — масса навески пробы, г.

5.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 4.

Таблица 4

| Массовая доля двуокиси титана, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|
| 4,0 | 0,4 |
| 8,0 | 0,8 |
| 10,0 | 1,0 |
| 15,0 | 1,5 |

5.3.1; 5.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru