ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25702.0-83— ГОСТ 25702.18-83

Издание официальное

МОСКВА — 1994

gost.e-ecolog.ru

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)*

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 $см^3$ или фарфоровые № 3 или 4.

Бюретка вместимостью 25 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 100 и 250 $см^3$.

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 $см^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$, 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/$дм^3$.

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 $см^3$ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ 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 $см^3$ при анализе ильменитового и лопаритового или 10,0 $см^3$ при анализе рутилового концентратов помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 14 $см^3$ ортофосфорной кислоты при анализе ильменитового концентрата или 2 $см^3$ при анализе лопаритового и рутилового концентратов, 50 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$, 5 $см^3$ 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 $см^3$ вводят бюреткой 10,0; 12,0; 14,0 и 15,0 $см^3$ основного раствора титана, приливают по 14 $см^3$ ортофосфорной кислоты при анализе ильменитового концентрата или 2 $см^3$ при анализе лопаритового и рутилового концентратов, по 50 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$, по 5 $см^3$ 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, см^3;

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, см^3;

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/дм^3) 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 см^3.

Бюретка вместимостью 10 см^3.

Колбы мерные вместимостью 100, 500 и 1000 см^3.

Колбы конические вместимостью 250 см^3.

Мензурки мерные вместимостью 10, 50 и 250 см^3.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см^3 без делений.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3, 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/дм^3.

Диантипирилметан, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3, готовят следующим образом: 25 г реагента растворяют в смеси, состоящей из 300 см^3 воды, 30 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, хорошо перемешивая до полного растворения реагента. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, 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_c) 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
55,0	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, см^3;

T — титр раствора железоаммонийных квасцов, выраженный в г/см^3 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).**

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М С. Кабашова*

Сдано в набор 26 04 94 Подп в печ 23 06 94 Усл печ л 11,62. Усл кр -отт 11,74. Уч -изд л 12,30 Тир 225 экз С 1461

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер . 14
Тульская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 944

gost.e-ecolog.ru