

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

**РУДЫ ТИТАНОМАГNETИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ**

**Методы определения двуокиси титана**

Titanomagnetite ores, ironvanadium  
concentrates, agglomerates and pellets.  
Methods for determination  
of titanium dioxide

**ГОСТ 18262.8—88**

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.2000

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на титаномagnetитовые руды, концентраты, агломераты и окатыши железovanадиевые и устанавливает титриметрический метод определения двуокиси титана при массовой доле от 1 до 15% и фотометрический метод — при массовой доле от 0,5 до 15%.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

**2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на восстановлении четырехвалентного титана до трехвалентного металлическим алюминием с последующим титрованием трехвалентного титана раствором сернокислого или хлорного железа в присутствии индикатора роданистого аммония.

Мешающее влияние ванадия и хрома устраняется сплавлением со щелочным плавлением с последующим выщелачиванием плава на воде.

**2.1. Аппаратура и реактивы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 800°C.

Тигли железные.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 и раствор массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия перекись.

Алюминий металлический (не содержащий титан) в виде проволоки диаметром 2—3 мм или пластинки толщиной 5—6 мм. Алюминий прокаливают при 500—550 °С в течение 30 мин, помещают на несколько минут в горячую воду и обрабатывают в фарфоровом стакане раствором гидрата окиси натрия в течение 5 мин при 50—60 °С. Затем промывают горячей водой, помещают на несколько секунд в горячую азотную кислоту, разбавленную 1:7, и промывают алюминий горячей водой.

Двуокись титана, ос. ч., прокаленная при 800—900 °С.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:100.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:7.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Железо треххлористое 6-водное (хлорное) по ГОСТ 4147, растворы с молярной концентрацией 0,025 и 0,05 моль/дм<sup>3</sup>: 6,75 или 13,50 г хлорного железа растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, приливают 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, раствор разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Железо (III) серноокисное 9-водное по ГОСТ 9485, растворы с молярной концентрацией 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> и 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 7,02 или 14,04 г серноокислого железа растворяют в 250 см<sup>3</sup> воды и 10 см<sup>3</sup> серной кислоты. Раствор фильтруют, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора хлорного или серноокислого железа устанавливают следующим образом: навеску двуокиси титана массой 0,050—0,100 г сплавляют с 2 г перекиси натрия в железном тигле при 750—800 °С в течение 3—5 мин с момента расплавления. После охлаждения плав выщелачивают в 80 см<sup>3</sup> теплой воды, приливают соляную кислоту до полного растворения осадка гидроокисей и 25 см<sup>3</sup> в избыток, разбавляют примерно до 150—200 см<sup>3</sup> водой и перемешивают. В теплый раствор вносят 2 г металлического алюминия, накрывают колбу и умеренно кипятят до полного растворения алюминия. Далее раствор титруют раствором хлорного или серноокислого железа, как указано в п. 2.2.3.

Массовую концентрацию (*C*) раствора хлорного или серноокислого железа в граммах двуокиси титана на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V \cdot V_1},$$

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

*V* — объем раствора хлорного или серноокислого железа, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора хлорного или сернокислого железа, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>

## 2.2 Проведение анализа

2.2.1 Навеску массой 0,5 г помещают в железный тигель, в который предварительно насыпают 1 г углекислого натрия. В тигель прибавляют 3—4 г перекиси натрия, тщательно перемешивают и ссыпают в муфельной печи при 750—800 °С до получения однородного плава.

Навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей, содержащих пирит и органические примеси, перед сплавлением предварительно прокаливают при 700 °С в течение 10—15 мин.

2.2.2 Тигель с плавом после охлаждения помещают в высокий стакан вместимостью 400—500 см<sup>3</sup>, осторожно по стенке прибавляют 80—100 см<sup>3</sup> воды и выщелачивают плав. Раствор кипятят для разрушения пироксидных соединений титана и разложения перекиси водорода. Тигель извлекают из раствора и обмывают водой. Дают осадку отстояться и раствор фильтруют через фильтр бумажную массу, не перенося осадок на фильтр. Осадок в стакане промывают 2—3 раза декантацией раствором углекислого натрия. Фильтробумажную массу с небольшим количеством осадка переносят в стакан с основным осадком и остаток с воронки смывают соляной кислотой в тот же стакан. В стакан с осадком приливают соляную кислоту до полного растворения осадка и в избыток 25 см<sup>3</sup>. Раствор фильтруют через тампон ваты в колбу с узким горлом вместимостью 500 см<sup>3</sup> и промывают воронку 4—5 раз соляной кислотой, разбавленной 1:100. Объем раствора должен быть примерно 150 см<sup>3</sup>.

2.2.3 В теплый раствор вносят 2 г металлического алюминия, накрывают колбу и умеренно кипятят до полного растворения алюминия.

При больших содержаниях двуокиси титана для полного его восстановления после обесцвечивания раствора вводят дополнительно 0,5—1 г алюминия.

В момент прекращения выделения пузырьков водорода прибавляют 0,2—0,3 г углекислого натрия. Колбу с раствором закрывают пробкой и охлаждают. К раствору приливают 5 см<sup>3</sup> раствора роданата аммония и быстро титруют раствором хлорного или сернокислого железа до появления устойчивой в течение 1—2 мин жёлто-оранжевой окраски.

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

## 2.3 Обработка результатов

2.3.1 Массовую долю двуокиси титана ( $X_{TiO_2}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{TiO}_2} = \frac{C(V - V_1) 100}{m},$$

где  $C$  — массовая концентрация раствора хлорного или серноокислого железа по двуокиси титана, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора хлорного или серноокислого железа, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора хлорного или серноокислого железа, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески высушенной пробы, г.

2 3 2 Абсолютное допустимое расхождение между результатами определения для доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины указанной в табл. п. 3 3 3.

### 3 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет устойчивого соединения четырехвалентного титана с диантипирилметаном в кислой среде с молярной концентрацией соляной кислоты 1—4 моль/дм<sup>3</sup>.

Влияние трехвалентного железа и пятивалентного ванадия устраняют восстановлением их аскорбиновой кислотой

#### 3.1 Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1100°С

Тигли платиновые по ГОСТ 6563

Железо карбонильное, ос. ч

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до 350—400°С и прокаливают при указанной температуре в течение 2 ч.

Железа окись.

Смесь для сплавления, приготовленная следующим образом: тщательно перемешивают измельченный безводный тетраборнокислый натрий и углекислый натрий в весовом соотношении 1:4, 15 весовых частей приготовленной смеси растирают с 1 весовой частью окиси железа. Смесь хранят в закрытой банке.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:4, 1:9

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Кислота аскорбиновая, раствор массовой концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный