УДК 622.361.2.001.4:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Методы определения оксида титана (IV)

Concentrated kaolin.
Methods for determination of titanium oxide (IV)

ГОСТ 19609.2—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам определения оксида титана (IV)—по ГОСТ 19609.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА (IV) С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 1100 °С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Чашки или тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:3, 1 моль/дм^3, 2 моль/дм^3.

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 10 г/дм^3 готовится небольшими порциями в день применения.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор концентрации 50 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор концентрации 50 г/дм³; готовят следующим образом: 50 г диантипирилметана растворяют в 500—600 см³ соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Титана оксид (IV), квалификации «особой чистоты».

Стандартные растворы оксида титана:

раствор А: 0,1 г оксида титана (IV), предварительно высушенного при 105—110 °С, сплавляют в платиновом тигле с 6—7 г пиросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют в 150 см³ соляной кислоты концентрации 2 моль/дм³ при нагревании. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг оксида титана (IV);

раствор Б: отбирают 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг оксида титана (IV). Для построения графика используют свежеприготовленный раствор.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,00; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг оксида титана (IV).

В колбы приливают по 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:3, по 40 см³ воды, по 2 капли раствора сернокислой меди, по 4 см³ раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают 5 мин, приливают по 15 см³ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой, перемешивают и через 15 мин фотометрируют раствор на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида титана (IV).

По данным оптических плотностей и соответствующим им массам оксида титана в миллиграммах строят градуировочный график.

2.4. Проведение анализа

От основного раствора, полученного по ГОСТ 19609.1, отбирают аликвотную часть 10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, затем в колбу вводят все реактивы и поступают, как и при построении градуировочного графика.

Раствором сравнения является раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику определяют массу оксида титана (IV) в миллиграммах.

2.5. **Обработка результатов**

2.5.1. Массовую долю оксида титана (IV) (X_{TiO_2}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{TiO_2} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г.

2.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида титана до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле оксида титана свыше 1,00 %.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА (IV) С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода. Применение метода допускается при массовой доле оксида титана (IV) в каолине не менее 0,3 %.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.
Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:20.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.
Перекись водорода по ГОСТ 10929, разбавленная 1:10.
Стандартный раствор А оксида титана.

3.3. **Подготовка к анализу**

3.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,20 и 1,60 мг оксида титана (IV). В каждую колбу приливают по 1 см³ ортофосфорной кислоты, по 3 см³ раствора перекиси водорода, доливают до метки раствором серной кислоты, перемешивают и через 15 мин фотометрируют, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида титана (IV).

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массам оксида титана в миллиграммах строят градуировочный график.

3.4. **Проведение анализа**

3.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³ анализируемого раствора по ГОСТ 19609.1. К раствору приливают 1 см³ ортофосфорной кислоты (при анализе железосодержащих материалов ортофосфорную кислоту вводят до исчезновения желтой окраски раствора) и далее вводят все реактивы и поступают, как при построении градуировочного графика.

Раствором сравнения является раствор контрольного опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят массу оксида титана (IV) в миллиграммах.

3.5. **Обработка результатов**

3.5.1. Массовую долю оксида титана (IV) (X_{TiO_2}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{TiO_2} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятой для проведения анализа, см³;

m — масса навески, г.

3.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида титана до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле оксида титана свыше 1,00 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **Н. М. Метальникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19609.2—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 4165—78	2.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 6552—80	3.2
ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 7172—76	2.2
ГОСТ 10929—76	3.2
ГОСТ 12083—78	2.2, 3.2
ГОСТ 19609.0—89	1
ГОСТ 19609.1—89	2.4, 3.4.1
ГОСТ 24104—80	2.2

gost.e-ecolog.ru