УДК 666.122.2:546.824.-31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПЕСОК КВАРЦЕВЫЙ, МОЛОТЫЕ ПЕСЧАНИК, КВАРЦИТ И ЖИЛЬНЫЙ КВАРЦ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

ГОСТ 22552.4—77

Метод определения диоксида титана

Quartz sand, ground sandstone, quartzite and veiny quartz for glass industry. Method for determination of titanium dioxide

ОКСТУ 5726

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на кварцевый песок, молотые песчаник, кварцит и жильный кварц, предназначенные для стекольной промышленности, и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли диоксида титана.

Сущность метода заключается в образовании желтого перекисного соединения титана в разбавленном растворе серной кислоты и фотометрировании окрашенного раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения массовой доли диоксида титана — по ГОСТ 22552.0.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные по ГОСТ 24104 с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и пределом взвешивания 200 г;

фотоэлектроколориметр;

тигли платиновые № 100—8 или 100—9 по ГОСТ 6563;

шпатели платиновые № 11 и 12 по ГОСТ 6563;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 177 и разбавленную 1:9;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 28:972;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172;

титана двуокись, прокаленную при 1000—1050 °С в платиновом тигле до постоянной массы;

гири Г-2—210 по ГОСТ 7328;

стандартные растворы диоксида титана;

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,5 г диоксида титана, взвешенные с погрешностью не более 0,0002 г, сплавляют в платиновом тигле с 6—7 г пиросернокислого калия при 800—1000 °С до получения прозрачного плава. Плав охлаждают, помещают в колбу вместимостью 500 $см^3$ и выщелачивают горячей разбавленной серной кислотой, доливают кислотой до метки и перемешивают. Титр раствора определяют весовым методом;

раствор Б, приготовленный следующим образом: отбирают пипеткой 100 $см^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг диоксида титана.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску песка массой 1 г помещают в платиновый тигель, прокаливают при 1000—1200 °С в течение 1 ч и производят разложение смесью серной и фтористоводородной кислотами, как указано в ГОСТ 22552.1.

К сухому остатку после удаления фтористого кремния приливают 15—20 $см^3$ разбавленной серной кислоты, нагревают до растворения и полученный раствор полностью переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Приливают равный объем разбавленной серной кислоты, 3 $см^3$ разбавленной перекиси водорода, 1—2 капли ортофосфорной кислоты, доводят разбавленной серной кислотой до метки и перемешивают.

Одновременно готовят нулевой раствор, содержащий в 100 $см^3$ объема 3 $см^3$ разбавленной перекиси водорода, 2—3 капли ортофосфорной кислоты и разбавленную серную кислоту.

Оптическую плотность раствора определяют на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр с областью светопропускания 400—450 ммк в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит «нулевой» раствор.

По величине оптической плотности анализируемого раствора ус-

танавливают содержание диоксида титана по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отмеривают бюреткой 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9 и 10 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 и 1,0 мг диоксида титана. В каждую колбу приливают по 1—2 капли ортофосфорной кислоты, 3—5 см^3 разбавленной перекиси водорода, доливают разбавленной серной кислотой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит «нулевой» раствор.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям диоксида титана строят градуировочный график.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m — масса навески пробы, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 0,015 %.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Д.Л. Орлов, канд. техн. наук, **Л.А. Зайонц,** канд. техн. наук, **И.Н. Андрианова, Б.В. Тарасов,** канд. техн. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 мая 1977 г. № 1329**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 177—88	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 6552—80	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 7172—76	2.1
ГОСТ 7328—82	2.1
ГОСТ 22552.0—77	1.1
ГОСТ 22552.1—77	3.1
ГОСТ 24104—88	2.1

5. **Постановлением Госстандарта от 20.08.92 № 1001 снято ограничение срока действия**

6. **Переиздание (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1988 г., августе 1992 г. (ИУС 6—88, 11—92)**

gost.e-ecolog.ru