МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида титана (IV)

Издание официальное

БЗ 1—2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом по стандартизации МТК 9; Украинским научно-исследовательским институтом огнеупоров (УкрНИИО)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 15 декабря 1999 г. № 513-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.6—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.6—86

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида титана (IV)

Refractories and refractory raw materials.
Methods for determination of titanium (IV) oxide

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-известковые и устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV) с пероксидом водорода при массовой доле от 0,05 до 5 % и с диантипирилметаном — от 0,02 до 0,2 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия
ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 2642.0—86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 2642.3—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)
ГОСТ 2642.5—97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида железа (III)
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4221—76 Калий углекислый. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Калий пиросернокислый
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа и безопасности труда — по ГОСТ 2642.0.

4 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с пероксидом водорода (при массовой доле от 0,05 до 5 %)

4.1 **Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с пероксидом водорода, окрашенного в желтый цвет, измерении интенсивности его окраски в сернокислой среде в области светопропускания 400—450 нм при использовании синего светофильтра.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Издание официальное

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до температуры 900—1000 °С.

Тигли платиновые № 100-7 и № 100-10 по ГОСТ 6563.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия, безводного тетраборнокислого натрия и углекислого калия в соотношении 1:1:1.

Смесь для сплавления: натрий углекислый и натрий тетраборнокислый безводный смешивают в соотношении 2:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:20 и 1:9.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, разбавленный 1:9.

Титана (IV) оксид, ч. д. а. или ос. ч.

Стандартный раствор оксида титана (IV): навеску оксида титана (IV) массой 0,2 г, предварительно прокаленную при температуре (1000±50) °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 4 г пиросернокислого калия при температуре (850±50) °С до получения прозрачного расплава. Остывший сплав растворяют в 150 см^3 раствора серной кислоты (1:9), нагревая на электроплитке с закрытой спиралью. Охлажденный прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором серной кислоты (1:20) и перемешивают.

Стандартный раствор имеет массовую концентрацию оксида титана (IV) 0,0002 г/см^3.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску материала массой 0,2 г (при массовой доле оксида титана (IV) до 3 %) и 0,1 г (при массовой доле оксида титана (IV) свыше 3 %) помещают в платиновый тигель, смешивают с 2—3 г смеси для сплавления, сплавляют в муфельной печи при температуре (1000±50) °С в течение 15—20 мин.

Сплав охлаждают, растворяют в растворе серной кислоты (1:20), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 2—3 см^3 ортофосфорной кислоты, 3 см^3 раствора пероксида водорода (1:9), доливают до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов на колориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400—450 нм) в кювете толщиной поглощающего слоя 20 мм (допускается использовать кювету другой толщиной слоя в зависимости от типа колориметра при выполнении условий раздела 12 ГОСТ 2642.0). В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа, содержащий все применяемые реактивы в соответствующих количествах.

Массу оксида титана (IV) в граммах определяют по градуировочному графику.

Для определения массовой доли оксида титана (IV) можно использовать аликвотную часть раствора после выделения оксида кремния (IV) по ГОСТ 2642.3, разделы 4, 9, или аликвотные части раствора (1 или 2), полученные по ГОСТ 2642.5.

4.3.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют бюреткой аликвотные части стандартного раствора титана: 2,0; 4,0; 7,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см^3, что соответствует 0,0004; 0,0008; 0,0014; 0,0020; 0,0030; 0,0040; 0,0050 и 0,0060 г оксида титана (IV).

В каждую колбу прибавляют 2—3 см^3 ортофосфорной кислоты, 3 см^3 раствора пероксида водорода, доливают до метки раствором серной кислоты (1:20), перемешивают.

Далее определение проводят по 4.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

По найденным средним арифметическим значениям оптической плотности из трех серий опытов и соответствующим им массам оксида титана (IV) в граммах строят градуировочный график.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю оксида титана (IV) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

При анализе аликвотной части раствора массовую долю оксида титана (IV) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m\,V}{m_1\,V_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

где V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части исходного раствора, см^3.

4.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида титана (IV) приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида титана (IV)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	Δ	$d_к$	d_2	δ
От 0,02 до 0,05 включ.	0,013	0,017	0,014	0,009
Св. 0,05 » 0,1 »	0,024	0,03	0,025	0,016
» 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	0,04	0,02
» 0,2 » 0,5 »	0,06	0,07	0,06	0,04
» 0,5 » 1 »	0,08	0,10	0,08	0,05
» 1 » 2 »	0,11	0,14	0,12	0,07
» 2 » 5 »	0,18	0,22	0,18	0,12

5 Фотометрический метод определения оксида титана (IV) с диантипирилметаном (при массовой доле от 0,02 до 0,2 %)

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на измерении интенсивности окраски комплексного соединения титана с диантипирилметаном в кислой среде, окрашенного в желтый цвет.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до температуры 950—1000 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Диантипирилметан по нормативной документации, раствор с массовой долей 5 %, приготовленный на растворе соляной кислоты 1 моль/дм^3.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с массовыми долями 5 и 10 %.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 20 %.

Титана (IV) оксид, х. ч., по нормативной документации.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре (400±20) °С.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и тетраборнокислого натрия безводного в отношении 2:1.

Стандартный раствор оксида титана (IV) с массовой концентрацией 0,0002 г/см^3 (раствор А) готовят по 4.2.

Градуировочный стандартный раствор оксида титана (IV) с массовой концентрацией 0,00004 г/см^3: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают (раствор Б); раствор применяют в день приготовления.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску материала массой 0,2 г сплавляют с 3—5 г смеси для сплавления, сплав растворяют в 50 см^3 соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, выдерживают в течение 5 мин. Затем приливают раствор уксуснокислого натрия до переходного цвета бумаги Конго, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:1) и 5 см^3 раствора диантипирилметана, доводят водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 385 нм или при использовании синего светофильтра в кювете толщиной поглощающего слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы. Массу оксида титана (IV) находят по градуировочному графику.

Для определения массовой доли оксида титана (IV) можно использовать аликвотную часть исходного раствора (1 или 3) по ГОСТ 2642.3 или аликвотную часть раствора (1 или 2), полученные по ГОСТ 2642.5.

5.3.2 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3, что соответствует 0,00004; 0,00008; 0,00016; 0,00024; 0,00032; 0,0004 г оксида титана (IV) и далее поступают по 5.3.1.

По измеренным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида титана (IV) в граммах строят градуировочный график.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю оксида титана (IV) X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

При анализе аликвотной части раствора массовую долю оксида титана (IV) X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m\,V}{m_1\,V_1} \cdot 100, \qquad (4)$$

где V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

5.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида титана (IV), приведены в таблице 1.

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080 И29 ОКСТУ 1509

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, фотометрический метод, оксид титана (IV)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 20.05.2000. Подписано в печать 05.06.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.
Тираж 285 экз. С/Д 5534. Зак. 493.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru