ГОСТ 25542.4—93
(ИСО 900—77)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.4—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.4—83

© ИПК Издательство стандартов, 1995

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

УДК 622.349.2:546.824—31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Метод определения диоксида титана

Alumina. Method for the determination of titanium dioxide

ГОСТ 25542.4—93

(ИСО 900—77)

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения диоксида титана при массовой доле от 0,001 до 0,02% в глиноземе.

Дополнение и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 25389 Глинозем. Метод подготовки пробы к испытанию.

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа.

3. СУЩНОСТИ МЕТОДА

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании в кислой среде комплексного соединения титана с диантипирилметаном и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400 нм. Мешающее влияние трехвалентного железа и пятивалентного ванадия устраняют восстановлением их аскорбиновой кислотой в присутствии катализатора сернокислой меди.

4. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Обычная лабораторная аппаратура.

Издание официальное

Бюретка, градуированная по 0,05 см³.

Спектрофотометр или

Фотоэлектрический абсорбциометр, оборудованный специальными фильтрами, обеспечивающими максимальную проходимость при 420 нм.

Для анализа используют реактивы квалификации ч. д. а., дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1 моль/дм³.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 3%.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5% в 1 моль/дм³ растворе соляной кислоты.

Медь серно-кислая по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 5%.

Калий пиросерно-кислый по ГОСТ 7172.

Натрий пиросерно-кислый.

Калий-титан (IV) фтористый

Титана диоксид.

Стандартные растворы титана

Раствор А: 0,6015 г фтористого калия-титана, предварительно высушенного при 50°С *в течение 1 ч*, помещают в платиновый тигель, увлажняют несколькими каплями воды, добавляют *10*—15 см³ серной кислоты и осторожно упаривают почти досуха. Для полного удаления ионов фтора стенки тигля обмывают 5 см³ серной кислоты и повторяют упаривание, используя каждый раз по 5—6 см³ той же кислоты. К охлажденному остатку добавляют 3 см³ серной кислоты и нагревают до растворения. После охлаждения тигель помещают в стакан, содержащий смесь 100 см³ воды и 50 см³ раствора серной кислоты. После полного растворения осадка тигель вынимают, обмывают водой в стакан и нагревают раствор до просветления. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают

или 0,2000 г диоксида титана, прокаленного при 1100°С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 20-кратным количеством пиросерно-кислого калия при 900°С в течение 3—5 мин до получения прозрачного плава. Охлажденный тигель с плавом помещают в стакан, содержащий 100 см³ раствора серной кислоты.

После растворения плава тигель вынимают из стакана, обмывают водой, раствор нагревают до просветления.

После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, содержащую 100 см³ раствора серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0004 г диоксида титана.

Стандартный раствор А можно приготовить также следующим образом: 0,886 г дикалий титандиоксалата дигидрата ($K_2TiO(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$) помещают в колбу Кьельдаля вместимостью 100 см³. Добавляют 0,80 г сульфата аммония и 10 см³ серной кислоты. Осторожно нагревают до окончания реакции и кипятят в течение 10 мин.

Охлаждают и переносят раствор в стакан, содержащий 100 см³ воды. Добавляют по каплям приблизительно 1 моль/дм³ раствора перманганата калия, пока раствор не примет устойчивую розовую окраску. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0004 г диоксида титана.

Раствор Б: 25,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 20 см³ раствора серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г диоксида титана.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Аликвотную часть серно-кислого раствора пробы, приготовленного методом разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, отбирают объемом 50 см³ при массовой доле диоксида титана до 0,01 % или 25 см³ при массовой доле диоксида титана свыше 0,01 % и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. В колбу добавляют 10 см³ раствора серной кислоты, 3 см³ раствора аскорбиновой кислоты, три капли раствора серно-кислой меди и перемешивают, через 20 мин (*5 мин*) добавляют 10 см³ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 420 нм (*400 нм*). Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу диоксида титана в растворе находят по градуировочному графику.

Примечание. Поглощение раствора устойчиво примерно в течение 24 ч

5.2. Для построения градуировочного графика в семь (*восемь*) мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают 0; 1,0; 2,0;

3,0; 4,0; 6,0; *8,0* и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00006; *0,00008* и 0,0001 г диоксида титана. Во все колбы добавляют по 25 см³ (*15 см³*) раствора серной кислоты, воду до объема 70 см³, 3 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее поступают согласно п. 5.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора титана.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам диоксида титана строят градуировочный график.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. По градуировочному графику определяют массу диоксида титана, соответствующую поглощению анализируемого раствора и поглощению контрольного опыта.

Массовую долю титана в процентах в пересчете на диоксид титана (TiO_2) вычисляют по формуле

$$\frac{m_1 - m_2}{1000} \times \frac{250}{50} \times \frac{100}{m_0},$$

где m_0 — масса навески, используемой для приготовления анализируемого раствора, г;

m_1 — масса диоксида титана, содержащегося в аликвотной части анализируемого раствора, мг;

m_2 — масса диоксида титана, содержащегося в соответствующей аликвотной части раствора контрольного опыта, мг.

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

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

V_1 — *объем основного раствора, см³;*

V_2 — *объем аликвотной части раствора, см³;*

m — *масса навески глинозема, г.*

6.3. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля диоксида титана, %	Допускаемые расхождения, % (абс.)	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,001 до 0,005 включ.	0,001	0,002
Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,004	0,006

7. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Протокол анализа должен содержать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на применяемый метод;

особенности, отмеченные в процессе определения;

операции, не предусмотренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3118—77	4
ГОСТ 4165—78	4
ГОСТ 4204—77	4
ГОСТ 7172—76	4
ГОСТ 25389 -93	2
ГОСТ 25542.0 —93	2
ГОСТ Р 50332.1—92	2; 5.1

Редактор **М. И. Максимова**
Технический редактор **Н. С. Гришанова**
Корректор **А. С. Черноусова**

Сдано в наб 25.05.95 Подп. в печ. 25.07.95. Усл. п. л. 0,47. Усл. кр.-отт. 0,47
Уч.-изд. л. 0,37 Тир. 405 экз. С 2668

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник»
Москва, Лялин пер., 6 Зак. 580.

gost.e-ecolog.ru