УДК 622.367:546.824—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Методы определения массовой доли диоксида титана

Non-metallic ore materials.
Methods for determination of titanium dioxide mass fraction

ГОСТ
26318.5—84

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает фотометрические методы определения массовой доли диоксида титана.

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли диоксида титана определение проводят с диантипирилметаном.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения содержания диоксида титана — по ГОСТ 26318.0—84.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ДИОКСИДА ТИТАНА С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

Метод основан на образовании устойчивого в течение нескольких часов комплексного соединения титана с диантипирилметаном.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

чашки или тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

печь муфельную, обеспечивающую нагрев до 950 °С;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:3 и 1 М раствор, приготовленный разбавлением 80 см^3 до 1 дм^3;

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

кислоту аскорбиновую, раствор концентрации 15 г/дм^3 (готовится небольшими порциями в день применения);

медь сернокислую по ГОСТ 4165—78, раствор концентрации 50 г/дм^3;

диоксид титана, ос. ч.;

диантипирилметан, раствор концентрации 50 г/дм^3 готовят следующим образом: 50 г диантипирилметана растворяют в 500—600 см^3 1 М соляной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление стандартных растворов диоксида титана*

Раствор А. В платиновый тигель помещают 0,05 г диоксида титана, прибавляют 3 г борно-содовой или борно-литиевой смеси для сплавления по ГОСТ 26318.1—84, перемешивают и сплавляют при 900—950 °С 15—20 мин. Плав растворяют в 100 см^3 разбавленной 1:3 соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см^3 раствора А содержится 0,1 мг диоксида титана.

Раствор Б. В мерную колбу вместимостью 500 см^3 отбирают 50 см^3 раствора А, приливают 50 см^3 разбавленной 1:3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см^3 полученного раствора содержится 0,01 мг диоксида титана.

2.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 отбирают: 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг диоксида титана. В колбы приливают по 20 см^3 раствора холостого опыта 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84 в зависимости от используемого анализируемого раствора, по 2 капли раствора сернокислой меди, по 2 см^3 аскорбиновой кислоты и через 5 мин приливают по 7 см^3 диантипирилметана, доливают до метки водой, перемешивают и через 5 мин фотометрируют, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 20 мм, а при ожидаемой массовой доле диоксида титана менее 0,10 % кюветы толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий диоксида титана.

По данным оптических плотностей и соответствующим им концентрациям диоксида титана строят градуировочный график.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. В мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают аликвотную часть анализируемого раствора 1 или 2 и аликвотную часть раствора холостого опыта 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84 в зависимости от содержания диоксида титана по табл. 1.

В другую мерную колбу вместимостью 50 см^3 отбирают 20 см^3 раствора холостого опыта 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84.

Таблица 1

Массовая доля диоксида титана, %	Объем аликвотной части, см³			
	анализируемый раствор 1	раствор холостого опыта 1	анализируемый раствор 2	раствор холостого опыта 2
От 0,02 до 0,10	—	—	20	—
Св. 0,10 » 0,20	—	—	10	10
» 0,20 » 0,50	—	—	5	15
» 0,50 » 2,5	20	—	1—2	19—18
» 2,5 » 5,0	10	10	—	—
» 5,0 » 10,0	5	15	—	—

Затем в колбы вводят все реактивы и поступают как и при построении градуировочного графика. Раствором сравнения является раствор холостого опыта 1 или 2.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание диоксида титана, мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

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

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

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

m — масса навески, г.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля диоксида титана, %	Допускаемое расхождение, %
0,02	0,010
0,05	0,016
0,1	0,022
0,2	0,030
0,5	0,049
1,0	0,069
2,0	0,096

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ДИОКСИДА ТИТАНА С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с перекисью водорода. Применение метода допускается только при массовой доле диоксида титана в анализируемом материале не менее 0,5 %.

3.1. Аппаратура, реактивы, растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:20;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—78;

перекись водорода по ГОСТ 10929—76; раствор с массовой долей 3 %, 1:10;

стандартный раствор А диоксида титана.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует: 0; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,20 и 1,60 мг диоксида титана. В каждую колбу приливают по 1 см³ ортофосфорной кислоты, по 3 см³ 3 %-ного раствора перекиси водорода, доливают до метки раствором серной кислоты 1:20 и через 10—15 мин фотометрируют, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий диоксида титана.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³ анализируемого раствора 2 по ГОСТ 26318.1—84 при содержании диоксида титана от 0,5 до 0,8 % или 25 см³ при более высоком содержании диоксида титана. В другую мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают такую же аликвотную часть раствора холостого опыта 2.

К растворам приливают по 1 см³ ортофосфорной кислоты (при анализе железосодержащих материалов количество ортофосфорной кислоты вводят до исчезновения желтой окраски раствора) и далее вводят все реактивы и поступают как при построении градуировочного графика. Измеряют оптическую плотность полученного анализируемого раствора относительно раствора холостого опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание диоксида титана, мг.

3.4. Обработка результатов

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

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

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

V — общий объем раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для проведения анализа, см^3;

m — масса навески, г.

3.4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, приведенных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 20543.7—75

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1.1
ГОСТ 4165—78	2.1.1
ГОСТ 4204—77	3.1.1
ГОСТ 6552—80	3.1.1
ГОСТ 6563—75	2.1.1
ГОСТ 10929—76	3.1.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1
ГОСТ 26318.1—84	2.3.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.91 № 3242

6. Переиздание (май 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., ноябре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)

gost.e-ecolog.ru