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 $см^3$.

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/$дм^3$.

Кислота аскорбиновая, свежеприготовленный раствор с массовой долей 3%.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5% в 1 моль/$дм^3$ 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 $см^3$ серной кислоты и осторожно упаривают почти досуха. Для полного удаления ионов фтора стенки тигля обмывают 5 $см^3$ серной кислоты и повторяют упаривание, используя каждый раз по 5—6 $см^3$ той же кислоты. К охлажденному остатку добавляют 3 $см^3$ серной кислоты и нагревают до растворения. После охлаждения тигель помещают в стакан, содержащий смесь 100 $см^3$ воды и 50 $см^3$ 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 $см^3$, 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 $см^3$ 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 см*³) 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. 589.

gost.e-ecolog.ru