УДК 622.361.2.001.4:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

## Методы определения оксида титана (IV)

Concentrated kaolin.
Methods for determination of titanium oxide (IV)

**ГОСТ 19609.2—89**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает фотометрические методы определения оксида титана (IV).

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам определения оксида титана (IV)—по ГОСТ 19609.0.

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА (IV) С ДИАНТИПИРИЛМЕТАНОМ

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с диантипирилметаном.

### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 1100 °С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Чашки или тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:3, 1 моль/дм$^3$, 2 моль/дм$^3$.

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 10 г/дм$^3$ готовится небольшими порциями в день применения.

Издание официальное Перепечатка воспрещена



gost.e-ecolog.ru

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор концентрации 50 г/дм$^3$.

Диантипирилметан, раствор концентрации 50 г/дм$^3$; готовят следующим образом: 50 г диантипирилметана растворяют в 500—600 см$^3$ соляной кислоты концентрации 1 моль/дм$^3$, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Титана оксид (IV), квалификации «особой чистоты».

Стандартные растворы оксида титана:

раствор А: 0,1 г оксида титана (IV), предварительно высушенного при 105—110 °С, сплавляют в платиновом тигле с 6—7 г пиросернокислого калия. Плав охлаждают, растворяют в 150 см$^3$ соляной кислоты концентрации 2 моль/дм$^3$ при нагревании. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки той же кислотой и перемешивают. 1 см$^3$ раствора А содержит 0,1 мг оксида титана (IV);

раствор Б: отбирают 50 см$^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см$^3$ раствора Б содержит 0,01 мг оксида титана (IV). Для построения графика используют свежеприготовленный раствор.

### 2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см$^3$ отбирают 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см$^3$ раствора Б, что соответствует 0,00; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг оксида титана (IV).

В колбы приливают по 10 см$^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:3, по 40 см$^3$ воды, по 2 капли раствора сернокислой меди, по 4 см$^3$ раствора аскорбиновой кислоты, выдерживают 5 мин, приливают по 15 см$^3$ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой, перемешивают и через 15 мин фотометрируют раствор на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида титана (IV).

По данным оптических плотностей и соответствующим им массам оксида титана в миллиграммах строят градуировочный график.

### 2.4. Проведение анализа

От основного раствора, полученного по ГОСТ 19609.1, отбирают аликвотную часть 10 см$^3$ в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, затем в колбу вводят все реактивы и поступают, как и при построении градуировочного графика.

Раствором сравнения является раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику определяют массу оксида титана (IV) в миллиграммах.

2.5. **Обработка результатов**

2.5.1. Массовую долю оксида титана (IV) ($X_{TiO_2}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{TiO_2} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где $m_1$ — масса оксида титана (IV), найденная по градуировочному графику, мг;

$V$ — объем исходного раствора, см$^3$;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см$^3$;

$m$ — масса навески, г.

2.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида титана до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле оксида титана свыше 1,00 %.

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ТИТАНА (IV) С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения титана с перекисью водорода. Применение метода допускается при массовой доле оксида титана (IV) в каолине не менее 0,3 %.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.
Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:20.
Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.
Перекись водорода по ГОСТ 10929, разбавленная 1:10.
Стандартный раствор А оксида титана.

3.3. **Подготовка к анализу**

3.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см$^3$ отбирают 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,0 и 16,0 см$^3$ стандартного раствора А, что соответствует 0,00; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,20 и 1,60 мг оксида титана (IV). В каждую колбу приливают по 1 см$^3$ ортофосфорной кислоты, по 3 см$^3$ раствора перекиси водорода, доливают до метки раствором серной кислоты, перемешивают и через 15 мин фотометрируют, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида титана (IV).

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им массам оксида титана в миллиграммах строят градуировочный график.

3.4. **Проведение анализа**

3.4.1. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть 50 см³ анализируемого раствора по ГОСТ 19609.1. К раствору приливают 1 см³ ортофосфорной кислоты (при анализе железосодержащих материалов ортофосфорную кислоту вводят до исчезновения желтой окраски раствора) и далее вводят все реактивы и поступают, как при построении градуировочного графика.

Раствором сравнения является раствор контрольного опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят массу оксида титана (IV) в миллиграммах.

3.5. **Обработка результатов**

3.5.1. Массовую долю оксида титана (IV) ($X_{TiO_2}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{TiO_2} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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

$V$ — общий объем раствора, см³;

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

$m$ — масса навески, г.

3.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида титана до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле оксида титана свыше 1,00 %.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева** (руководитель темы), **Н. М. Метальникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 19609.2—79**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта, подпункта |
|---|---|
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 |
| ГОСТ 4165—78 | 2.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.2 |
| ГОСТ 6552—80 | 3.2 |
| ГОСТ 6563—75 | 2.2 |
| ГОСТ 7172—76 | 2.2 |
| ГОСТ 10929—76 | 3.2 |
| ГОСТ 12083—78 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 19609.0—89 | 1 |
| ГОСТ 19609.1—89 | 2.4, 3.4.1 |
| ГОСТ 24104—80 | 2.2 |

gost.e-ecolog.ru