МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ ЦИРКОНИЙСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения двуокиси титана

ГОСТ 13997.6—84

Zirconium containing refractory materials and products.
Methods for determination of titanium dioxide

МКС 81.080
ОКСТУ 1509

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает методы определения двуокиси титана в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих: фотометрические методы — с диантипирилметаном (при массовой доле двуокиси титана от 0,05 до 0,20 %), с перекисью водорода (при массовой доле двуокиси титана от 0,20 до 2,0 %); фотометрические методы — с диантипирилметаном (при массовой доле двуокиси титана от 0,02 до 0,20 %), в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих с массовой долей двуокиси циркония до 99 % и с перекисью водорода (при массовой доле двуокиси титана от 0,20 до 3 %), в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих с массовой долей двуокиси циркония до 65 % (кроме бадделеитовых).

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4429—83 в части определения двуокиси титана в материалах и изделиях огнеупорных с массовой долей двуокиси циркония до 65 % (кроме бадделеитовых).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13997.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

2.1. Сущность метода

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

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Печь муфельная с нагревом 900—1000 °С.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563, № 100—7, 100—10.

Диантипирилметан, раствор с массовой долей 5 %, приготовленный на растворе соляной кислоты молярной концентрации эквивалента соляной кислоты 2 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации эквивалента соляной кислоты 2 моль/дм^3 и разбавленная 1:1.

Индикаторная бумага конго.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы с массовой долей 5 и 10 %.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 20 %.

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, трехводный; раствор молярной концентрации эквивалента натрия уксуснокислого 3 моль/дм^3.

Титана двуокись, ос.ч.

Стандартный раствор титана сернокислого: навеску двуокиси титана массой 0,2 г, предварительно прокаленную при 1000 °С, сплавляют в кварцевом или в платиновом тигле с 6 г пиросернокислого калия при температуре 800 °С до получения прозрачного расплава. Остывший расплав растворяют в 150 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 10 % при нагревании на электроплитке с закрытой спиралью. Охлажденный прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором серной кислоты с массовой долей 5 %, перемешивают.

Стандартный раствор титана с массовой концентрацией двуокиси титана 0,0002 г/см^3 (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор: 25 см^3 стандартного раствора А разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см^3; применяют раствор в день приготовления.

Градуировочный стандартный раствор титана с массовой концентрацией двуокиси титана 0,00001 г/см^3 (раствор Б).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Аликвотную часть раствора 1 по ГОСТ 13997.3, разд. 2 после гравиметрического определения двуокиси кремния, равную 25 или 50 см^3, или раствора 1 по ГОСТ 13997.4 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 солянокислого гидроксиламина, выдерживают в течение 5 мин для восстановления железа из трехвалентного в двухвалентное состояние. Затем проводят нейтрализацию раствором уксуснокислого натрия 3 моль/дм^3 до переходного цвета бумаги конго, прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и 5 см^3 раствора диантипирилметана, перемешивают, доводят водой до метки и снова перемешивают. Через 40—50 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя в качестве раствора сравнения 25 или 50 см^3 анализируемого раствора, подготовленного так же, но без добавки раствора диантипирилметана.

Оптическую плотность измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 380—400 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Массу двуокиси титана в граммах определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют бюреткой аликвотные части градуировочного раствора Б двуокиси титана: 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 см^3, что соответствует 0,000025; 0,000050; 0,000075; 0,000100; 0,000125; 0,000150 г двуокиси титана. В каждую мерную колбу добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 5 см^3 раствора диантипирилметана с массовой долей 20 %, перемешивают, доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 30—40 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 380—400 нм) в кювете с толщиной слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые по ходу анализа реактивы.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

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

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

где m — масса двуокиси титана, найденная по градуировочному графику, г;

V — объем исходного раствора, см^3;

V_1 — аликвотная часть раствора, см^3;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовой доля двуокиси титана приведены в табл. 1.

Таблица 1*

Массовая доля двуокиси титана, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		$d_к$	d_2	δ
От 0,05 до 0,1 включ.	0,02	0,03	0,03	0,02
Св. 0,1 » 0,2 »	0,04	0,04	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 » 3 »	0,18	0,22	0,18	0,12

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с перекисью водорода, окрашенного в желтый цвет, измерении интенсивности его окраски в сернокислой среде.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый безводный: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199 нагревают в платиновой чашке на электрической плитке при температуре 360—380 °С до удаления кристаллизационной воды.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

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

Перекись водорода по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Титана двуокись, ч.д.а. или ос.ч.

Стандартный раствор сернокислого титана с массовой концентрацией двуокиси титана 0,0002 г/см^3 готовят по п. 2.2.

Остальные применяемые реактивы, растворы и аппаратура по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску материала массой 0,2 г (при массовой доле двуокиси циркония до 65 %) помещают в платиновый тигель № 100—7, смешивают с 2—3 г смеси для сплавления, сплавляют в муфельной печи при 900—1000 °С в течение 15—20 мин.

Навеску материала массой 0,2 г (при массовой доле двуокиси циркония свыше 70 %) помещают в платиновый тигель № 100—9 или 100—10, смешивают с 3—4 г пиросернокислого калия, осторожно сплавляют в муфельной печи при 800—850 °С в течение 20—25 мин до получения прозрачного расплава. Для ускорения процесса сплавления расплав перемешивают 2—3 раза вращением тигля при помощи щипцов.

Сплав растворяют в растворе серной кислоты с массовой долей 5 %, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 3 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 3 %, доливают до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400—450 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют параллельно приготовленный раствор пробы анализируемого материала по ходу анализа, содержащий все реактивы, кроме раствора перекиси водорода.

Массу двуокиси титана в граммах определяют по градуировочному графику.

Для определения массовой доли двуокиси титана можно использовать аликвотную часть раствора 1 по ГОСТ 13997.3 после гравиметрического определения двуокиси кремния.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеривают бюреткой аликвотные части стандартного раствора А двуокиси титана: 0,5; 1,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 см^3, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0008; 0,0016; 0,0024; 0,0032; 0,0040 г двуокиси титана.

* Табл. 2 **(Исключена, Изм. № 1).**

В каждую мерную колбу приливают по 3 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 3 %, доливают до метки тем же раствором серной кислоты и перемешивают.

Далее определение проводят по п. 3.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор серной кислоты с массовой долей 5 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю двуокиси титана (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса двуокиси титана, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения при массовой доле двуокиси титана приведены в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

(в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых)

4.1. Метод определения двуокиси титана — по ГОСТ 2642.6, разд. 4.

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА С ПЕРЕКИСЬЮ ВОДОРОДА

(в материалах и изделиях огнеупорных цирконийсодержащих с массовой долей двуокиси циркония до 65 %, кроме бадделеитовых)

5.1. Сущность метода

Метод основан на сплавлении пробы со смесью тетраборнокислого натрия и углекислого натрия и измерении оптической плотности комплекса титана с перекисью водорода в сернокислой среде при длине волны 410 нм или при использовании синего светофильтра.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр типа СФ-46 или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Фотоэлектроколориметр типа КФК-2 или другие, обеспечивающие требуемую точность измерения.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:10, 1:20.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоживают по п. 3.2.

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

Титана двуокись чистотой не менее 99,99.

Стандартный раствор титана: 0,2000 г двуокиси титана, предварительно прокаленной при 1000 °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 4 г смеси для сплавления. Сплав охлаждают и растворяют в 150 см^3 серной кислоты (1:1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки раствором серной кислоты (1:20) и перемешивают.

Стандартный раствор титана с массовой концентрацией двуокиси титана 0,0002 г/см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску материала, содержащего двуокись циркония до 65 %, массой 0,5 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 5—6 г смеси для сплавления и сплавляют при (1100±20) °С до получения прозрачного расплава.

Сплав охлаждают, растворяют в 50 см^3 раствора серной кислоты (1:10), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 3 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 3 %, доводят до метки раствором серной кислоты (1:20) и перемешивают.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волны 410 нм или при применении синего светофильтра с областью светопропускания 400—450 нм, используют кювету с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта: параллельно подготовленная навеска анализируемого материала со всеми применяемыми по ходу анализа реактивами в соответствующих количествах, кроме раствора перекиси водорода.

Для определения массовой доли двуокиси титана используют также аликвотную часть раствора 1 по ГОСТ 13997.3, после выделения двуокиси кремния.

Массу двуокиси титана в граммах определяют по градуировочному графику.

5.3.2. Для построения градуировочного графика в девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ отмеривают бюреткой 1,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 $см^3$ стандартного раствора титана. В каждую колбу прибавляют по 3 $см^3$ раствора перекиси водорода с массовой долей 3 %, доводят до метки раствором серной кислоты (1:20) и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 410 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400—450 нм) в кювете с толщиной слоя 20 мм.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам двуокиси титана в граммах строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю двуокиси титана (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 3

Таблица 3

Массовая доля двуокиси титана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 1,0 включ.	0,05
Св. 1,0 » 3,0 »	0,10

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л.А. Коробка, Г.И. Дмитренко, Л.А. Павлова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.09.84 № 3243**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13997.4—78**

4. **Стандарт соответствует СТ СЭВ 4429—83**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.2, 5.2	ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 2642.6—97	4.1	ГОСТ 7172—76	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 10929—76	3.2, 5.2
ГОСТ 4199—76	3.2, 5.2	ГОСТ 13997.0—84	1.1
ГОСТ 4204—77	2.2, 5.2	ГОСТ 13997.3—84	2.3.1, 3.3.1, 5.3.1
ГОСТ 4221—76	3.2	ГОСТ 13997.4—84	2.3.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в ноябре 1989 г. (ИУС 2—90)**

gost.e-ecolog.ru