

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ**Методы определения двуокиси титана**

Refractory materials and products.
Methods for the determination of
titanium dioxide

ГОСТ**2642.6—86****(СТ СЭВ 974—78,
СТ СЭВ 2890—81)****Взамен****ГОСТ 2642.6—81**

ОКСТУ 1509

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1311 срок действия установлен

с 01.07.87**до 01.07.92****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы, массы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, магнезиальные и магнезиально-известковые и устанавливает методы определения двуокиси титана: фотометрический метод с диантипирилметаном при массовой доле двуокиси титана от 0,02 до 0,20% и фотометрические методы с перекисью водорода при массовой доле двуокиси титана от 0,1 до 5%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 974—78 и СТ СЭВ 2890—81.

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА**[при массовой доле двуокиси титана от 0,20 до 5%]****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексного соединения титана с перекисью водорода, окрашенного в желтый цвет, измере-

нии интенсивности его окраски в сернокислой среде в области светопропускания 400—450 нм при использовании синего светофильтра.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 900—1000 °С.

Тигли платиновые № 100—7 и 100—10 по ГОСТ 6563—75.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400 ± 20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

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

Смесь для сплавления: натрий углекислый и натрий тетраборнокислый безводный смешивают в соотношении 2:1.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:20 и 1:9.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, разбавленная 1:9.

Титана (IV) окись, ч. д. а. или ос. ч.

Стандартный раствор двуокиси титана: навеску двуокиси титана массой 0,2 г, предварительно прокаленную при (1000 ± 50) °С до постоянной массы, сплавляют в кварцевом или платиновом тигле с 4 г пироксернокислого калия при температуре (850 ± 50) °С до получения прозрачного расплава. Остывший сплав растворяют в 150 см³ раствора серной кислоты (1:9) при нагревании на электроплитке с закрытой спиралью. Охлажденный прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором серной кислоты (1:20), перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси титана 0,0002 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску материала массой 0,2 г (при массовой доле двуокиси титана до 3%) и 0,1 г (при массовой доле двуокиси титана свыше 3%) помещают в платиновый тигель, смешивают с 2—3 г смеси для сплавления, сплавляют в муфельной печи при (1000 ± 50) °С в течение 15—20 мин.

Сплав охлаждают, растворяют в растворе серной кислоты (1:20), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2—3 капли ортофосфорной кислоты, 3 см³ раствора перекиси водорода (1:9), доливают до метки тем же раствором серной кислоты, 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 раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа содержащий все применяемые реактивы в соответствующих количествах.

Массу двуокиси титана в граммах определяют по градуировочному графику.

Для определения массовой доли двуокиси титана можно использовать аликвотную часть исходного раствора (1 и 3) после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86 или аликвотные части раствора (1 и 2), полученные по ГОСТ 2642.5—86.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеряют бюреткой аликвотные части стандартного раствора титана: 2,0; 4,0; 7,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³, что соответствует 0,0004; 0,0008; 0,0014; 0,0020; 0,0030; 0,0040; 0,0050 и 0,0060 г двуокиси титана.

В каждую колбу прибавляют по 2—3 капли ортофосфорной кислоты, по 3 см³ раствора перекиси водорода, доливают до метки раствором серной кислоты (1:20), перемешивают.

Далее определение проводят по п. 2.3.1. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

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

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, г.

При анализе аликвотной части раствора массовую долю двуокиси титана (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_1},$$

где V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — аликвотная часть исходного раствора, взятая для определения двуокиси титана, см³.

2.4.2 Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля двуокиси титана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 0,5 включ.	0,05
Св. 0,5 » 1,0 »	0,07
» 1,0 » 2,5 »	0,10
» 2,5 » 5,0 »	0,20

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ И МАГНЕЗИАЛЬНО-ИЗВЕСТКОВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле двуокиси титана от 0,02 до 0,20%)

3.1. Сущность метода

В кислом растворе титан образует с диантипирилметаном окрашенный в желтый цвет комплексный катион $(\text{TiR}_3)^{4+}$, оптическую плотность которого измеряют при длине волны 385 нм или при использовании синего светофильтра.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и раствор молярной концентрации эквивалента 1 моль/дм³.

Кислота аскорбиновая, раствор 50 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор 50 г/дм³ в растворе соляной кислоты 1 моль/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при $(400 \pm 20)^\circ\text{C}$.

Смесь для сплавления, состоящая из углекислого натрия и тетраборнокислого натрия безводного в соотношении 2:1.

Титана (IV) окись, ч.д.а. или ос.ч.

Стандартный раствор двуокиси титана: 0,100 г двуокиси титана, прокаленной при $(1000 \pm 50)^\circ\text{C}$ до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 3—4 г смеси для сплавления. Сплав охлаждают и растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси титана 0,0001 г/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор двуокиси титана: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора двуокиси титана А в мерную колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1), доводят водой до метки и перемешивают.

вают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси титана $0,00001 \text{ г/см}^3$ (раствор Б).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску материала массой 0,5 или 1 г сплавляют с 3—5 г смеси для сплавления. Сплав растворяют в 50 см^3 соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

Из полученного раствора отбирают пипеткой аликвотную часть $10\text{—}20 \text{ см}^3$ раствора, содержащего $0,00001\text{—}0,00007 \text{ г}$ двуокиси титана, в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , добавляют 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, через 5 мин добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и 5 см^3 раствора диантипирилметана. Через 30 мин раствор в колбе доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора при длине волны 385 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы. Массу двуокиси титана в граммах находят по градуировочному графику.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в 10 из 11 мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают 0,3; 0,5; 0,8; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и $7,0 \text{ см}^3$ градуировочного стандартного раствора двуокиси титана Б. В каждую колбу приливают по 5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты для восстановления трехвалентного железа, затем по 10 см^3 соляной кислоты (1:1) и 5 см^3 раствора диантипирилметана. Через 30 мин растворы в колбах доводят водой до метки, перемешивают и измеряют величины оптической плотности. По измеренным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам двуокиси титана в граммах строят градуировочный график.

Для построения градуировочного графика допускается использовать стандартные образцы.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1} \cdot 100,$$

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

V — общий объем исходного раствора, см^3 ;

m_1 — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3 .

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Массовая доля двуокиси титана, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05 включ.	0,004
Св. 0,05 » 0,20 »	0,008

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ И КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле двуокиси титана от 0,1 до 3%)

4.1. Метод распространяется на огнеупорные глины, каолины, шамотные, графито-шамотные и полукислые изделия, а также алюмосиликатные и глиноземистые материалы и изделия с массовой долей окиси алюминия до 95% и кремнеземистые с массовой долей двуокиси кремния 80% и более.

4.2. Сущность метода

Фотометрический метод определения двуокиси титана 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.

4.3. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с нагревом 1000—1100 °С.

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают, предварительно нагревая в платиновой чашке на электрической плитке, а потом в электрической печи при постепенном повышении температуры до (850 ± 50) °С. Полученный плавленый тетраборнокислый натрий охлаждают. Растирают в порошок и сохраняют в банке для сыпучего материала или в эксикаторе.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:10, 1:20.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, разбавленная 1:9.

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

Титана (IV) окись ч.д.а. или ос.ч.

Стандартный раствор двуокиси титана: 0,2000 г двуокиси титана, предварительно прокаленной при (1000 ± 50) °С до постоянной массы, сплавляют в платиновом тигле с 4 г смеси для сплавления. Сплав охлаждают и растворяют в 150 см³ серной кислоты

(1:1). Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки раствором серной кислоты 1:20 и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией двуокиси титана 0,0002 г/см³.

4.4. Проведение анализа

4.4.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в платиновый тигель, смешивают с 3 г смеси для сплавления и сплавляют при $(1100 \pm 50)^\circ\text{C}$ до получения прозрачного расплава.

Сплав охлаждают, разлагают 50 см³ раствора серной кислоты (1:10), переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2—3 капли ортофосфорной кислоты, 3 см³ раствора перекиси водорода (1:9), 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 в кювете с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы в соответствующих количествах.

Для определения массовой доли двуокиси титана можно использовать также раствор, полученный после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86.

4.4.2. Для построения градуировочного графика в девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют бюреткой 1,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³ стандартного раствора двуокиси титана. В каждую колбу прибавляют по 2—3 капли ортофосфорной кислоты и по 3 см³ раствора перекиси водорода (1:9), доводят до метки раствором серной кислоты (1:20) и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 410 нм или при применении синего светофильтра в кювете с толщиной слоя 20 мм.

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

Для построения градуировочного графика допускается использовать стандартные образцы.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. 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.

4.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

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

**5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА В
АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ И КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ ОГНЕУПОРНЫХ
МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ**

[при массовой доле двуокиси титана от 0,02 до 0,20%]

5.1. Определение двуокиси титана с использованием в качестве комплексообразователя диантипирилметана в огнеупорных глинах, каолинах, шамотных, графито-шамотных и полукислых изделиях, а также алюмосиликатных и глиноземистых огнеупорных материалах и изделиях с массовой долей окиси алюминия до 95% и кремнеземистых с массовой долей двуокиси кремния 80% и более проводят по разд. 3 с применением навесок массой 0,5 г.

Изменение № 1 ГОСТ 2642.6—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения двуокиси титана

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 118

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения двуокиси титана

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of titanium oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: (СТ СЭВ 974—78, СТ СЭВ 2890—81).

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слово и значение: «магнезиальные» на «высокомагнезиальные»; 0,20 на 0,2;

второй абзац исключить.

Раздел 2. Наименование. Заменить значение: 0,20 на 0,2.

Пункт 2.3.1. Пятый абзац исключить.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси титана приведены в таблице.

(Продолжение см. с. 128)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.6—86)

Массовая доля двуокиси титана, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_k	d_2	δ
От 0,02 до 0,05 включ.	0,013	0,017	0,014	0,009
Св. 0,05 » 0,1 »	0,024	0,030	0,025	0,016
» 0,1 » 0,2 »	0,04	0,05	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 » 5 »	0,18	0,22	0,18	0,12

Раздел 3. Наименование. Заменить слово «магнезиальных» на «высоко-магнезиальных».

Пункты 3.4.2, 4.5.2 изложить в новой редакции: «3.4.2 (4.5.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли двуокиси титана приведены в таблице».

(ИУС № 5 1992 г.)