

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ
БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕГОСТ
20300.4—90

Метод определения диоксида титана

Baddeleyite-corundum refractories.
Method for determination of titanium dioxideМКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения диоксида титана (при массовой доле диоксида титана до 1 %). Метод основан на фотоколориметрии перекисного соединения титана в сернистой среде в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 по НТД.

Водорода перекись (пергидроль по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %).

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота), ос. ч.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Диоксид титана, ос. ч.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Стандартный раствор сернистого титана А; готовят следующим образом: 1 г диоксида титана помещают в платиновый тигель, сплавляют с 6 г пироксернистого калия. Остывший сплав растворяют в горячей серной кислоте, раствор остужают и доводят объем раствора до 1 дм³ серной кислотой.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Отбирают пипеткой 50 см³ раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.3, разд. 2, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2—3 капли ортофосфорной кислоты для связывания железа в бесцветный фосфатный комплекс, 5 см³ раствора перекиси водорода, доводят до метки раствором серной кислоты и тщательно перемешивают.

В другой мерной колбе вместимостью 100 см³ готовят контрольный раствор. Для этого наливают в колбу 2—3 капли ортофосфорной кислоты, 5 см³ раствора перекиси водорода и, доведя до метки раствором серной кислоты, тщательно перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (длина волны 485 нм) в кювете с толщиной слоя 30 мм.

Содержание диоксида титана рассчитывают по градуировочному графику.

Градуировочный график строят в интервале концентраций 0,1—1,0 мг диоксида титана в 100 см³.

3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют бюреткой стандартный раствор сернистого титана с содержанием 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мг диоксида титана. Одновременно готовят раствор сравнения, не содержащий диоксида титана. В каждую колбу добавляют 2—3 капли ортофосфорной кислоты, 5 см³ раствора перекиси водорода, доливают до метки раствором серной кислоты и тщательно перемешивают. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса диоксида титана в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, см³;

m — масса пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части, см³.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 %. Оценка границ случайной составляющей погрешности результата анализа составляет $\pm 0,05$ %.

4.3. Допускается определять содержание диоксида титана фотометрическим методом с диантипирилметаном по ГОСТ 13997.6.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов****РАЗРАБОТЧИКИ**

Е.В. Соболев, канд. техн. наук; В.Е. Голубев, канд. техн. наук; Р.П. Борисова; Е.А. Диденко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434**3. ВЗАМЕН ГОСТ 20300.4—74****4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 13997.6—84	4.3
ГОСТ 6552—80	2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 7172—76	2	ГОСТ 20300.3—90	3.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ**