

ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

Метод определения оксида титана

Talc and talcomagnesite.
Method for determination
of titanium oxide**ГОСТ**
19728.6—88

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.89
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает фотометрический метод определения оксида титана.

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения с диантипирилметаном.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 19730—74.

1.2. Общие требования к методу определения оксида титана — по ГОСТ 19728.0—74.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь сопротивления камерная по ГОСТ 13474—79, обеспечивающая нагрев до 1100°C.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104—80.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083—78.

Чашки или тигли платиновые по ГОСТ 6563—75.

Мешалка магнитная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:3 и раствор 1 моль/дм³, приготовленный разбавлением 80 см³ до 1 дм³.

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 15 г/дм³ (готовится небольшими порциями в день применения).

Медь серноокислая по ГОСТ 4165—78, раствор концентрации 50 г/дм³.

Диантипирилметан, раствор концентрации 50 г/дм³; готовят следующим образом: 50 г диантипирилметана растворяют в 500—600 см³ 1 моль/дм³ соляной кислоты, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Титана оксид (IV), о. с. ч.

Стандартный раствор оксида титана (IV), приготовленный следующим образом: 0,05 г оксида титана (IV) помещают в платиновую чашку (тигель), прибавляют 3 г борно-содовой смеси для сплавления по ГОСТ 19728.4—88, перемешивают и сплавляют при 900—950°C 15—20 мин. Плав растворяют в 100 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см³ раствора А содержится 0,1 мг оксида титана (IV).

Раствор Б: в мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают 50 см³ раствора А, приливают 50 см³ разбавленной 1:3 соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. В 1 см³ полученного раствора содержится 0,01 мг оксида титана (IV).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От раствора после отделения оксида кремния по ГОСТ 19728.3—74 или от раствора по ГОСТ 19728.4—88 в мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть в зависимости от содержания оксида титана (IV) по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида титана (IV), %	Объем аликвотной части, см ³	
	Анализируемый раствор	Раствор контрольного опыта
От 0,02 до 0,10 включ.	20	—
Св. 0,10 » 0,20 »	10	10
» 0,20 » 0,50 »	5	15
» 0,50 » 2,5 »	2	18

В колбы вводят по две капли раствора серноокислой меди, по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и через 5 мин приливают по 7 см³ раствора диантипирилметана, доливают до метки водой, перемешивают и через 5 мин фотометрируют, применяя синий светофильтр (400—450 нм) и кюветы толщиной слоя 20 мм, а при ожидаемой массовой доле оксида титана менее 0,10 % кюветы толщи-

ной слоя 50 мм. Раствором сравнения является раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу оксида титана в миллиграммах.

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 50 см³ отбирают 1; 2; 3; 4; 6; 8 и 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 мг оксида титана (IV). В колбы приливают по 20 см³ раствора контрольного опыта по ГОСТ 19728.4—88, по две капли раствора сернокислой меди, по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать указанного в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида титана, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,50 включ.	0,02
Св. 0,50 » 1,00 »	0,05
» 1,0 »	0,1

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),
С. Н. Шевцова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.02.88 № 319

3. ВЗАМЕН ГОСТ 19728.6—74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4165—78	2.1
ГОСТ 6563—75	2.1
ГОСТ 12083—78	2.1
ГОСТ 13474—79	2.1
ГОСТ 19728.0—74	1.2
ГОСТ 19728.3—74	3.1
ГОСТ 19728.4—88	3.1, 3.2
ГОСТ 24104—80	2.1
ГОСТ 19730—74	1.1