

ICS 71.060.20
G 13
备案号:34588—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4202—2011

非颜料用二氧化钛

Non-pigment titanium dioxide

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：宁波新福钛白粉有限公司、河南佰利联化学股份有限公司、上海江沪钛白化工制品有限公司、上海澎博钛白粉有限公司、河北惠尔信新材料有限公司、淮安市飞洋钛白粉制造有限责任公司、中海油天津化工研究设计院、深圳市格林美高新技术股份有限公司。

本标准主要起草人：陆祥芳、陈建立、谢益元、王昭元、张丰录、杨文赞、丁灵、杨雪娟。

非颜料用二氧化钛

1 范围

本标准规定了非颜料用二氧化钛的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于电子元器件、搪瓷工业、化纤工业、电焊条工业、陶瓷釉料工业等行业使用的非颜料用二氧化钛。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9086—2007 用于色度和光度测量的标准白板

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 23842—2009 无机化工产品中硅含量测定通用方法 还原硅钼酸分光光度法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:TiO₂

相对分子质量:79.87(按2007年国际相对原子质量)

4 分类和命名

非颜料用二氧化钛按用途不同分为电子元器件用二氧化钛、搪瓷工业用二氧化钛、化纤工业用二氧化钛、电焊条工业用二氧化钛、陶瓷釉料工业用二氧化钛五类。

5 要求

5.1 外观:白色或淡黄色粉末。

5.2 非颜料用二氧化钛按本标准规定的分析方法检测,各类别应符合表1~表5中相应的技术要求。

HG/T 4202—2011

表 1 电子元器件用二氧化钛技术要求

项 目	指 标
二氧化钛(TiO ₂) <i>w</i> /%	≥ 99.0
三氧化二铁(Fe ₂ O ₃) <i>w</i> /%	≤ 0.03
二氧化硅(SiO ₂) <i>w</i> /%	≤ 0.20
硫(S) <i>w</i> /%	≤ 0.06
磷(P) <i>w</i> /%	≤ 0.050
钙镁(以 CaO+MgO 计) <i>w</i> /%	≤ 0.20
钾钠(以 K ₂ O+Na ₂ O 计) <i>w</i> /%	≤ 0.20
筛余物(45 μm) <i>w</i> /%	≤ 0.3
比表面积/(m ² /g)	根据用户需要协商
灼烧减量 <i>w</i> /%	≤ 0.50
金红石晶型含量 <i>w</i> /%	≥ 根据用户需要协商

表 2 搪瓷工业用二氧化钛技术要求

项 目	指 标
二氧化钛(TiO ₂) <i>w</i> /%	≥ 98.5
三氧化二铁(Fe ₂ O ₃) <i>w</i> /%	≤ 0.05
硫(S) <i>w</i> /%	≤ 0.05
筛余物(45 μm) <i>w</i> /%	≤ 0.5
白度	根据用户需要协商

表 3 化纤工业用二氧化钛技术要求

项 目	指 标
二氧化钛(TiO ₂) <i>w</i> /%	≥ 98.5
三氧化二铁(Fe ₂ O ₃) <i>w</i> /%	≤ 0.005
pH 值(10 g/100 mL)	6.5~7.5
电阻率/Ω·cm	≥ 5 500
水分 <i>w</i> /%	≤ 0.35
水分散性 <i>w</i> /%	≥ 97.0
筛余物(45 μm) <i>w</i> /%	≤ 0.02
灼烧减量 <i>w</i> /%	≤ 0.35
色相	根据用户需要协商

表 4 电焊条工业用二氧化钛技术要求

项 目	指 标
二氧化钛(TiO ₂) <i>w</i> /%	≥ 98.5
硫(S) <i>w</i> /%	≤ 0.03
磷(P) <i>w</i> /%	≤ 0.035
筛余物(45 μm) <i>w</i> /%	≤ 0.3
白度	根据用户需要协商

表 5 陶瓷釉料工业用二氧化钛技术要求

项 目	指 标
二氧化钛(TiO ₂) <i>w</i> /%	≥ 98.5
硫(S) <i>w</i> /%	≤ 0.03
筛余物(45 μm) <i>w</i> /%	≤ 0.3
白度	根据用户需要协商

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,在白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 二氧化钛含量的测定——铝还原法

6.4.1 方法提要

同 GB/T 1706—2006 中的 7.1.1。

6.4.2 试剂和材料

同 GB/T 1706—2006 中的 7.1.2。

6.4.3 仪器、设备

同 GB/T 1706—2006 中的 7.1.3。

6.4.4 分析步骤

称取约 0.2 g 已于 105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,以下同 GB/T 1706—2006 中的 7.1.4.3。

6.4.5 结果计算

同 GB/T 1706—2006 中的 7.1.5。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.4 %。

6.5 三氧化二铁含量的测定

6.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 硫酸铵。

6.5.2.2 浓硫酸。

6.5.2.3 其余同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.5.3 仪器

分光光度计:带有光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

HG/T 4202—2011

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

使用 4 cm 或 5 cm 的比色皿,取相应体积的铁标准溶液,按 GB/T 3049—2006 第 6.3 条规定绘制工作曲线。

6.5.4.2 测定

称取 0.3 g 试样,准确至 0.000 2 g,置于 100 mL 干燥的烧杯中,加 3 g 硫酸铵和 5 mL 浓硫酸,混匀,置于电炉上慢慢加热,至试样全部溶解至澄清,冷却至室温。以下按 GB/T 3049—2006 第 6.4 条从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。从工作曲线上查出相应的铁含量。

同时、同样作空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.5.5 结果计算

三氧化二铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.430 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

1.430——将铁换算为三氧化二铁的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

6.6 二氧化硅含量的测定

6.6.1 方法提要

同 GB/T 23842—2009 第 3 章。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 无水碳酸钠。

6.6.2.2 其余同 GB/T 23842—2009 第 6 章。

6.6.3 仪器

6.6.3.1 分光光度计:带有光程为 5 cm 的比色皿。

6.6.3.2 其余同 GB/T 23842—2009 第 7 章。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 工作曲线的绘制

使用 5 cm 的比色皿,取相应体积的硅标准溶液,按 GB/T 23842—2009 第 8.3 条规定绘制工作曲线。

6.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于盛有 2 g 无水碳酸钠的铂坩埚中,然后再覆盖 1 g 无水碳酸钠,用铂刮勺充分搅匀,置于高温炉中在 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下加热 30 min 至二氧化钛全部熔融,冷却后加少量水溶解,将坩埚内溶液全部移入 250 mL 无硅材料制成的烧杯中,加 40 mL 水,置于沸水浴中加热 10 min,冷却后过滤置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将定容后的试验溶液移入无硅材料制成的瓶中。此溶液为试验溶液 A,用于二氧化硅含量和磷含量的测定。

6.6.4.3 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.6.4.4 测定

分别移取 1.00 mL 试验溶液 A 和 1.00 mL 空白试验溶液,置于两个 100 mL 用无硅材料制成的烧杯中,用水稀释至约 25 mL,以下按 GB/T 23842—2009 第 8.4.2 条和第 8.4.3 条进行测定。

6.6.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO₂)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m/200} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为微克(μg);
- m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为微克(μg);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

6.7 硫含量的测定

6.7.1 方法提要

试样中硫化物在 1 250 ℃ 的空气流中燃烧,生成二氧化硫气体后,被水吸收生成亚硫酸,以碘标准溶液滴定,计算出硫的含量。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2) \approx 0.001 \text{ mol/L}$ 。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.1 制备的碘标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,保存于棕色具塞瓶中。此溶液现用现标定。

6.7.2.2 可溶性淀粉溶液:5 g/L。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 定硫装置:如图 1 所示。

6.7.3.2 瓷舟:88 mm。

6.7.4 分析步骤

将仪器按图 1 所示进行安装。

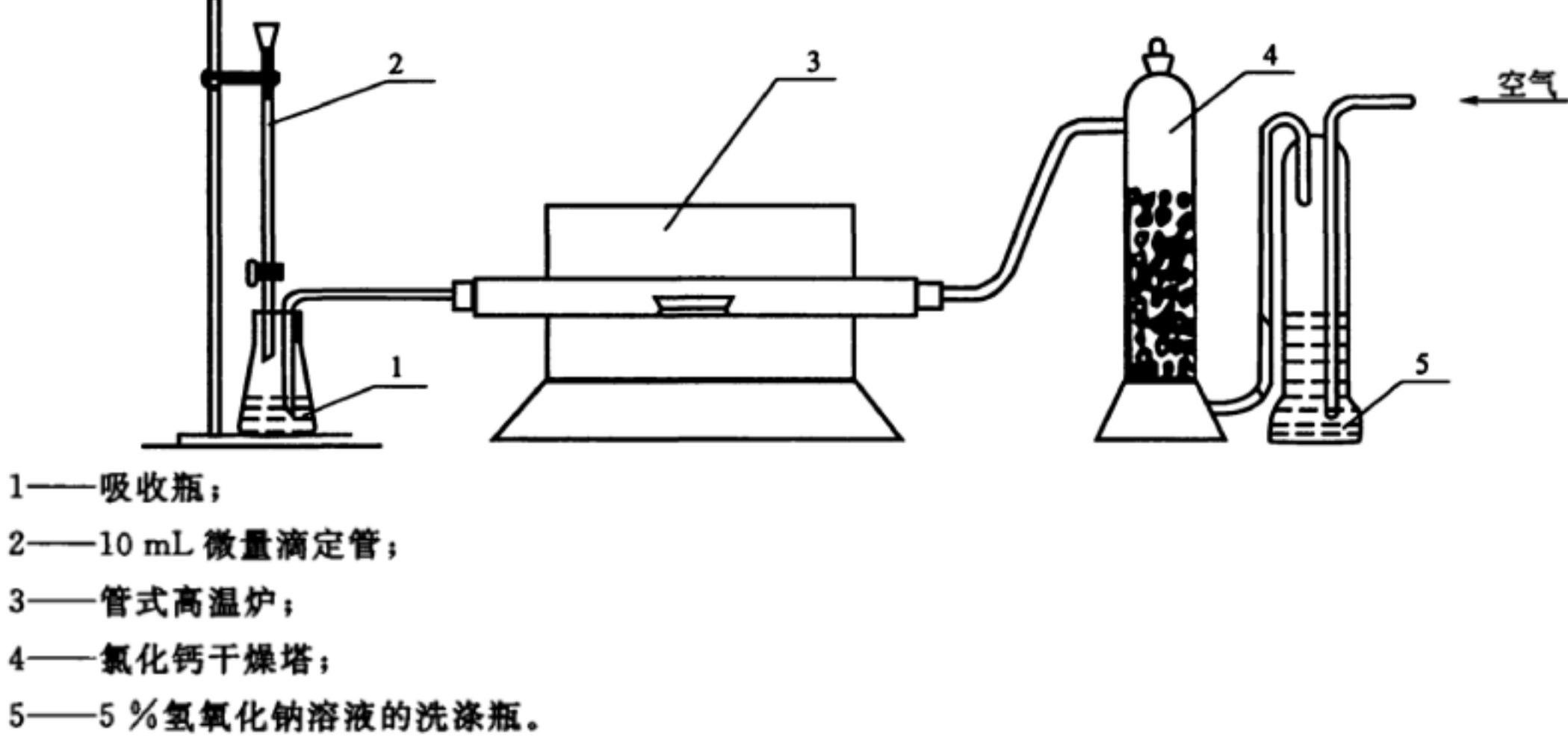


图 1 定硫装置

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,均匀放入瓷舟中,并将瓷舟放入管式炉的高温部位。加入 40 mL 水和 3 mL 可溶性淀粉溶液至吸收瓶中,摇匀。检查整个管路是否漏气。

将高温管式炉逐渐升温至 1 220 ℃~1 250 ℃,用碘标准滴定溶液调节吸收液至蓝色。通入干燥空气使试样充分燃烧,生成的二氧化硫气体在吸收瓶中被吸收,以碘标准溶液滴定吸收液至最初的蓝色,放置 30 s 仍不变色即为终点。

6.7.5 结果计算

硫含量以硫(S)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

HG/T 4202—2011

$$w_3 = \frac{V \times c \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

V ——消耗碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——碘标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——硫(1/2S)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.03$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.003 %。

6.8 磷含量的测定

6.8.1 方法提要

以无水碳酸钠熔融试样,试样中的磷在硫酸介质中与钼酸铵生成磷钼酸盐,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,在最大吸收波长下,测其溶液的吸光度。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 无水碳酸钠。

6.8.2.2 硫酸溶液:1+1。

6.8.2.3 硫酸溶液:1+11。

6.8.2.4 硫酸溶液:1+23。

6.8.2.5 钼酸铵溶液:100 g/L。

6.8.2.6 抗坏血酸溶液:10 g/L。

6.8.2.7 酚酞指示液:10 g/L。

6.8.2.8 磷标准溶液:1 mL 溶液含磷(P)0.01 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的磷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液使用前制备。

6.8.3 仪器

分光光度计:带有 2 cm 比色皿。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 磷标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 水、24 mL 硫酸溶液(6.8.2.3)、2 mL 钼酸铵溶液、2 mL 抗坏血酸溶液、30 mL 硫酸溶液(6.8.2.4),置于沸水浴中加热 10 min 后,冷却至室温,用硫酸溶液(6.8.2.4)稀释至刻度,摇匀。以水为参比,用 2 cm 比色皿在 680 nm 处测定各溶液的吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以磷的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.8.4.2 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.8.4.3 测定

移取 5.00 mL 试验溶液 A(6.6.4.2)和 5.00 mL 空白试验溶液(6.6.4.3),分别置于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 水和 1 滴酚酞指示液,用硫酸溶液(6.8.2.2)调到中性,加 24 mL 硫酸溶液(6.8.2.3)、2 mL 钼酸铵溶液、2 mL 抗坏血酸溶液和 30 mL 硫酸溶液(6.8.2.4)。置于沸水浴中加热 10 min 后,冷却至室温,用硫酸溶液(6.8.2.4)稀释至刻度摇匀,以水为参比,用 2 cm 比色皿在 680 nm 处测其吸光度。同时、同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出对应的磷的质量。

6.8.5 结果计算

磷含量以磷(P)的质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^{-3}}{m \times 5/200} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中：

m_2 ——从工作曲线上查出的试验溶液中磷的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_1 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中磷的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料质量(6.6.4.2)的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.003 %。

6.9 氧化钙、氧化镁含量的测定

6.9.1 方法提要

试样以浓硫酸和硫酸铵溶解，在原子吸收分光光度计 422.7 nm 和 285.2 nm 处，采用标准加入法分别测定氧化钙和氧化镁含量。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 硫酸铵。

6.9.2.2 浓硫酸。

6.9.2.3 氯化镧溶液：100 g/L。

6.9.2.4 盐酸溶液：1+1。

6.9.2.5 钙标准溶液：1 mL 溶液含钙(Ca)0.01 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.2.6 镁标准溶液：1 mL 溶液含镁(Mg)0.01 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.9.2.7 二级水：符合 GB/T 6682—2008 规定。

6.9.2.8 乙炔：高纯。

6.9.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯和镁空心阴极灯。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.3 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加 3 g 硫酸铵和 5 mL 浓硫酸，盖上表面皿，在电炉上溶解至得到清晰透明的熔融物，冷却。用水吹洗表面皿及杯壁，并稀释至 40 mL，加 3 mL 盐酸溶液，加热至沸，保持微沸 1 min~2 min，冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。此溶液为试验溶液 B，用于测定钙镁含量和钾钠含量。

6.9.4.2 测定

移取四份 10.00 mL 试验溶液 B，分别置于四个 100 mL 容量瓶中，按表 6 分别加入各种杂质元素标准溶液，再分别加入 8 mL 氯化镧溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 6 各杂质标准溶液的移取体积

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
钙	0	2.00	4.00	8.00
镁	0	1.00	2.00	4.00

在原子吸收分光光度计上，使用空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，在表 7 给出的元素测定波长下，用水调零，测量上述溶液的吸光度。

表 7 各杂质元素测定波长

杂质元素	钙	镁
测定波长/nm	422.7	285.2

以加入标准溶液的待测元素质量(mg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为试验溶液中待测元素的质量。

6.9.5 结果计算

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 1.3992 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——由工作曲线查出的试验溶液中钙的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.3992——钙换算为氧化钙的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_2 \times 1.6583 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_2 ——由工作曲线查出的试验溶液中镁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.6583——镁换算为氧化镁的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.005%。

钙镁含量以氧化钙和氧化镁的合量 w_7 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = w_5 + w_6 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

w_5 ——氧化钙的质量分数,数值以%表示;

w_6 ——氧化镁的质量分数,数值以%表示。

6.10 氧化钾、氧化钠含量的测定

6.10.1 方法提要

试样以浓硫酸和硫酸铵溶解,用氯化铵消除钛的干扰,于带火焰发射的原子吸收分光光度计波长766.5 nm和589.0 nm处,采用标准加入法分别测定氧化钾和氧化钠含量。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 浓硫酸。

6.10.2.2 硫酸铵。

6.10.2.3 硫酸溶液:1+3。

6.10.2.4 氯化铵溶液:5+95。

6.10.2.5 钾标准溶液:1 mL溶液含钾(K)0.01 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的钾标准溶液置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.10.2.6 钠标准溶液:1 mL溶液含钠(Na)0.01 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的钠标准溶液置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.10.2.7 二级水:符合GB/T 6682—2008规定。

6.10.2.8 乙炔:高纯。

6.10.3 仪器

原子吸收分光光度计：配有钾空心阴极灯和钠空心阴极灯。

6.10.4 分析步骤

测定：按表 8 移取各种杂质元素标准溶液，分别置于四个 100 mL 容量瓶中，再分别加入 5.00 mL 试验溶液 B(6.9.4.1)、2 mL 硫酸溶液和 1 mL 氯化铵溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 8 各杂质标准溶液的移取体积

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL			
	1	2	3	4
钾	0	2.00	4.00	8.00
钠	0	1.00	4.00	8.00

在原子吸收分光光度计上，使用空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，在表 9 给出的元素测定波长下，测其辐射强度。

表 9 各杂质元素测定波长

杂质元素	钾	钠
测定波长/nm	766.5	589.0

以加入标准溶液的待测元素质量(mg)为横坐标，相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为试验溶液中待测元素的质量。

6.10.5 结果计算

氧化钾含量以氧化钾(K₂O)的质量分数 w_8 计，数值以%表示，按公式(8)计算：

$$w_8 = \frac{m_1 \times 1.2046 \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_1 ——由工作曲线查出的试验溶液中钾的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料质量(6.9.4.1)的数值，单位为克(g)；

1.2046——钾换算为氧化钾的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值钾含量不大于 0.008 %。

氧化钠含量以氧化钠(Na₂O)的质量分数 w_9 计，数值以%表示，按公式(9)计算：

$$w_9 = \frac{m_2 \times 1.3480 \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_2 ——由工作曲线查出的试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试料质量(6.9.4.1)的数值，单位为克(g)；

1.3480——钠换算为氧化钠的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值钠含量不大于 0.008 %。

钾钠含量以氧化钾和氧化钠的合量 w_{10} 计，数值以%表示，按公式(10)计算：

$$w_{10} = w_8 + w_9 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

w_8 ——氧化钾的质量分数，数值以%表示；

w_9 ——氧化钠的质量分数，数值以%表示。

6.11 筛余物的测定

同 GB/T 1706—2006 中的 7.4。

6.12 比表面积

称取适量试样,精确至 0.000 2 g,按 GB/T 19587 中的规定测定。

6.13 灼烧减量

6.13.1 仪器、设备

高温炉:温度能控制在设定温度 $\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.13.2 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,置于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。化纤工业用二氧化钛置于 $925\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

6.13.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_{11} 计,数值以 % 表示,按公式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试料和瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试料和瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——灼烧前试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.06 %。

6.14 金红石晶型含量的测定

6.14.1 仪器

X 射线衍射仪。

6.14.2 分析步骤

将样品按 X 射线衍射仪要求压片后进行测定。调节衍射仪增益使被测晶面衍射峰高度在记录范围内达到最大值,角度范围从 $20^{\circ}\sim 80^{\circ}$,通过观察测定晶面特征衍射峰的位置(锐钛型 25° 左右,金红石型 27° 左右)来判断样品的晶型。根据锐钛型特征衍射峰积分强度和金红石型特征衍射峰积分强度计算出金红石晶型含量。

6.15 pH 值的测定

按 GB/T 1706—2006 中的第 7.8 条测定。

6.16 电阻率的测定

按 GB/T 1706—2006 中的第 7.10 条测定。

6.17 水分的测定

按 GB/T 1706—2006 中的第 7.2 条测定。

6.18 水分散性的测定

6.18.1 方法提要

将试样均匀分散在水中,根据试样静置前后的浓度差测定分散性能。

6.18.2 仪器设备

6.18.2.1 磁力搅拌器:100 r/min \sim 3 000 r/min。6.18.2.2 恒温干燥箱:能维持在 $140\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.18.3 分析步骤

6.18.3.1 称取 15 g 试样,精确至 0.1 g,加入预先盛有 285 mL 蒸馏水的 500 mL 烧杯中,在磁力搅拌器上搅拌 30 min,静置后为前分散液。

6.18.3.2 取 10 mL 前分散液于已烘干至质量恒定的称量瓶中,立即称取分散液质量 m_1 ,精确至 0.000 2 g。

6.18.3.3 将称取的分散液放入干燥箱中于 140 ℃ 烘约 4 h,取出放入干燥器中冷却至室温,称取干燥物的质量 m_2 ,精确至 0.000 2 g。

6.18.3.4 将剩余的前分散液(6.18.3.1)再搅拌 2 min 后倒入沉降用量筒中至液面到 200 mm 刻度线,静置 5 h。

6.18.3.5 沉降后的分散液取上部 170 mm,用负压瓶自液体表面吸入,置于 500 mL 烧杯中。

6.18.3.6 将吸取的后分散液(6.18.3.5)搅拌 2 min 后取 10 mL,按 6.18.3.2 和 6.18.3.3 规定进行,称取质量分别为 m_3 和 m_4 ;

6.18.4 结果计算

试样水分散性以质量分数 w_{12} 计,数值以 % 表示,按公式(12)计算:

$$w_{12} = \frac{m_4/m_3}{m_2/m_1} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_1 ——静置前 10 mL 分散液质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——静置前 10 mL 分散液干燥后的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——静置后 10 mL 分散液质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——静置后 10 mL 分散液干燥后的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

6.19 色相和白度

6.19.1 仪器、设备

6.19.1.1 色差仪或白度仪。

6.19.1.2 标准白度板:符合 GB/T 9086—2007 规定的粉体标准白板或无光泽的陶瓷标准白板。

6.19.1.3 工作标准白度板:符合 GB/T 9086—2007 规定的有光泽的陶瓷标准白板。

6.19.2 分析步骤

用定期标定过的标准白度板校正工作标准白度板。用工作标准白度板将白度仪或色差计调整至工作状态,将试样均匀地置于粉末皿中,使试样面超过粉末皿约 2 cm。用光洁的玻璃板覆盖在试样的表面上,压紧试样,并稍加旋转,移去玻璃板;或用恒压粉体压样器压样。沿水平方向观察试样表面,应无凹凸不平、斑点和斑痕等异常情况。

将试样皿置于仪器台上,化纤工业用二氧化钛测定 L 、 a 、 b 值。

其他试样测定白度值,读准至 0.1;将试样皿在仪器台上旋转 90°,测定白度值,读准至 0.1;再旋转 90°,测定白度值,读准至 0.1。三次读数结果极差不得大于 0.5。

7 检验规则

7.1 本标准要求的规定的全部项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 用相同材料、基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一类别的非颜料用二氧化钛为一批,化纤工业用二氧化钛每批产品不超过 60 t,其他类别每批产品不超过 20 t。

7.3 按 GB/T 6678 中规定的采样技术确定采样单元数。采样时将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查。保存时间由企业根据需要确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 非颜料用二氧化钛包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的非颜料用二氧化钛都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 非颜料用二氧化钛内包装采用聚乙烯薄膜袋或铝塑复合薄膜袋,外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg。用户对包装有特殊要求时,可供需双方协商。

9.2 非颜料用二氧化钛在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,包装不得受到污损。运输工具应清洁、干燥。

9.3 非颜料用二氧化钛应贮存在干燥库房处,防止雨淋、受潮。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
非 颜 料 用 二 氧 化 钛

HG/T 4202—2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数28千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1210

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>