

이산화티타늄

Titanium Dioxide

분자식: TiO_2

분자량: 79.90

이 명: CI pigment white 6; Titania

INS No.: 171

CAS No.: 13463-67-7

합 량 이 품목은 건조한 다음 정량할 때, 이산화티타늄(TiO_2) 99.0% 이상을 함유한다.

성 상 이 품목은 백색의 분말로서 냄새와 맛이 없다.

확인시험 이 품목 약 0.5g에 황산 5mL를 넣어 흰 연기가 날 때까지 가열하고 식힌 다음 주의하여 물을 넣어 100mL로 하여 여과한다. 여액 5mL에 과산화수소시액 2~3방울을 넣을 때, 액은 황적색을 나타낸다.

순도시험 (1) 물가용물 : 이 품목 4g을 50mL의 물에 잘 흔들어 섞고 24시간 방치한 다음 200mL의 메스플라스크에 옮기고 염화암모늄시액 2mL를 넣어 섞는다. 이산화티타늄이 잘 침강하지 않을 때에는 다시 염화암모늄시액 2mL를 추가한다. 현탁액을 침강시키고 물을 넣어 정확히 200mL로 하고 잘 흔들어 섞으면서 여과하고 처음 10mL의 여액은 버리고 100mL의 맑은 여액을 모아서 미리 무게를 달아둔 백금접시에 옮기고 수욕상에서 증발건고한 다음 항량이 될 때까지 강열할 때, 그 잔류물은 5mg 이하이어야 한다(0.25% 이하).

(2) 염산가용물 : 이 품목 5g에 염산(1→20) 100mL를 가하여 흔들어 섞고 수욕상에서 30분간 때때로 흔들어주면서 가열한 다음 여과한

다. 잔류물을 염산(1→20) 10mL씩으로 3회 씻고 세액을 여액에 합쳐서 증발건고한 다음 항량이 될 때까지 강열할 때, 그 잔류물은 25mg 이하이어야 한다(0.5% 이하).

(3) 비소 : 이 품목을 비소시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.3ppm 이하이어야 한다.

(4) 납 : 이 품목 10.0g을 정밀히 달아 비이커에 넣고 0.5N 염산 50mL를 가해 주고 시계접시를 덮은 후 15분간 끓여준다. 식힌 다음 100~150mL 원심분리튜브에 옮기고 불용성물질이 가라앉을 때까지 10~15분 원심분리한 다음 상등액을 여과지(Whatman No. 4 또는 이와 동등한 것)로 여과한 후 여액을 100mL 플라스크에 옮긴다. 잔류물에 뜨거운 물 10~15mL로 가하고 섞어준 다음 원심분리하고 상등액을 여과하여 여액에 합한다. 이 조작을 2번 더 반복한 다음 여액에 합하고 물을 가하여 100mL로 한 액을 시험용액으로 하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 10.0ppm 이하이어야 한다.

(5) 카드뮴 : 순도시험 (4)의 시험용액을 사용하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

(6) 안티몬 : 순도시험 (4)의 시험용액을 사용하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 2.0ppm 이하이어야 한다.

(7) 아연 : 순도시험 (4)의 시험용액을 사용하여 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법에 따라 시험할 때, 그 양은 50ppm 이하이어야 한다.

(8) 수은 : 이 품목을 수은시험법에 따라 시험할 때, 그 양은 1.0ppm 이하이어야 한다.

(9) 산화알루미늄 및 이산화규소 : 다음의 각각의 방법에 따라 산화알루미늄 및 이산화규소의 함량을 구할 때, 그 합계량은 2.0% 이하이어야 한다.

(i) 산화알루미늄 : 이 품목 1g 및 황산수소나트륨 10g을 취하여 석영제의 삼각플라스크에 넣고 완전하게 용해될 때까지 은근하게 가열한 다음 식히고 이에 황산(1→2) 25mL를 가해주고 침전이 녹을 때까지 주의깊게 가열하고 식힌 후 물을 가하여 120mL로 한다. 이 액에 수산화나트륨용액(1→4) 65mL를 흔들어서 섞으면서 가해준 다음 미리 수산화나트륨용액(1→4) 135mL를 넣어준 500mL의 메스플라스크에 서서히 흔들어서 섞으면서 가해주고 다시 물을 가하여 500mL로 한 다음 방치 또는 5분간 원심분리하고 여과한다. 여액 100mL를 500mL의 삼각플라스크에 넣고 메틸오렌지 시액 1방울을 가해주고 염산(1→2)으로 산성으로 하고 다시 염산(1→2) 3mL를 더 가해준 다음 0.02M 이.디.티.에이.용액 25mL를 정확하게 가하여 액의 색이 적색에서 등황색으로 변할 때까지 암모니아시액을 적가한 다음 초산암모늄완충액(초산암모늄 77g에

빙초산 10mL를 가해주고 물을 가하여 1,000mL로 한 액) 10mL 및 인산이암모늄완충액(인산이암모늄 150g을 물 700mL에 녹인 액을 염산(1→20)으로 pH 5.5로 맞춘 다음 물을 가하여 1,000mL로 한 액) 10mL를 가해준다. 이어서 5분간 끓여준 다음 재빨리 흐르는 물에서 실온으로 냉각시킨 다음 자일레놀오렌지시액 3방울을 가해주고 혼합한다. 만일 액의 색이 자색, 황갈색 또는 홍색을 나타내는 경우에 있어서는 초산을 가하여 pH를 5.3~5.7로 한 다음에 홍색을 나타내지 않을 때에 이것을 시험용액으로 하고 홍색을 나타낼 때에는 이.디.티.에이.용액이 충분하지 않는 것을 의미하므로 앞의 여액 100mL를 다시 사용하여 동일조작을 행한 다음 시험용액으로 한다. 단, 0.02M 이.디.티.에이.용액은 25mL 대신에 50mL를 정확하게 취하여 사용한다. 이 시험용액을 0.01M 황산아연용액으로 액의 색이 황갈색에서 적색을 5~10초간 나타낼 때까지 적정한다.

(※ 주의 : 이 적정은 재빨리 수행되어야 하며 종말점 부근에서는 0.2mL씩 첫번째 색이 변할 때까지 가해주며 그 색이 5~10초 안에 사라지더라도 종말점으로 한다. 첫번째 색의 변화관찰에 실패하면 부정확한 적정이 된다. 첫번째 적정소비 mL수는 8mL 이상이 되어야 하며 좀더 정확한 적정소비 mL수는 10~15mL이다.)

이 액에 불화나트륨 2g을 가하여 2~5분간 끓여준 다음 흐르는 물에서 급냉하여 유리된 이.디.티.에이.를 0.01M 황산아연용액으로

액의 색이 황갈색에서 적색을 나타낼 때까지 적정하고 다음 계산식에 따라 산화알루미늄의 함량을 구한다.

$$\text{산화알루미늄(Al}_2\text{O}_3\text{)의 함량(\%)} = \frac{T \times \text{두번째 적정에서 소비된 0.01M 황산아연용액의 적정량(mL)}}{\text{검체의 채취량(g)} \times 2}$$

단, T는 아래의 방법에 따라 구하며 0.01M 황산아연용액 1mL에 대응하는 산화알루미늄 (Al₂O₃)의 양(mg)이다.

0.01M 황산아연용액 : 황산아연(ZnSO₄·7H₂O) 2.9g을 물에 녹여 1,000mL로 한다. 알루미늄(고순도, 99.0%) 500mg을 정밀히 달아 염산 20mL를 가해주고 충분히 녹을 때까지 은근하게 가열해 주고 나서 물을 가하여 1,000mL로 한다. 이 액 10mL를 물 90mL 및 염산 3mL가 들어 있는 500mL 삼각플라스크에 넣고 메틸오렌지시액 한 방울 및 0.02M 이.디.티.에이.용액 25mL를 가해주고 나서 암모니아시액을 액의 적색이 등황색으로 될 때까지 적가한 다음 초산암모늄완충액 10mL 및 인산이암모늄완충액 10mL를 가하여 5분간 끓이고 급냉한 다음, 자일레놀오렌지시액 3방울을 가해주고 혼합한 후 이 황산아연용액을 액의 황색이 적색을 띠 때까지 가해주고 이어 불화나트륨 2g을 가하여 2~5분간 끓여준 다음 급냉하고, 유리된 이.디.티.에이.를 이 황산아연용액으로 액의 황색이 적색을 띠 때까지 적정하고 다음 계산식에 따라 T를 구한다.

$$T = \frac{18.896 \times W}{V}$$

W : 알루미늄 채취량(g)

V : 두번째 적정에서 소비된 황산아연용액의 적정량(mL)

$$18.896 = \frac{\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ 분자량}}{\text{Al 분자량}} \times \frac{1,000\text{mg}}{\text{g}} \times \frac{10\text{mL}}{2}$$

(ii) 이산화규소 : 이 품목 1g 및 황화수소나트륨 10g을 취하여 백금제의 도가니에 넣고 완전하게 용해될 때까지 은근하게 가열한 다음 식히고, 이에 황산(1→2) 25mL를 가해주고 침전이 녹을 때까지 주의 깊게 가열하고 식힌 후 물 150mL를 서서히 흔들어서 섞으면서 가해준 다음 정량분석용여지(5종C)를 사용하여 여과하고 사용한 도가니를 황산(1→2)으로 씻고 동일한 여지를 사용하여 여과한다. 이 여지를 별도의 백금제도가니에 넣고 120℃로 건조한 다음 주의하면서 450~550℃로 강열한다. 이어서 1,000℃에서 30분간 강열하고 데시케이타 중에서 방냉하고 전량을 정밀하게 달은 다음 그 양을 W(g)로 한다. 다음에 황산(1→2) 2방울 및 불화수소산 5mL를 가하여 서서히 가열하고 증발건고시킨 다음 1,000℃에서 30분간 강열하고 데시케이타 중에서 방냉하고 전량을 정밀히 달은 다음 그 양을 w(g)로 하고 다음 계산식에 따라 함량을 구한다.

$$\text{이산화규소(SiO}_2\text{)의 함량(\%)} = \frac{W(g) - w(g)}{\text{검체의 채취량(g)}} \times 100$$

건조감량 이 품목을 105℃에서 3시간 건조할 때 그 감량은 0.5% 이하이어야 한다.

강열감량 이 품목을 105℃에서 3시간 건조한 다음 이어 775~825℃에서 강열할 때, 그 감량은 무수물로서 0.5% 이하이어야 한다.

정 량 법 이 품목을 건조한 다음 약 0.2g을 정밀히 달아 도가니에 넣고 이에 황산수소나트륨 2g을 가하여 뚜껑을 하고 완전히 용해될 때까지 은근하게 가열한 다음 다시 고온으로 내용물의 진한 구리색이 거의 징명한 색이 될 때까지 강열한다. 식힌 다음 내용물을 250mL의 비이커에 넣은 다음 사용한 도가니를 황산(1→30) 75mL로 씻고 세액을 앞의 비이커에 합한 다음 수욕상에서 거의 징명하게 녹을 때까지 가열한다. 이어서 주석산 2g을 가하고 브로모티몰블루시액 2~3방울을 가한 다음 암모니아시액으로 중화하고 필요하면 여과한다. 이 액에 황산(1→2) 1~2mL를 가하여 산성으로 하고 충분한 양의 황화수소를 통과시키고 이어서 암모니아시액 30mL를 가한다음 포화가 될 때까지 황화수소를 통과시키고 10분간 방치하고 여과한 다음 여지의 침전을 주석산암모늄용액(1→100) · 황화암모늄시액의 혼액(9 : 1) 2mL씩으로 10회 씻는다. 여과 및 세정시 여지는 액으로 항상 가득 채운다. 세액을 여액에 합해주고 이 액에 황산(1→2) 40mL를 가하여 황화수소가 제거될 때까지 끓여주고 식힌 다음 물을 가하여 400mL로 하고 쿠페론시액 40mL를 흔들여 섞어주면서 서서히 가하여 방치하고 황색의 침전이 침강된 후 다시 백색의 침전이 생길

때까지 쿠페론시액을 가해준다. 이 침전을 정량분석용여지(5종 C)를 사용하여 가볍게 흡인여과하고 염산(1→10)으로 20회 씻어준 후 약간 강하게 흡인하여 수분을 제거한다. 잔류물은 여지와 함께 70℃에서 건조하고 미리 무게를 달아둔 도가니에 넣고 연기가 발생하지 않을 때까지 극히 약하게 가열한 후 서서히 강열하여 900~950℃에서 항량이 될 때까지 강열하고 식힌 다음 무게를 평량하여 잔류물의 양을 구해서 W(g)로 하고 순도시험 (5)의 값을 이용하여 다음 계산식에 따라 함량을 구한다.

$$\begin{aligned} \text{이산화티타늄(TiO}_2\text{)의} \\ \text{함량(\%)} &= \frac{W(g) \times 100}{\text{시료의 채취량(g)}} \times \frac{100}{100 - \text{산화알루미늄 및 이산화규소의 함량(\%)}} \end{aligned}$$