刚玉粉中二氧化钛的比色测定法

中华人民共和国国家标准

刚玉粉中二氧化钛的比色测定法

 本方法珍宝了刚玉粉中二氧化钛的比色测定方法，适用于电真空器件用各种牌号的刚玉粉

1.方法提要

     在0.1～4N的盐酸或硫酸介质中。二安替比林甲烷（DAPM）与四价钛离子生成黄色络合物，进行比色测定。

2.试剂

2.1盐酸：1：1、1：5、1：9;

2.2 二安替比林甲烷：5％。

    称取5g二安替比林甲烷，溶于100ml1：5的盐酸中;

2.3 碳酸钠与硼酸混合助熔剂，：碳酸钠：硼酸＝3：1;

2.4 二氧化钛标准溶液：0.01毫克每毫升。

   准确称取0.1000g二氧化钛，置于铂坩埚中，加2g助熔剂，大火熔融，冷却。放入250毫升烧杯中，用1：1的盐酸50毫升溶解溶块，边加热，边搅拌，直至完全溶解，移入1升容量瓶中，用1：9盐酸稀释至刻度，摇匀。

   吸取上述溶液20毫升，置于200毫升容量瓶中，以1：9盐酸稀释至刻度，摇匀，备用。

2.5抗坏血酸：1％。

3分析步骤

3.1标准曲线的绘制

分别吸取上述标准二氧化钛溶液0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00毫升于25毫升容量瓶中，加入1：1盐酸10毫升、1％的抗坏血酸2毫升，摇匀。再加入5％的二安替比林甲烷5毫升，以水稀释至刻度，摇匀。放置30分钟后，于分光光度计波长390nm处，用3厘米比色皿测，以试剂空白为参照比测量其吸光度，绘制吸光度－浓度曲线。

3.2 试样分析

准确称取经经110度烘干2小时的试样0.2000g置于密封增压溶样器内套中。加入1：1盐酸10～12毫升，摇动使试样均匀润湿，盖好盖后置于不锈钢外套中，旋紧外套盖，放入烘箱中在235～340度下恒温7小时，摇匀，然后加入5％的二安替比林甲烷5毫升，以水稀释至刻度，摇匀。放置30分钟后，于分光光度计波长390nm处，用3厘米比色皿测，以试剂空白为参照比测量其吸光度。

精密度

   测定范围：0.005％～0.01％。

   相对标准偏差：小于＋－10％。