

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.7—2006

氟化铝化学分析方法 和物理性能测定方法 第7部分 邻二氮杂菲分光光度法 测定三氧化二铁含量

**Determination of chemical contents
and physical properties of aluminium fluoride
Part 7: Determination of iron content
by orthophenantholine photometric method**

2006-03-07 发布

2006-08-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 15 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分 烧减量的测定
- 第 3 部分 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量
- 第 4 部分 EDTA 容量法测定铝含量
- 第 5 部分 火焰原子吸收光谱法测定钠含量
- 第 6 部分 钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量
- 第 7 部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量
- 第 8 部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量
- 第 9 部分 钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量
- 第 10 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量
- 第 11 部分 试样的制备和贮存
- 第 12 部分 粒度分布的测定 筛分法
- 第 13 部分 安息角的测定
- 第 14 部分 松装密度的测定
- 第 15 部分 游离氧化铝含量的测定

本部分为第 7 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分主要起草人：张颖、张莉莉、司春香。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

氟化铝化学分析方法 和物理性能测定方法

第 7 部分 邻二氮杂菲分光光度法 测定三氧化二铁含量

1 范围

本部分规定了氟化铝中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于氟化铝中三氧化二铁含量的测定。测定范围:0.01%~0.25%。

2 方法原理

试料用碱性熔剂或酸性熔剂熔融,酸化后以盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原,在乙酸盐缓冲介质中(pH3.5~4.2),铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成有色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 硼酸。

3.3 焦硫酸钾(碎块)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸羟胺(10 g/L)。

3.7 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。

3.8 缓冲溶液(pH 4.9):称取 272 g 三水合乙酸钠溶解于 500 mL 水中,加入 240 mL 冰乙酸(约 17.4 mL/L),用水稀释至 1 L,混匀。

3.9 乙酸钠溶液(500 g/L)。

3.10 乙酸溶液(1+19)。

3.11 三氧化二铁标准贮存溶液:1 mL 含 0.200 mg 三氧化二铁,下面有两种方法可任选用一种。

3.11.1 铁标准贮存溶液:称取 0.982 g 六水合硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解后,加入 20 mL 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$),移入 1 L 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.11.2 称取 0.200 g 预先在 600℃ 灼烧并在干燥器中冷却的三氧化二铁 $[\omega(\text{Fe}_2\text{O}_3)] > 99.90\%$ 以上,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$),慢慢加热至完全溶解,冷却,移入 1 L 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.12 三氧化二铁标准溶液:

移取 50.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液(3.11),置于 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含三氧化二铁 0.010 mg。

3.13 pH 试纸 pH 范围 3.5~4.2,间隔 0.2 单位。

4 仪器及设备

4.1 铂皿及铂盖:直径 70 mm,高 35 mm。

4.2 高温炉:能控制温度在 550℃±25℃。