



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.7—2008

---

## 氟化镁化学分析方法 第7部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis of magnesium fluoride—  
Part 7: Determination of iron content—  
Orthophenantholine photometric method

2008-06-09 发布

2008-12-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 EDTA 容量法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 7 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位：多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人：黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。

# 氟化镁化学分析方法

## 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定

### 邻二氮杂菲分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了氟化镁中三氧化二铁量的测定方法。

本部分适用于氟化镁中三氧化二铁的测定。测定范围： $\leq 1.20\%$ 。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适应于本部分。

GB/T 21994.1—2008 氟化镁化学分析方法 第 1 部分：试样的制备和贮存

#### 3 方法提要

试料用碱性熔剂或酸性熔剂熔融后，以盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原，在乙酸盐缓冲介质中 pH(3.5~4.2) 铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成有色络合物，在波长 510 nm 处测量其吸光度。

#### 4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硼酸。

4.3 盐酸(3 mol/L)。

4.4 邻二氮杂菲(2.5 g/L)-盐酸羟胺(10 g/L)混合溶液。

4.5 乙酸铵溶液(200 g/L)。

4.6 三氧化二铁标准贮存溶液(下面两种方法可任选一种)

4.6.1 称取 2.455 g 六水合硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯)，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解后，加入 50 mL 硫酸( $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ )，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准贮存溶液 1 mL 含 0.500 mg 三氧化二铁。

4.6.2 称取 0.500 g 预先在 600℃ 灼烧并在干燥器中冷却的三氧化二铁(纯度 99.90% 以上)，置于 200 mL 烧杯中，加 25 mL 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )，缓慢加热至完全溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准贮存溶液 1 mL 含 0.500 mg 三氧化二铁。

4.7 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(4.6)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准溶液 1 mL 含 0.050 0 mg 三氧化二铁。使用时配制。

4.8 pH 试纸：pH 范围 3.5~4.2，间隔 0.2 单位。

#### 5 仪器及设备

5.1 铂皿：直径 80 mm，高 35 mm，配有皿盖。

5.2 电炉：能控制温度在  $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

5.3 高温炉：能控制温度在  $850^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。