



中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.7—2008

氟化锂化学分析方法 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 methods of lithium fluoride—
Part 7: Determination of iron content—
Orthophenantholine photometric method

2008-12-29 发布

2009-11-01 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 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 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 火焰原子吸收光谱法；
- 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 GB/T 22660 的第 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。

本部分负责起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人：施秀华、薛旭金、师玉萍、许随军、范连生、王慧、朱亮、黎志坚、赵宝富、连明霞。

氟化锂化学分析方法

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

GB/T 22660 的本部分规定了氟化锂中三氧化二铁含量的测定方法。
本部分适用于氟化锂中三氧化二铁含量的测定。测定范围： $\leq 0.20\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22660 的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，其最新版本适用于本部分。

GB/T 22660.1—2008 氟化锂化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存。

3 方法提要

试料用碳酸钠和硼酸混合溶剂熔融，酸化后以盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原，在乙酸盐缓冲介质中(pH 3.5~pH 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。

4 试剂

- 4.1 无水碳酸钠：AR。
- 4.2 硼酸：AR。
- 4.3 盐酸(1+1)。
- 4.4 硝酸(1+1)。
- 4.5 盐酸羟胺(10 g/L)。
- 4.6 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。
- 4.7 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 mol/L)。
- 4.8 乙酸钠溶液(500 g/L)。
- 4.9 乙酸溶液(1+19)。
- 4.10 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一种。
 - 4.10.1 称取 0.982 g 六水合硫酸亚铁胺 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，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。
 - 4.10.2 称取 0.200 g 预先在 600 °C 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。
- 4.11 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(4.10)，置于 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此