

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 575.5—2007
代替 YS/T 575.5—2006

铝土矿石化学分析方法 第 5 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法

Methods for chemical analysis of bauxite—
Part 5: Determination of iron oxide content—
Orthophenanthroline photometric method

2007-11-14 发布

2008-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 575—2007《铝土矿石化学分析方法》是对 YS/T 575—2006(原 GB/T 3257—1999)的修订,共有 24 部分:

- 第 1 部分:氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法
- 第 2 部分:二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法
- 第 3 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法
- 第 4 部分:三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第 5 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法
- 第 6 部分:二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法
- 第 7 部分:氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分:氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分:氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分:三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法
- 第 13 部分:锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 14 部分:稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法
- 第 15 部分:三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法
- 第 16 部分:五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法
- 第 17 部分:硫含量的测定 燃烧-碘量法
- 第 18 部分:总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法
- 第 19 部分:烧减量的测定 重量法
- 第 20 部分:预先干燥试样的制备
- 第 21 部分:有机碳含量的测定 滴定法
- 第 22 部分:分析样品中湿存水含量的测定 重量法
- 第 23 部分:化学成分含量的测定 X 射线荧光光谱法
- 第 24 部分:碳和硫含量的测定 红外吸收法

本部分为第 5 部分。

本部分代替 YS/T 575.5—2006(原 GB/T 3257.5—1999)。

本部分是对 YS/T 575.5—2006 的修订,与 YS/T 575.5—2006 相比,主要变化如下:

- 更改了邻二氮杂菲溶液、盐酸羟胺溶液的浓度;
- 对显色温度和时间进行了补充规定;
- 将试样的干燥温度统一为 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- 增加了精密度。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司贵州分公司起草。

本部分主要起草人:王保生、李雄。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 575.5—2006(原 GB/T 3257.5—1999)。

铝土矿石化学分析方法

第5部分:三氧化二铁含量的测定

邻二氮杂菲光度法

1 范围

本部分规定了铝土矿中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于铝土矿中三氧化二铁含量的测定,测定范围: $\leq 5.00\%$ 。

2 方法原理

试样用碱熔融,用盐酸浸取,在适当酸度下,三价铁用盐酸羟胺还原为二价铁。在乙酸盐缓冲介质中,二价铁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。

3 试剂

3.1 氢氧化钠。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸羟胺溶液(5%)。

3.4 邻二氮杂菲溶液(0.5%)。

3.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 4.9):称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶解于 500 mL 水中,加入 240 mL 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.6 混合溶液:将盐酸羟胺溶液(3.3)、邻二氮杂菲溶液(3.4)和缓冲溶液(3.5)以一单位体积盐酸羟胺溶液、一单位体积的邻二氮杂菲溶液和三单位体积的缓冲溶液相混合,贮存于棕色瓶中,贮存期不超过四周。

3.7 三氧化二铁标准贮存溶液

称取 0.500 0 g 预先在 600℃ 灼烧 2 h 的三氧化二铁(99.99%)置于 250 mL 烧杯中,加少许水湿润,沿杯壁加入盐酸(3.2)40 mL,盖上表皿,加热至完全溶解,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,并以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 三氧化二铁。

3.8 三氧化二铁标准溶液

移取 100.00 mL 三氧化二铁贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含三氧化二铁 0.1 mg。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样用研钵研磨通过 74 μm 筛,将研好的试样置于 110℃ \pm 5℃ 下烘干 2 h,置于干燥器中,冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.25 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

对同一试样应独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)放入 30 mL 银坩埚中,加 3 g 氢氧化钠(3.1)覆盖于其上,盖上坩埚盖,置于 750℃±10℃ 的马弗炉中,熔融 20 min(空白熔融 5 min)。取出,旋转坩埚,使熔融物均匀附着在坩埚内壁,冷却。加热水使熔融物浸出,然后倒入加有 40 mL 盐酸(3.2)的 250 mL 容量瓶中,摇动使溶液澄清,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 移取 5.00 mL 或 10.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,加入 30 mL 混合溶液(3.6),用水冲至刻度,混匀,放置 30 min。

6.4.3 将部分试液(6.4.2)移入 1 cm 吸收皿中,于分光光度计 510 nm 处,测其吸光度,减去随同试样空白吸光度后从工作曲线上查出相应的三氧化二铁量。

6.5 工作曲线的绘制

分取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 的三氧化二铁标准溶液(3.8)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按步骤 6.4.1 进行。以试剂空白为参比,测量吸光度,以三氧化二铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式计算三氧化二铁的质量分数(%):

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中:

m_1 ——由工作曲线上查得的三氧化二铁量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

三氧化二铁的质量分数/%: 1.544 3.394 4.787

重复性限 r /%: 0.062 0.071 0.092

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

三氧化二铁的质量分数/%	允许差/%
1.00~5.00	0.20

9 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝土矿石化学分析方法
第5部分:三氧化二铁含量的测定
邻二氮杂菲光度法
YS/T 575.5—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*

书号: 155066·2-18565

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



YS/T 575.5-2007