

高纯铝化学分析方法 第 1 部分：邻二氮杂菲-硫氰酸盐 光度法测定铁含量

Chemical analysis methods of high purity aluminum
—Part 1: Determination of iron content
by 1,10-phenanthroline-thiocyanate photometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
高纯铝化学分析方法
第 1 部分：邻二氮杂菲-硫氰酸盐
光度法测定铁含量
YS/T 244.1—2008

*
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 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

*
书号：155066·2-18687 定价 10.00 元

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 244.1—2008

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

6 分析步骤

6.1 试料

称取 1 g 干燥试样(5.2),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

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。吸光度不应超过 0.06。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 石英皿中,加入 2 mL 氯化镍溶液(3.10),30 mL 盐酸(3.3),盖上表皿。于水汽浴上加热至试样全部溶解,取下(“空白试验”于电热板上加热蒸发至 15 mL 左右,取下,加 15 mL 水)。

6.4.2 加入 2 滴过氧化氢(3.7),置于电热板上加热煮沸,并逐出过剩的过氧化氢,立即取下,冷却至室温。

6.4.3 将溶液(6.4.2)移入 60 mL 分液漏斗中,用 5 mL 盐酸(3.3)洗涤石英皿。洗液合并于分液漏斗中。加入 10.0 mL 甲基异丁酮(3.2),振荡 1 min,弃去水相。往有机相中加入 10 mL 混合溶液(3.9),振荡 1 min,弃去水相,将有机相放入 10 mL 离心管中,置离心机上离心至溶液澄清。

6.4.4 将有机相(6.4.3)移入 3 cm 吸收池中,以甲基异丁酮(3.2)为参比,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。将所测吸光度减去随同试样的空白吸光度后,从工作曲线上查出相应的铁含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组 60 mL 分液漏斗中,各加入 10 mL 混合溶液(3.9)、0.2 mL 盐酸(3.3),分别移入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、2.50 mL 铁标准溶液(3.12),加入 10.0 mL 甲基异丁酮(3.2),振荡 1 min,弃去水相,将有机相放入 10 mL 离心管中,置离心机上离心至溶液澄清。

6.5.2 将有机相(6.5.1)移入 3 cm 吸收池中,以甲基异丁酮(3.2)为参比,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。将所测吸光度减去试剂的空白吸光度后,以铁含量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算铁的质量分数(%):

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铁的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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)按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1

铁的质量分数/%	0.000 18	0.000 24	0.000 49
重复性限 r /%	0.000 06	0.000 08	0.000 12

前 言

YS/T 244《高纯铝化学分析方法》共分为 9 个部分:

- 第 1 部分:邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁含量;
- 第 2 部分:钼蓝萃取光度法测定硅含量;
- 第 3 部分:二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛含量;
- 第 4 部分:丁基罗丹明 B 光度法测定铈含量;
- 第 5 部分:阳极溶出伏安法测定铜、锌和铅含量;
- 第 6 部分:催化锰-过硫酸反应体系法测定银含量;
- 第 7 部分:二硫脲萃取光度法测定镉含量;
- 第 8 部分:结晶紫萃取光度法测定钢含量;
- 第 9 部分:电感耦合等离子体质谱法测定杂质含量。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 YS/T 244.1—1994《高纯铝化学分析方法 邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁量》。

本部分是对 YS/T 244.1—1994 的修订。与 YS/T 244.1—1994 相比,主要变化如下:

- 增加了“重复性”条款;
- 增加了“质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人:杨宇宏、刘丽、王玉玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 244.1—1994。