

ICS 71.100.10  
H 21

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.7—2006  
代替 YS/T 273.7—1994

YS/T 273.7—2006

### 冰晶石化学分析方法 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

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—  
Part 7: Determination of iron content by orthophenanthroline photometric method

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
冰晶石化学分析方法  
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  
YS/T 273.7—2006

\*

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.bzcb.com](http://www.bzcb.com)

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 8 千字  
2006 年 9 月第一版 2006 年 9 月第一次印刷

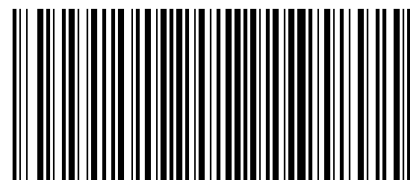
\*

书号：155066·2-17150 定价 8.00 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 273.7-2006

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

4.2 高温炉:能控制温度在  $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  和  $825\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.3 pH 计:配有玻璃电极。

## 5 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 1 g 试样(5),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。

### 6.4 测定

#### 6.4.1 试验溶液的制备

##### 6.4.1.1 碱熔融

称取 12 g 无水碳酸钠(3.1)和 4 g 硼酸(3.2)置于铂皿(4.1)中,用铂勺混匀后,加入试料(6.1),再充分混匀,盖上铂盖。放入高温炉(4.2)中,温度控制在  $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,小心用支架将铂皿与炉底面隔开,以免沾污。在此温度保持到反应平稳约 30 min。控制温度在  $825\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  熔融 30 min(空白 5 min),取出铂皿,于空气中冷却,向皿中加入 40 mL~50 mL 沸水,缓慢加热使熔块完全溶解。稍冷后,将试液移入含有 20 mL 硝酸(3.3)的 250 mL 烧杯中,用 18 mL 硝酸(3.3)溶解粘在皿壁上的残渣(主要是三氧化二铁),并仔细地洗净皿及皿盖,洗液合并于烧杯中。将溶液微微煮沸数分钟,使盐类完全溶解。稍冷后,移入 250 mL 容量瓶中,冷却后,稀释至刻度混匀。

##### 6.4.1.2 酸熔融

称取 10 g 焦硫酸钾(3.3)置于铂皿(4.1)中,加入试料(6.1),用铂勺充分混匀,盖上铂盖。放入温度控制在  $825\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  的高温炉(4.2)中,小心用支架将铂皿与炉底面隔开,以免沾污。在此温度熔融 30 min(空白 10 min)。将皿取出,于空气中冷却,加入 10 mL 水和 10 mL 盐酸(3.5),将溶液加热至微沸,直至完全溶解,用热水洗涤皿盖及皿壁,洗液合并于皿中。稍冷,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,冷却后,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 分取试液(6.4.1.1 或 6.4.1.2),置于 100 mL 容量瓶中。

表 1

三氧化二铁的质量分数/%	试料的质量/g	分取试液体积/mL
$\leq 0.06$	1.000	50.0
$> 0.06\sim 0.10$	1.000	25.0
$> 0.10\sim 0.25$	1.000	10.0

6.4.3 用水稀释至 50 mL,加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(3.6)、5 mL 邻二氮杂菲溶液(3.7)及 25 mL 缓冲溶液(3.8),混匀。用试纸(3.13)或 pH 计(4.3)检查 pH 值,并用乙酸钠溶液(3.9)或乙酸溶液(3.10)调整 pH 至 3.5~4.2。用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

6.4.4 将部分溶液(6.4.3)移入 1 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。减去空白吸光度后,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

6.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 三氧化二

# 前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分:

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量;
- 第 2 部分 灼烧减量的测定;
- 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 重量法测定游离氧化铝含量;
- 第 11 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量;
- 第 12 部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量;
- 第 13 部分 试样的制备和贮存。

本部分为第 7 部分。

本部分是对 YS/T 273.7—1994 的修订,除进行编辑整理外,增加了精密度和质量保证与控制两章,其他内容基本没有变化。

本部分代替 YS/T 273.7—1994。

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:张莉莉、孙宇飞、吴玉春、张颖、计春雷。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替的历次版本发布情况为:

——YS/T 273.7—1994。