

附录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

使用微波消解仪分解试料时的工作条件可参考表 A.1。

表 A.1

步骤	功率/W	消解时间/min	温度/℃	通风时间/min
1	300	5	180	5
2	400	10	200	
3	500	30	230	

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 629.2—2007

## 高纯氧化铝化学分析方法 三氧化二铁含量的测定 甲基异丁酮萃取邻二氮杂菲光度法

Chemical analysis methods of high purity alumina  
Determination of ferric oxide  
Orthopenanthroline photometric method  
extracted with Methyl-iso-butyl ketone



YS/T 629.2-2007

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-17869

定价: 10.00 元

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

$m_0$ ——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);  
 $V_0$ ——试液的总体积,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次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差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )情况不超过5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内差法求得:

三氧化二铁含量/%	0.001 1	0.002 7	0.007 4
重复性限 $r$ /%	0.000 2	0.000 4	0.000 6

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

三氧化二铁质量分数/%	允许差/%
0.000 5~0.001 5	0.000 3
>0.001 5~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.012	0.001 0

## 9 质量保证和控制

应用标准样品或控制样品,每月至少对本部分的有效性校核一次。当失效时应找出原因,纠正后重新进行校核。

中华人民共和国有色金属  
 行业标准  
 高纯氧化铝化学分析方法  
 三氧化二铁含量的测定  
 甲基异丁酮萃取邻二氮杂菲光度法  
 YS/T 629.2—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 8 千字

2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

\*

书号:155066·2-17869 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

## 5 试样

- 5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。  
5.2 试样预先在 300℃±10℃ 烘干 2 h, 置于干燥器(4.3)中, 冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.500 0 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 将试料(6.1)置于微波消解仪聚四氟乙烯反应罐(4.1)中, 加入 10.0 mL 硫酸溶液(3.3), 混匀, 盖好聚四氟乙烯罐盖, 置于微波消解仪(4.1)中, 设置消解程序进行试料的分解。程序结束后, 关闭仪器, 冷却至室温。

6.4.2 按照表 1 将试液移入分液漏斗(4.5)中(三氧化二铁质量分数在 0.002 0%~0.012% 时, 将试液移入 100 mL 容量瓶中, 定容, 分取 20.00 mL 试液), 加入 16 mL 盐酸(3.3), 用水稀释至 40 mL, 摇匀。

表 1

三氧化二铁质量分数/%	试料质量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 5~0.002 0	0.500 0	全部	—
>0.002 0~0.012	0.500 0	100	20.00

6.4.3 向分液漏斗中加入 10.00 mL 甲基异丁基酮(3.1), 振荡 1 min。静置分层, 弃去水相。

6.4.4 向分液漏斗中加入 10 mL 混合溶液(3.7), 振荡 1 min, 静置分层, 弃去水相, 保留有机相。

6.4.5 将部分有机相(6.4.4)置于 1 cm 吸收池中, 以甲基异丁基酮(3.1)为参比, 于分光光度计(4.6) 520 nm 处, 测其吸光度。

6.4.6 将所测得试料溶液的吸光度, 减去随同试剂空白溶液的吸光度后, 在工作曲线上查出相当的三氧化二铁量。

### 6.5 工作曲线的绘制

移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL 三氧化二铁标准溶液(3.9)置于一组分液漏斗(4.5)中, 加入 17 mL 盐酸(3.3), 用水稀释至 40 mL。以下按 6.4.3~6.4.5 进行。将测得系列标准溶液的吸光度, 减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度, 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 测定结果的计算

按公式(1)计算三氧化二铁的质量分数:

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——三氧化二铁的质量分数, %;

$m_1$ ——自工作曲线上查得的三氧化二铁质量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_2$ ——自工作曲线上查得的空白试验的三氧化二铁质量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ );

## 前 言

YS/T 629《高纯氧化铝化学分析方法》共分为 5 个部分:

——YS/T 629.1《二氧化硅含量的测定 正戊醇萃取钼蓝光度法》;

——YS/T 629.2《三氧化二铁含量的测定 甲基异丁基酮萃取邻二氮杂菲光度法》;

——YS/T 629.3《氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》;

——YS/T 629.4《氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法》;

——YS/T 629.5《氧化钙、氧化镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

本部分为第 2 部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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郑州研究院起草。

本部分由中国铝业股份有限公司山东分公司、中国铝业股份有限公司广西分公司参加起草。

本部分主要起草人: 石磊、李跃平、马文民、李瑾。

本部分主要验证人: 赵莎莉、田蕊、韦锋。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。