

ICS 71.100.10  
H 21

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.7—2006

YS/T 581.7—2006

### 氟化铝化学分析方法 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

Determination of chemical contents  
and physical properties of aluminium fluoride  
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  
氟化铝化学分析方法  
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 581.7—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

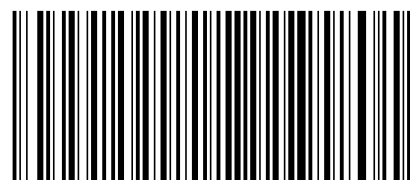
网址 [www.bzcb.com](http://www.bzcb.com)  
电话:68523946 68517548

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7月第一版 2006年7月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-16986 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 581.7-2006

2006-03-07 发布

2006-08-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

- 4.3 高温炉:能控制温度在  $750^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.4 高温炉:能控制温度在  $700^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.5 pH 计。

## 5 试样

应符合 YS/T 581.11 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 碳酸钠-硼酸熔融: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,加入试料(6.1),小心地用铂勺混匀。盖上铂盖,放入  $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  的高温炉(4.2)中,小心地用支架将铂皿与炉底面隔开,以免沾污。保持反应平稳(约 30 min)。然后将铂皿移入到  $750^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  的高温炉(3.3)中,小心地用支架将铂皿与炉底面隔开,熔融 30 min(空白试验则熔融 5 min)。取出铂皿,于空气中冷却。向铂皿中加入 40 mL~50 mL 热水并慢加热使熔块溶解。稍冷后,将试液移入盛有 20 mL 硝酸(3.4)的 250 mL 烧杯中,用 18 mL 硝酸(3.4)溶解粘在铂皿壁上的残渣,用热水洗涤铂皿及铂皿盖,洗液合并于烧杯中。在近沸温度下加热数分钟至盐类全部溶解,稍冷,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,冷却,稀释至刻度,混匀。

6.4.1.2 焦硫酸钾熔融: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。盖上铂皿盖,放入能控制  $700^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$  高温炉(4.4)中,小心地用支架将皿与炉底面隔开,以免玷污。在此温度熔融 30 min(空白试验则熔融 10 min)。将铂皿取出于空气中冷却,向铂皿内加入 10 mL 水和 10 mL 盐酸(3.5),将溶液加热至微沸,直到完全溶解,用热水洗涤皿盖及皿壁,洗液合并于铂皿中。稍冷后,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),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
0.010~0.100	1.000	50.00
>0.100~0.250	1.000	25.00

6.4.3 用水稀释至 50 mL,加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(3.6),放置 2 min~3 min,加入 5 mL 邻二氮杂菲溶液(3.7),25 mL 缓冲溶液(3.8),混匀。用试纸(3.13)或 pH 计(4.5)测量溶液的 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 之间。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。减去空白试验溶液吸光度后,从工作曲线上查出相应的三氧化二铁的量。

### 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 铁标准溶液(3.12),置于一组 100 mL 容量瓶中,以下操作按 6.4.3 进行。

## 前 言

YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 15 部分:

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分 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 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量
- 第 11 部分 试样的制备和贮存
- 第 12 部分 粒度分布的测定 筛分法
- 第 13 部分 安息角的测定
- 第 14 部分 松装密度的测定
- 第 15 部分 游离氧化铝含量的测定

本部分为第 7 部分。

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:张颖、张莉莉、司春香。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。