

ICS 71.060.50
H 21

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 535.4—2009
代替 YS/T 535.4—2006

YS/T 535.4—2009

氟化钠化学分析方法 第 4 部分：铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of sodium fluoride—
Part 4: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline spectrophotometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
氟化钠化学分析方法
第 4 部分：铁含量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
YS/T 535.4—2009

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

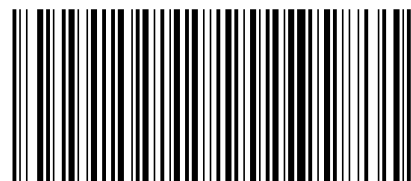
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号：155066·2-20370 定价 14.00 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 535.4—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

4.12 试纸:pH范围3.5~4.2,间隔0.2单位。

5 仪器和设备

5.1 铂皿:直径80 mm,高35 mm,配有铂盖。

5.2 电炉:能控制 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 电炉:能控制 $750\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 pH计:配有玻璃电极。

5.5 分光光度计。

6 试样

试样应符合YS/T 535.10—2009中4.2的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取1 g干燥试样(6),精确至 $\pm 0.0001\text{ g}$,记为 m_0 。

7.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取12 g无水碳酸钠(4.1)和4 g硼酸(4.2)置于铂皿(5.1)中,加入试料(7.1),用铂勺充分混匀,盖上铂盖,放入 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电炉(5.2)中,用支架将铂皿与炉底小心隔开,以防沾污。保持温度直到反应稳定为止(约须30 min)。然后将铂皿移入能控制 $750\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电炉(5.3)中,如前小心用支架将铂皿与炉底隔开,熔融30 min(空白5 min)。从电炉中取出铂皿,在空气中冷却,加入40 mL~50 mL沸水,并慢慢加热至全部溶解。稍冷后,将试液移入盛有20 mL硝酸(4.3)的250 mL烧杯中。用18 mL硝酸溶液(4.3)溶解沾在壁上的残渣物(主要是三氧化二铁),然后用热水仔细冲洗皿及皿盖,将洗液合并到该烧杯中,将溶液微微煮沸数分钟,以确保溶解完全,稍冷却,将溶液移入250 mL容量瓶中,冷却后,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 按表1分取试液(7.4.1)置于100 mL容量瓶中。

表 1

| 铁含量/% | 试样量/g | 分取试液量/mL |
|--------------|-------|----------|
| 0.020~0.100 | 1.000 | 50.0 |
| >0.100~0.250 | 1.000 | 25.0 |
| >0.250~0.600 | 1.000 | 10.0 |

7.4.3 用水稀释至50 mL,加5 mL盐酸羟胺溶液(4.5)、5 mL邻二氮杂菲溶液(4.6)和25 mL缓冲溶液(4.7),混匀。用试纸(4.12)或pH计(5.4)检查pH值,并用乙酸钠(4.8)或乙酸溶液(4.9)调整pH值至3.5~4.2,用水稀释至刻度,混匀。室温下放置15 min。

7.4.4 将部分溶液(7.4.3)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。减去随同试样的空白吸光度后,从工作曲线上查出相应的三氧化二铁含量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取0.00 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(4.11)置于一组100 mL容量瓶中,以下操作按分析步骤7.4.3进行。

前 言

YS/T 535《氟化钠化学分析方法》共分为10个部分:

- 第1部分:湿存水含量的测定 重量法;
- 第2部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍滴定容量法;
- 第3部分:硅含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第4部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第5部分:可溶性硫酸盐含量的测定 浊度法;
- 第6部分:碳酸盐含量的测定 重量法;
- 第7部分:酸度的测定 中和法;
- 第8部分:水不溶物含量的测定 重量法;
- 第9部分:氯含量的测定 浊度法;
- 第10部分:试样的制备和贮存。

本部分为第4部分。

本部分代替YS/T 535.4—2006(原GB/T 8158.4—1987)。

本部分是对YS/T 535.4—2006《氟化钠化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》的修订,与YS/T 535.4—2006相比,增加了精密度和质量保证与控制等内容。

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:刘淑兰、杨丽梅、张并立。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 535.4—2006(原GB/T 8158.4—1987)。