

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 2 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 2: Determination of ferric oxide content—
EDTA titrimetry and sulfosalicylic acid spectrophotometry

中华人民共和国有色金属
行业标准
铍精矿、绿柱石化学分析方法
第 2 部分：三氧化二铁量的测定
EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法
YS/T 254.2—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 0.75 字数 11 千字
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23608 定价 16.00 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)68510107



YS/T 254.2-2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为七个部分：

- 第 1 部分：氧化铍量的测定 磷酸盐重量法；
- 第 2 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法；
- 第 4 部分：氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 254.2—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 EDTA 络合滴定法测定三氧化二铁量》(原 GB/T 5870.2—1986)。

本部分与 YS/T 254.2—1994 相比主要变化如下：

- 增加了方法二：磺基水杨酸分光光度法；
- 增加了重复性条款；
- 对文本格式进行了重新编辑，增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆有色金属研究所、新疆阿拉山口出入境检验检疫局、湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分主要起草人：关玉珍、杜颂东、吕晓华、牟锬、谢奕斌、李青春、刘辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5870.2—1986、YS/T 254.2—1994。

剂盖上坩埚盖,置于高温炉中逐渐升高温度至 850 ℃,熔融至透明,再继续 2 min,取出,冷却。

3.5.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁,置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,从杯嘴加入 30 mL~40 mL 热水、15 mL 盐酸(3.2.2),待剧烈反应后,用热水洗出坩埚,加入 0.1 g 过硫酸铵(3.2.1),加热至微沸并保持 3 min。冷至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置。

3.5.4.3 移取 10.00 mL 上层清液(3.5.4.2),置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 磺基水杨酸溶液(3.2.8),滴加氨水(3.2.5)至溶液颜色由紫色变黄色,再过量 4 mL,冷却后,用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

3.5.4.4 将部分溶液(3.5.4.3)移入 2 cm 比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的三氧化二铁量。

3.5.5 工作曲线的绘制

3.5.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 三氧化二铁标准溶液(3.2.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按 3.5.4.3 款步骤进行。

3.5.5.2 将部分溶液(3.5.5.1)移入 2 cm 比色皿中,以随同试剂空白为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。以三氧化二铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

3.6 分析结果的计算

三氧化二铁含量以三氧化二铁的质量分数 $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$ 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{m_2 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m_1 \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——自工作曲线查得的三氧化二铁量,单位为微克(μg);

m_1 ——试料的质量,单位为克(g);

V_3 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

分析结果表示到小数点后两位。

4 精密度

4.1 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,这两次结果的绝对差值不超过重复性(r),超过重复性(r)情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

$w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} / \%$	0.76	0.82	1.36	3.29	5.13
$r / \%$	0.021	0.034	0.046	0.071	0.085

4.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 2 部分:三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法

1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于铍精矿、绿柱石中三氧化二铁的测定。方法一的测定范围为 $>3.00\% \sim 10.00\%$;方法二的测定范围为 $0.50\% \sim 3.00\%$ 。

2 方法一 EDTA 滴定法

2.1 方法提要

试料用碱性混合熔剂熔融,用水浸取,盐酸酸化。在 pH 值为 1.2~1.5 的酸性溶液中,以磺基水杨酸为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,测定三氧化二铁量。

2.2 试剂

2.2.1 过硫酸铵。

2.2.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

2.2.3 混合熔剂:将无水碳酸钾、无水碳酸钠、四硼酸钠按 1:2:1 的比例配制,混匀。

2.2.4 盐酸溶液(1+5)。

2.2.5 氨水(1+1),优级纯。

2.2.6 磺基水杨酸溶液(200 g/L)。

2.2.7 三氧化二铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 预先在 105 ℃~110 ℃烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的三氧化二铁 [$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%$],置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(2.2.2),盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 相当于 1 000 μg 三氧化二铁。

2.2.8 三氧化二铁标准溶液:移取 100.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液(2.2.7),置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 200 μg 三氧化二铁。

2.2.9 乙二胺四乙酸二钠标准溶液

2.2.9.1 配制

称取 1.87 g 乙二胺四乙酸二钠,置于 250 mL 烧杯中,加水 200 mL,加热溶解,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.9.2 标定

移取三份 10.00 mL 三氧化二铁标准溶液(2.2.8),置于三个 250 mL 锥形瓶中,加入 0.1 g 过硫酸铵(2.2.1),加热至微沸并保持 3 min,取下稍冷,加入 8 滴磺基水杨酸溶液(2.2.6),用氨水(2.2.5)中和至紫色消失并出现棕红色,立即以盐酸溶液(2.2.4)中和到紫色刚好出现并过量 2 mL,控制溶液温度为 60 ℃~80 ℃,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液(2.2.9)慢速滴定至紫色消失即为终点。

按式(1)计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液的滴定度 T :