

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.5—2008
代替 YS/T 509.5—2006、YS/T 509.6—2006

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 三氧化二铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法、 EDTA 络合滴定法

Methods for chemical analysis of spodumene and lepidolite concentrates—
Determination of ferric oxide content—
O-phenanthroline photometric
method and EDTA compleximetric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锂、氧化钠和氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：氧化铷和氧化铯量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 5 部分：三氧化二铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法、EDTA 络合滴定法；
- 第 6 部分：五氧化二磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：氧化铍量的测定 铬天青 S-CTMAB 分光光度法；
- 第 8 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：一氧化锰量的测定 过硫酸盐氧化分光光度法；
- 第 11 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为第 5 部分。

本部分代替 YS/T 509.5—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 EDTA 容量法测定三氧化二铁量》(原 GB/T 3885.5—1983)；代替 YS/T 509.6—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁量》(原 GB/T 3885.6—1983)。

本部分与 YS/T 509.5—2006、YS/T 509.6—2006 相比主要有如下变动：

- 将 EDTA 标准溶液、三氧化二铁的滴定度(T)改为物质的量浓度；
- 对文本格式进行了重新编辑；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由新疆锂盐厂负责起草。

本部分由宜春钽铌矿、新疆有色金属研究所参加起草。

本部分主要起草人：夏淑芬、吕明辉、孙涛、吴国才。

本部分主要验证人：江小鹏、关玉珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3885.5—1983、YS/T 509.5—2006；GB/T 3885.6—1983、YS/T 509.6—2006。

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法

三氧化二铁量的测定

邻二氮杂菲分光光度法、 EDTA 络合滴定法

方法 1: 邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了锂辉石、锂云母精矿中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于锂辉石、锂云母精矿中三氧化二铁含量的测定。测定范围:0.10%~1.00%。

2 方法提要

试样用氢氧化钾熔融,用水浸出,盐酸酸化,以抗坏血酸将三价铁还原为二价铁,在 pH3~pH6 时二价铁与邻二氮杂菲形成橙红色络合物,于分光光度计波长 506 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 3.1 氢氧化钾。
- 3.2 无水乙醇。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 盐酸(1+7)。
- 3.5 氢氧化铵(1+1)。
- 3.6 邻二氮杂菲乙醇溶液(2 g/L)。
- 3.7 抗坏血酸溶液(25 g/L):用时配制。
- 3.8 缓冲溶液(pH3.5):称取 16 g 无水乙酸钠,用水溶解,加入 170 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.9 三氧化二铁标准贮存溶液:称取 0.100 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(99.9%以上),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.3),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 含 0.1 mg 三氧化二铁。
- 3.10 三氧化二铁标准溶液:移取 100.00 mL 三氧化二铁标准贮存液(3.9),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 三氧化二铁。
- 3.11 对硝基酚乙醇溶液(2 g/L)。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

- 5.1 锂辉石精矿应通过 0.074 mm 的筛网,锂云母精矿应通过 0.105 mm 的筛网。
- 5.2 试样预先在 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中冷至室温。