

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

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

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
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年7月第一版

*

书号:155066·2-17869

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

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。

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

1 范围

本部分规定了高纯氧化铝中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铝中三氧化二铁含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.012%。

2 方法原理

试料置于微波消解仪中用硫酸分解。在盐酸介质中,用甲基异丁基酮萃取铁的络合物,加入硫氰酸钾—邻二氮杂菲与 Fe(Ⅲ)生成红色三元络合物,于分光光度计波长 520 nm 处,测量其吸光度,从而测定三氧化二铁含量。

3 试剂

3.1 甲基异丁基酮,分析纯。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL):高纯。

3.3 硫酸溶液(1+2):优级纯。

3.4 盐酸溶液(1+1)。

3.5 盐酸(1+20)。

3.6 硫氰酸钾溶液(500 g/L):优级纯。

3.7 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L):分析纯。

3.8 混合溶液:将 10 mL 硫氰酸钾溶液(3.6),10 mL 邻二氮杂菲溶液(3.7)与 80 mL 水混合,用时现配。

3.9 三氧化二铁标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 三氧化二铁[$\geq 99.99\%$,预先于高温炉(4.2)600℃灼烧 2 h,并于干燥器(4.3)中冷却至室温],置于 250 mL 烧杯中,沿杯壁慢慢加入 20 mL 盐酸(3.2),盖上表皿,微热使全部溶解,冷却至室温,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 三氧化二铁。

3.10 三氧化二铁标准溶液:移取 10.00 mL 三氧化二铁标准贮存液(3.10)于 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 三氧化二铁。

3.11 分析用水为二次去离子水再经石英亚沸蒸馏器蒸馏。

4 仪器

4.1 微波消解仪,附聚四氟乙烯反应罐。

4.2 高温炉:1 000℃ \pm 20℃。

4.3 干燥器:用活性氧化铝作干燥剂。

4.4 烘箱:300℃ \pm 10℃。

4.5 分液漏斗:60 mL。

4.6 分光光度计。