



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.7—2006
代替 YS/T 273.7—1994

冰晶石化学分析方法 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

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 7: Determination of iron content by orthophenantholine photometric method

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量；
- 第 2 部分 灼烧减量的测定；
- 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 重量法测定游离氧化铝含量；
- 第 11 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量；
- 第 12 部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 13 部分 试样的制备和贮存。

本部分为第 7 部分。

本部分是对 YS/T 273.7—1994 的修订，除进行编辑整理外，增加了精密度和质量保证与控制两章，其他内容基本没有变化。

本部分代替 YS/T 273.7—1994。

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：张莉莉、孙宇飞、吴玉春、张颖、计春雷。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

- YS/T 273.7—1994。

冰晶石化学分析方法 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

1 范围

本部分规定了冰晶石中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于冰晶石中三氧化二铁的测定。测定范围(质量分数)： $\leq 0.25\%$ (以 Fe_2O_3 表示)。

2 方法提要

试料用碱性熔剂或酸性熔剂熔融后，以盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原，在乙酸盐缓冲介质中(pH 3.5～4.2)铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成有色络合物，在波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠(优级纯)。

3.2 硼酸(优级纯)。

3.3 焦硫酸钾：碎块。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

3.7 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。

3.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 4.9)。

称取 272 g 三水合乙酸钠溶解于 500 mL 水中，加入 240 mL 冰乙酸(约 17.4 mL/L)，用水稀释至 1 L，混匀。

3.9 乙酸钠溶液(500 g/L)。

3.10 乙酸溶液(1+19)。

3.11 铁标准贮存溶液

3.11.1 称取 0.982 g 六水合硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 100 mL 烧杯中，加水溶解后，加入 20 mL 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.11.2 称取 0.200 g 预先在 600℃灼烧并在干燥器中冷却的三氧化二铁(纯度 99.90%以上)，置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)，缓慢加热至完全溶解，冷却，移入 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准贮存溶液 1 mL 含 0.200 mg 三氧化二铁。

注：3.11.1 或 3.11.2 两种方法可任选一种。

3.12 铁标准溶液

移取 50.0 mL 标准贮存溶液(3.11)，置于 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 三氧化二铁。使用时配制。

3.13 pH 试纸：pH 3.5～pH 4.2，精度 0.2。

4 仪器

4.1 铂皿：直径 80 mm，高 35 mm，配有皿盖。