



中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.7—2008

氟化锂化学分析方法 第7部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of lithium fluoride—
Part 7: Determination of iron content—
Orthophenantholine photometric method

2008-12-29 发布

2009-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为 GB/T 22660 的第 7 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人：施秀华、薛旭金、师玉萍、许随军、范连生、王慧、朱亮、黎志坚、赵宝富、连明霞。

MACY INSTRUMENT

专业光度计系列生产厂家

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

www.docin.com

氟化锂化学分析方法

第7部分：三氧化二铁含量的测定

邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 22660 的本部分规定了氟化锂中三氧化二铁含量的测定方法。
本部分适用于氟化锂中三氧化二铁含量的测定。测定范围： $\leq 0.20\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22660 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 22660.1—2008 氟化锂化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存。

3 方法提要

试料用碳酸钠和硼酸混合溶剂熔融，酸化后以盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原，在乙酸盐缓冲介质中(pH 3.5~pH 4.2)，铁(Ⅱ)与邻二氮杂菲形成有色络合物，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 无水碳酸钠：AR。
- 4.2 硼酸：AR。
- 4.3 盐酸(1+1)。
- 4.4 硝酸(1+1)。
- 4.5 盐酸羟胺(10 g/L)。
- 4.6 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。
- 4.7 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 mol/L)。
- 4.8 乙酸钠溶液(500 g/L)。
- 4.9 乙酸溶液(1+19)。
- 4.10 三氧化二铁标准贮存溶液：1 mL 含 0.200 mg 三氧化二铁，下面有两种方法可任选一种。
 - 4.10.1 称取 0.982 g 六水合硫酸亚铁胺 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 100 mL 烧杯中，加水溶解后，加入 20 mL 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)，移入 1 L 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。
 - 4.10.2 称取 0.200 g 预先在 600 °C 灼烧并在干燥器中冷却的三氧化二铁 $[w(\text{Fe}_2\text{O}_3) > 99.90\%]$ 以上，置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)，慢慢加热至完全溶解，冷却，移入 1 L 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。
- 4.11 三氧化二铁标准溶液：

移取 50.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液(4.10)，置于 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此

溶液 1 mL 含三氧化二铁 10 μg 。使用时配制。

4.12 pH 试纸 pH 范围 3.5~4.2, 间隔 0.2 单位。

5 仪器及设备

5.1 铂皿及铂盖: 直径 70 mm, 高 35 mm。

5.2 高温炉: 能控制温度在 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 高温炉: 能控制温度在 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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 GB/T 22660.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 1.0 g 试样(6), 精确至 0.000 1 g, 记为 m_0 。

7.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料(7.1)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), 精确至 0.000 1 g, 置于铂皿(5.1)中, 加入试料(7.1), 小心混匀, 盖上皿盖, 随同试料做空白试验。

7.4.2 将其放入 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉(5.2)中, 用支架将铂皿与炉底面隔开。直到反应平稳(约 30 min), 然后将铂皿移入到 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉(5.3)中, 用同样方法将皿与炉底面隔开。熔融 30 min(空白试验熔融 5 min~10 min), 取出铂皿, 于空气中冷却。

7.4.3 向皿中加入热水并慢加热使熔块溶解后, 将试液移入盛有 20 mL 硝酸(4.4)的 250 mL 塑料杯中, 用 18 mL 硝酸(4.4)溶解粘在皿壁上的残渣, 用热水洗涤皿及皿盖, 在近沸温度下加热数分钟至盐类全部溶解, 稍冷, 将溶液移入 250 mL 容量瓶中, 冷却, 稀释至刻度, 混匀, 立即将溶液移入到塑料容器中。

7.4.4 分取上述试液 25 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至 50 mL 左右, 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(4.5), 放置 2 min~3 min, 加入 5 mL 邻二氮杂菲溶液(4.6), 25 mL 缓冲溶液, 混匀。用试纸或 pH 计(5.4)测量溶液的 pH 值, 并用乙酸钠溶液(4.8)或乙酸溶液(4.9)调整 pH 至 3.5~4.2 之间。用水稀释至刻度, 混匀。放置 10 min。

7.4.5 然后将此部分溶液移入 3 cm 吸收池中, 以水为参比, 与分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 将所测吸光度减去随同试料的空白吸光度后, 从工作曲线上查出相应的三氧化二铁的含量, 记为 m_1 。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 该标准溶液(4.11), 分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 以下操作按 7.4.4 进行。

7.5.2 将此溶液移入 3 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, 减去试剂空白溶液吸光度后, 以三氧化二铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按公式(1)计算三氧化二铁的质量分数(%):

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的三氧化二铁的质量,单位为克(g);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得。

三氧化二铁的质量分数/%:	0.004	0.006	0.009
重复性限 r /%:	0.001	0.001	0.002

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1

三氧化二铁的质量分数/%	允许差/%
≤ 0.20	0.01

10 质量保证与控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT

专业光度计系列生产厂家

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国
国家标准

氟化锂化学分析方法
第7部分：三氧化二铁含量的测定
邻二氮杂菲分光光度法

GB/T 22660.7—2008

*

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 7 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*

书号：155066·1-35916 定价 10.00 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



GB/T 22660.7-2008