



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.7—2008

氟化镁化学分析方法

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 of magnesium fluoride—

Part 7: Determination of iron content—

Orthophenantholine photometric method

2008-06-09 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分：

- 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 EDTA 容量法；
- 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。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位：多氟多化工股份有限公司、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人：黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。

氟化镁化学分析方法

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

本部分规定了氟化镁中三氧化二铁量的测定方法。

本部分适用于氟化镁中三氧化二铁的测定。测定范围： $\leq 1.20\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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，其最新版本适应于本部分。

GB/T 21994.1—2008 氟化镁化学分析方法 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。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硼酸。

4.3 盐酸(3 mol/L)。

4.4 邻二氮杂菲(2.5 g/L)-盐酸羟胺(10 g/L)混合溶液。

4.5 乙酸铵溶液(200 g/L)。

4.6 三氧化二铁标准贮存溶液(下面两种方法可任选一种)

4.6.1 称取 2.455 g 六水合硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (分析纯)，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解后，加入 50 mL 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准贮存溶液 1 mL 含 0.500 mg 三氧化二铁。

4.6.2 称取 0.500 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 200 mL 烧杯中，加 25 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)，缓慢加热至完全溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准贮存溶液 1 mL 含 0.500 mg 三氧化二铁。

4.7 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(4.6)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准溶液 1 mL 含 0.050 0 mg 三氧化二铁。使用时配制。

4.8 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：直径 80 mm，高 35 mm，配有皿盖。

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

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

5.4 pH计:配有玻璃电极。

6 试样

试样应符合 GB/T 21994.1—2008 中 3.3 的要求。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.25 g 干燥试样(6),精确至 0.000 1 g。

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

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 称取试样(7.1)置于铂皿中,加入 2.5 g 无水碳酸钠(4.1),0.5 g 硼酸(4.2),拌匀,于电炉上烤干水分后,转移到 850℃ 高温炉中熔样 20 min,取出,冷却到室温,加入 30 mL 盐酸,待剧烈反应后,将铂皿放到电炉上加热至溶液清亮,取下,冷却到室温,将溶液洗入 100 mL 容量瓶中,稀至刻度,摇匀。

7.4.2 用移液管吸取 10.00 mL 试液(7.4.1)于另一 100 mL 容量瓶中,加 60 mL 水,加 5 mL 邻二氮杂菲-盐酸羟胺混合溶液(4.4),用乙酸铵溶液(4.5)稀释至刻度,10 min 后,将部分溶液移入 2 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。测得吸光度减去空白值并查对曲线计算结果。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 三氧化二铁标准溶液(4.7),置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按分析步骤 7.4.2 进行。

7.5.2 将部分溶液(7.5.1)移入 2 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。减去试剂空白吸光度后,以三氧化二铁质量量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,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(%):

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

式中:

m_1 ——测得试液吸光度减去空白后从标准曲线上查得的三氧化二铁的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

9 精密度

9.1 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)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(%):	0.33	0.60	1.00
重复性限 r (%):	0.039	0.067	0.070

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 1 所列允许差:

表 1

三氧化二铁的质量分数/%	允许差/%
≤ 0.20	0.05
$> 0.20 \sim \leq 0.50$	0.08
$> 0.50 \sim \leq 1.20$	0.15

10 质量保证与控制

应用标准样品,至少半年校核一次本部分的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。



中华人民共和国
国家标准
氟化镁化学分析方法
第7部分：三氧化二铁含量的测定
邻二氮杂菲分光光度法
HTTP://www.macylab.com TEL: 010-68517548

GB/T 21994.7—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

*

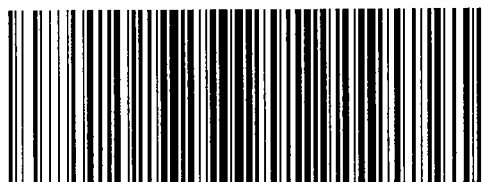
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32568 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 21994.7-2008