**YS**

ICS 71.100.10

CCS H30

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T

 林郭勒市52432.004

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.7-202X

代替YS/T 273.7-2006

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

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 and physical properties of cryolite—

Part 7：Determination of iron content —

Orthophenantholine photometric method

（送审稿）

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》的第7部分。YS/T 273已经发布了以下部分：

——第1部分：湿存水含量的测定 重量法；

——第2部分：烧减量的测定；

——第3部分：氟含量的测定；

——第4部分：铝含量的测定 EDTA滴定法；

——第5部分：火焰原子吸收光谱法测定钠含量；

——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；

——第9部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第10部分：重量法测定游离氧化铝含量；

——第11部分：元素含量的测定 X射线荧光光谱法；

——第12部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第13部分：试样的制备和贮存；

——第16部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第17部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

1. 本文件代替YS/T 273.7-2006《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》，与YS/T 273.7-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)更改了测定范围（见第1章，2006年版的第1章）；

b)修改了部分试剂及试剂配制方法（见第5章，2006年版的第3章）；

c)更改了熔剂用量、熔融温度和时间、调节pH值方法（见8.4，2006年版的6.4）

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、多氟多新材料有限责任公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、中铝中州铝业有限公司、贵州兴仁登高新材料有限公司、内蒙古锦联铝材有限公司、山东南山铝业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1987年首次发布为GB/T 8154.7-1987《天然和人造冰晶石化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》；

——1994年第一次修订为YS/T 273.7-1994《天然和人造冰晶石化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》；

——2006年第二次修订为YS/T 273.7-2006《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》；

——本次为第三次修订。

引 言

冰晶石是铝电解生产中的主要原材料。在铝工业标准体系中，冰晶石检测方法系列标准是非常重要的部分，在保证冰晶石质量方面发挥着重要作用。该系列方法标准服务于冰晶石生产、贸易结算、分析比对、电解铝生产等领域，为我国冰晶石产业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准包含了湿存水、氟、铝、钠、二氧化硅、三氧化二铁等指标的测定。

YS/T 273.7规定了冰晶石中三氧化二铁含量的测定方法。三氧化二铁含量是冰晶石产品质量的一项重要指标，准确测定冰晶石中三氧化二铁含量对冰晶石产品质量具有重要意义。本次修订扩大了测定范围，满足了日常分析检测和贸易等的需要。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

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

 本文件规定了冰晶石中三氧化二铁含量的测定方法。

 本文件适用于冰晶石中三氧化二铁含量的测定。测定范围：0.0050%～0.50%。

2 规范性引用文件

下列文件的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

 本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用Na2CO3-H3BO3或焦硫酸钾熔融，热水浸取，酸化后用盐酸羟胺将Fe3+还原为Fe2+，在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中（pH3.5～4.2）Fe2+与邻二氮杂菲形成红色络合物，在分光光度计波长510nm处测量其吸光度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 无水碳酸钠。

5.2 硼酸。

5.3 焦硫酸钾。

5.4 硫酸（ρ=1.84 g/mL）。

5.5 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.6 冰乙酸（ρ= 1.05 g/mL）。

5.7 硫酸（1+1）。

5.8 盐酸（1+1）。

5.9 盐酸羟胺溶液（10 g/L）。

5.10 邻二氮杂菲溶液（2.5 g/L）。

5.11 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（5.6），用水稀释至1 L，混匀。

5.12 三氧化二铁标准贮存溶液（0.20 mg/mL），下面有两种方法可任选用一种。

——称取0.9820 g六水合硫酸亚铁铵[Fe(NH4)2· 6H2O] ，置于100 mL烧杯中，加少量水溶解，再加入20 mL硫酸（5.4），移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

­——称取0.2000 g预先在600 ℃灼烧并在干燥器中冷却的三氧化二铁（基准试剂），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.5），加适量水，慢慢加热至完全溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.13 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（5.12）于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.010 mg三氧化二铁（用时现配）。

6 仪器设备

6.1 分光光度计。

6.2 高温炉：能控制温度在850 ℃±20℃。

6.3 铂坩埚：50 mL，带铂盖。

7 样品

 样品研磨混匀后通过75μm筛，在110 ℃±5 ℃干燥2 h，于干燥器中冷却至室温，备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.50 g样品（7），精确至0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 试验溶液的制备，采用下面其中的一种

——碱熔融：将试料（8.1）置于铂坩埚（6.3）中，加入6 g无水碳酸钠（5.1）和2 g硼酸（5.2），小心地用铂勺混匀，盖上铂盖。将铂皿置于850 ℃±20 ℃的高温炉（6.2）中熔融30 min（空白熔5 min），取出，冷却至室温。向铂坩埚中加入热水并加热至熔块完全溶解，将试液移入盛有10 mL硫酸（5.7）的300 mL聚四氟乙烯烧杯中，用6 mL硫酸（5.7）溶解粘在坩埚壁上的残渣，用热水洗涤铂坩埚及坩埚盖，洗液合并于烧杯中，加热使盐类全部溶解，冷却至室温。将试液移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

酸熔融

——酸熔融：将试料（8.1）置于铂坩埚（6.3）中，加入10 g焦硫酸钾（5.3），小心地用铂勺混匀，盖上铂盖。将铂坩埚置于850 ℃±20 ℃的高温炉（6.2）中熔融30 min（空白熔5 min），取出，冷却至室温。向铂坩埚中加入热水和10 mL盐酸（5.8），加热至熔块完全溶解，将试液移入250 mL容量瓶中，用热水洗涤铂坩埚及坩埚盖，洗液合并于容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2按表1分取试液，置于100 mL容量瓶中。

表1 分取试液体积

|  |  |
| --- | --- |
| 三氧化二铁的质量分数% | 分取试液量mL |
| ＞0.0050～0.10 | 50.00 |
| ＞0.10～0.25 | 20.00 |
| ＞0.25～0.50 | 10.00 |

8.4.3 用水将体积稀释至50 mL，加入5 mL盐酸羟胺溶液（5.9）、5 mL邻二氮杂菲溶液（5.10）和25 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（5.11），用水稀释至刻度，混匀，放置15 min。

8.4.4 将部分溶液（8.4.3）移入1 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。减去空白吸光度后，从工作曲线上查出相应的三氧化二铁量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、0.50ml、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL三氧化二铁标准溶液（5.13），置于一组100 mL容量瓶中，以下按分析步骤8.4.3进行。

8.5.2 将部分溶液（8.5.1）移入1cm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，以三氧化二铁质量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

三氧化二铁含量以三氧化二铁质量分数*wFe2O3*计，按公式（1）计算：

*wFe2O3*…………………………………（1）

 式中：

*m1*——从工作曲线上查得的三氧化二铁质量，单位为毫克（mg）；

 *V0*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

 *m0*——试料的质量，单位为克（g）；

 *V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

10 精密度

10.1 重复性限

 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：

表2 重复性限(*r*)

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*% | 0.0090 | 0.027 | 0.090 | 0.37 |
| *r*% | 0.0015 | 0.002 | 0.010 | 0.02 |

10.2再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限*R*，超过再现性限R的情况不超过5%。再现性限*R*按以下数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限(*R*)

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *wFe2O3*% | 0.0090 | 0.027 | 0.090 | 0.37 |
| *R*% | 0.0020 | 0.003 | 0.015 | 0.03 |

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。