

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.7-202X
代替YS/T 581.7-2006

氟化铝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

Determination of chemical content and physical properties of aluminum
fluoride Part 7: Determination of iron content
orthophenanthroline spectrophotometric 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 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》的第7部分。YS/T 581 已经发布了以下部分：

- 第1部分：湿存水和灼减量的测定 重量法；
- 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：钠含量的测定 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；
- 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：元素含量的测定 X 射线荧光光谱法；
- 第11部分：试样的制备和贮存；
- 第12部分：粒度分布的测定 筛分法；
- 第13部分：安息角的测定；
- 第14部分：松装密度的测定；
- 第15部分：游离氧化铝含量的测定；
- 第17部分：流动时间的测定；
- 第19部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本文件代替 YS/T 581.7-2006《氟化铝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 581.7-2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了缓冲溶液的配制（见 5.8，2006 年版的 3.8）；
- b) 删除了乙酸钠溶液（500g/L）（见 2006 年版的 3.9）；
- c) 删除了乙酸溶液（1+19）（见 2006 年版的 3.10）；
- d) 删除了六水合硫酸亚铁铵配制三氧化二铁标准贮存溶液的方法（见 2006 年版的 3.11.1）；
- e) 更改了三氧化二铁标准溶液的浓度（见 5.10，2006 年版的 3.12）；
- f) 删除了 PH 试纸（见 2006 年版的 3.13）；
- g) 增加了铂坩埚（见 6.1）；
- h) 删除了 PH 计（见 2006 年版的 4.5）；
- i) 更改了样品称量质量（见 8.1，2006 年版的 6.1）；
- j) 更改了熔剂称量质量和熔融温度（见 8.4.1，2006 年版的 6.4.1.1）；
- k) 删除了表 1（见 2006 年版的 6.4.2）；
- l) 更改了工作曲线的绘制（见 8.5，2006 年版的 6.5）。

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：中铝检测科技（郑州）有限公司、多氟多新材料股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、中铝山西新材料有限公司、贵州省分析测试研究院。

本文件主要起草人：

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 8156.7-1987《工业用氟化铝化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁量》，2006 年第一次修订为 YS/T 581.9-2006；

——本次为第二次修订。

引言

氟化铝是电解铝生产重要的添加剂，在铝工业领域标准体系中，YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》系列标准是其中非常重要的部分，在保证氟化铝产品质量方面发挥着重要作用，该系列方法标准服务于氟化铝和电解铝的生产、贸易结算等，为我国铝工业高质量发展提供技术支撑。

YS/T 581 系列标准包括氟化铝产品中湿存水、灼减量、氟、铝、钠、二氧化硅、三氧化二铁、硫酸根、五氧化二磷、硫、游离氧化铝等成分含量的测定方法，以及粒度分布、安息角、松装密度、流动性等指标的测定方法，按照检测对象拟分为 19 个部分。

- 第 1 部分：湿存水和灼减量的测定 重量法。目的在于给出采用重量法测定氟化铝中湿存水和灼减量的方法。
- 第 3 部分：氟含量的测定。目的在于给出测定氟化铝中氟含量的方法。
- 第 4 部分：铝含量的测定 EDTA 滴定法。目的在于给出采用 EDTA 滴定法测定氟化铝中铝含量的方法。
- 第 5 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于给出采用火焰原子吸收光谱法测定氟化铝中钠含量的方法。
- 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于给出采用钼蓝光度法测定氟化铝中二氧化硅含量的方法。
- 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法。目的在于给出采用邻二氮杂菲分光光度法测定氟化铝中三氧化二铁含量的方法。
- 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。目的在于给出采用硫酸钡重量法测定氟化铝中三氧化二铁含量的方法。
- 第 9 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于给出采用钼蓝光度法测定氟化铝中五氧化二磷含量的方法。
- 第 10 部分：元素含量的测定 X 射线荧光光谱法。目的在于给出采用 X 射线荧光光谱法测定氟化铝中元素含量的方法。
- 第 11 部分：试样的制备和贮存。目的在于给出试样的制备和贮存的方法。
- 第 12 部分：粒度分布的测定 筛分法。目的在于给出采用筛分法测定氟化铝中粒度分布的方法。
- 第 13 部分：安息角的测定。目的在于给出安息角测定的方法。
- 第 14 部分：松装密度的测定。目的在于给出松装密度测定的方法。
- 第 15 部分：游离氧化铝含量的测定。目的在于给出游离氧化铝测定的方法。
- 第 17 部分：流动时间的测定。目的在于给出流动时间测定的方法。
- 第 19 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于给出采用电感耦合等离子体发射光谱法测定元素含量的方法。

YS/T 581.7 为氟化铝中三氧化二铁含量的测定方法。本次修订减少了样品和熔剂的称量质量，提高了碳酸钠-硼酸熔融方法的熔样温度，优化了工作曲线的配制方法，实现一次分取即可全覆盖测量范围，修订后的标准简化了作业流程，缩短了检测周期，技术路线上更加科学合理，进一步完善了我国氟化铝分析标准体系。

氟化铝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

本文件描述了氟化铝中三氧化二铁含量的测定方法。

本文件适用于氟化铝中三氧化二铁含量的测定。测定范围：0.010%~0.30%。

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

试料用碳酸钠和硼酸或焦硫酸钾熔融，酸化后以盐酸羟胺将铁（III）还原，在乙酸-乙酸钠缓冲介质中，铁（II）与邻二氮杂菲形成红色络合物，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度，根据吸光度数值由工作曲线计算出样品中的三氧化二铁含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确定为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 所规定二级水。

5.1 无水碳酸钠。

5.2 硼酸。

5.3 焦硫酸钾。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 盐酸（1+1）。

5.6 盐酸羟胺（10 g/L）：称取 2 g 盐酸羟胺，溶于水中，用水稀释至 200 mL，混匀。

5.7 邻二氮杂菲溶液（2.5 g/L）：称取 0.5 g 邻菲罗啉溶于 30 mL 无水乙醇中，用水稀释至 200 mL，混匀。用时配制。

5.8 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 80 mL 冰乙酸（ $\rho = 1.05 \text{ g/cm}^3$ ），用水稀释至 1 L，混匀。

5.9 三氧化二铁标准贮存溶液（0.2 mg/mL）：称取 0.2000 g 预先在 600 °C 灼烧并在干燥器中冷却的三氧化二铁（ $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} > 99.99\%$ ），置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸（5.5），微热至完全溶解，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.10 三氧化二铁标准溶液（20 $\mu\text{g/mL}$ ）：移取 20.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液（5.9），置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。也可使用有证标准溶液。

6 仪器设备

6.1 铂皿或铂坩埚：铂皿容积不小于 70 mL，铂坩埚容积为 50 mL。

6.2 高温炉：可控制温度 $850 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.3 高温炉：可控制温度 $700 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.3 聚四氟乙烯烧杯：300 mL。

7 样品

样品研磨混匀后通过 63 μm 标准筛，在 $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温，备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.5 g 试样（7），精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 测试溶液的制备可任选以下一种方法进行：

——碳酸钠-硼酸熔融：将试料（8.1）置于铂皿或铂坩埚（6.1）中，加入 6 g 无水碳酸钠（5.1）和 2 g 硼酸（5.2），搅拌均匀，放入温度低于 300 ℃ 的高温炉（6.2）中，继续升温至 850 ℃ ± 25 ℃，熔融 30 min（空白熔融 5 min），取出冷却。加入适量热水，加热使熔块脱落，移入已盛有 20 mL 硝酸（5.4）的聚四氟乙烯烧杯（6.3）中，再用 10 mL 硝酸（5.4）溶解铂皿或坩埚壁上的残渣，用热水洗涤铂皿或坩埚，将溶液并入聚四氟乙烯烧杯中，加热至盐类全部溶解，取下冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

——焦硫酸钾熔融：将试料（8.1）置于铂皿或铂坩埚（6.1）中，加入 5 g 焦硫酸钾（5.3），放入温度低于 300 ℃ 的高温炉（6.2）中，继续升温至 700 ℃ ± 25 ℃，熔融 30 min（空白熔融 5 min），直至完全赶尽氟，取出冷却至室温。向铂皿或铂坩埚内加入 10 mL 水和 10 mL 盐酸（5.5），加热至熔块完全溶解，取下冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，混匀。

注：碳酸钠-硼酸熔融方法制备的溶液可用于同步测量样品中的二氧化硅含量，但焦硫酸钾熔融方法制备的溶液不能用于同步测量样品中的二氧化硅含量。

8.4.2 移取 50.00 mL 试液（8.4.1 或 8.4.2）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸羟胺溶液（5.6），放置 2 min ~ 3 min，加入 5 mL 邻二氮杂菲溶液（5.7），20 mL 缓冲溶液（5.8），用水稀释至刻度，混匀，放置 10 min。

8.4.3 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。减去空白溶液吸光度后，从工作曲线上查出相应的三氧化二铁的量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL，0.50 mL，1.00 mL，3.00 mL，5.00 mL，10.00 mL，15.00 mL 三氧化二铁标准溶液（5.10），分别置于一组 100 mL 容量瓶中，以下按 8.4.3 显色步骤进行。

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。减去零浓度溶液吸光度后，以三氧化二铁量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

三氧化二铁含量以三氧化二铁的质量分数计 $w_{Fe_2O_3}$ ，按公式（1）计算：

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{m_1 v_0}{m_0 v_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- v_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- v_1 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；
- m_1 ——从工作曲线上查得的三氧化二铁量，单位为毫克（mg）；
- m_0 ——试料的质量，单位为毫克（mg）。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 中的规定执行。

10 精密度

10.1 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 ）的情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{Fe_2O_3}/\%$	0.015	0.084	0.16	0.27
------------------	-------	-------	------	------

$r/\%$	0.003	0.005	0.02	0.03
--------	-------	-------	------	------

10.2 再现性

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（ R ），超过再现性（ R ）的情况不超过 5%。再现性（ R ）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{Fe_2O_3}/\%$	0.015	0.084	0.16	0.27
$R/\%$	0.004	0.008	0.02	0.05

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；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。
