

前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2957.10—1984《明矾石矿石全铁量的测定 磺基水杨酸光度法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2957.10—1984。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于1966年首次发布为化工部部颁标准 HG 1-353—66《明矾石统一分析方法》,1984年发布为国家标准 GB 4581.10—84《明矾石矿石全铁量的测定 磺基水杨酸光度法》,1997年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 4581.10—84 废止,重新编号为 HG/T 2957.10—1984。

明矾石矿石中全铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法

1 范围

本标准规定了磺基水杨酸分光光度法测定氧化铁含量。

本标准适用于明矾石矿石产品中氧化铁含量的测定。测定范围 0.1%~10%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样经氢氧化钠-过氧化钠熔融，水浸取酸化。三价铁离子在 pH8.5~pH 11.8 的碱性介质中，与磺基水杨酸形成黄色配合物，在波长 430 nm 处测量吸光度。

4 试剂和溶液

本标准所用水的规格应符合 GB/T 6682 中三级水，所列试剂，除特殊规定外，均指分析纯试剂。

4.1 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 盐酸。

4.4 氨水溶液：1+1。

4.5 磺基水杨酸溶液：250 g/L。过滤后贮于棕色瓶中。

4.6 氧化铁标准溶液：100 μg/mL。

称取 1.000 g 预先在 750℃~800℃灼烧 1 h 的高纯试剂氧化铁于 200 mL 烧杯中，加 30 mL(1+1)盐酸溶液，低温加热至溶解。取下，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

取 50.0 mL 上述溶液于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含氧化铁 100 μg。

5 仪器

分光光度计：应符合 GB/T 9721 的规定。

6 试样

试样通过 106 μm 试验筛(GB/T 6003.1)，于 105℃~110℃干燥 2 h 以上，置于干燥器中冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 称取 0.2 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)于银坩埚中，加 4 g 氢氧化钠(4.1)、0.5 g 过氧化钠(4.2)，置于马弗炉内，从低温升至 700℃，熔融 15 min，取出冷却。置于 150 mL 烧杯中，加热水 50 mL，

盖上表面皿,加热浸出熔块,用热水洗出坩埚。加 15 mL 盐酸(4.3),煮沸片刻。取下冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

7.2 吸取 10.0 mL~50.0 mL 滤液于 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL,加 12 mL 磺基水杨酸溶液(4.5),摇匀。逐滴加入氨水溶液(4.4)至溶液变为黄色,再过量 10 mL。用水稀释至刻度,摇匀。

7.3 放置 10 min 后,用 1 cm 吸收池,于分光光度计波长 430 nm 处,以空白试验溶液作参比,测量吸光度,在工作曲线上查出相应的氧化铁质量。

同时作空白试验。

8 工作曲线的绘制

量取 0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 氧化铁标准溶液(4.6)置于一组 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL,以下按分析步骤 7.2、7.3 条进行,以试剂空白作参比,测量吸光度。以氧化铁质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

9 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铁(Fe_2O_3)含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的氧化铁质量,单位为微克(μg);

m ——吸取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g)。

10 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

氧化铁(Fe_2O_3)含量, %	允许差, %
0.10~1.00	0.05
>1.00~10.00	0.10