

## 明矾石矿石全铁量的测定

GB 4581.10-84

### 磺基水杨酸光度法

Alunite ores—Determination of total iron content  
—Sulphosalicylic acid photometric method

调整为: HG/T 2957.10-1984

#### 1 适用范围

本标准规定用磺基水杨酸络合光度法测定明矾石矿石中0.10~10.00%的氧化铁含量。

#### 2 有关标准

GB 4581.1-84《明矾石矿石分析方法通则》。

GB 4581.2-84《明矾石矿石分析试样采取和制备方法》。

#### 3 方法提要

试样经氢氧化钠-过氧化钠熔融,水浸取后酸化。铁离子在pH8.5~11.8的碱性介质中,与磺基水杨酸形成黄色络合物。在波长430纳米处,克分子吸光系数为 $5.32 \times 10^4$ ,氧化铁在0~0.9毫克/100毫升范围内符合比耳定律。

#### 4 仪器

分光光度计:波长430纳米,1厘米比色皿。

#### 5 试剂和溶液

5.1 氢氧化钠 (GB 629-81)。

5.2 过氧化钠。

5.3 盐酸 (GB 622-77) (比重1.19)。

5.4 硝酸 (GB 626-78) (比重1.42)。

5.5 氨水 (GB 631-77) (比重0.90): 1 + 1。

5.6 磺基水杨酸 (HG 3-991-81): 25% (过滤后贮于棕色瓶中)。

5.7 铁丝。

5.8 铁标准溶液

5.8.1 称取1.4297克铁丝 (5.7) 于150毫升烧杯中,加王水20毫升,加热溶解。冷却后,移入1000毫升容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。

此溶液每毫升含氧化铁1.000毫克。

5.8.2 吸取溶液 (5.8.1) 100毫升放入1000毫升容量瓶内,用水稀释至刻度,摇匀。

此溶液每毫升含氧化铁0.1000毫克。

#### 6 测定手续

##### 6.1 标准曲线的绘制

用微量滴定管分别放取铁标准溶液 (5.8.2) 0、1.00、2.00、3.00、……9.00毫升于100毫升容

量瓶中，各加入磺基水杨酸溶液（5.6）12毫升，摇匀。逐滴加入氨水溶液（5.5）至溶液变为黄色，而不再变深，再过量10毫升。用水稀释至刻度，摇匀，在分光光度计上，于波长430纳米处，用1厘米比色皿测定消光值。以氧化铁的浓度为横坐标，以相应的消光值为纵坐标，绘制标准曲线。

## 6.2 试样分析

称取0.2~0.5克试样于银坩埚中，滴加少量无水乙醇润湿试样，加4克氢氧化钠（5.1），再覆盖0.5克过氧化钠（5.2）。置于马弗炉内，从低温升至700℃，熔融15分钟，取出冷却，放入150毫升烧杯中，加热水50毫升，盖上表面皿，加热浸出熔块，用热水洗出坩埚。加盐酸溶液（5.3）15毫升煮沸几分钟。取下冷却后，移入250毫升容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤。

吸取10~50毫升滤液于100毫升容量瓶内，以下操作同标准曲线的绘制（6.1）。

## 7 结果的表示和计算

氧化铁（ $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ）的百分含量（ $X_{10}$ ）按下列公式计算：

$$X_{10} = \frac{G_1 \times \frac{V_1}{V_2} \times 10^{-3}}{W} \times 100$$

式中： $G_1$ ——标准曲线上查出的分取试样溶液中氧化铁的重量，毫克；

$V_1$ ——测定溶液的总体积，毫升；

$V_2$ ——分取溶液的体积，毫升；

$W$ ——试样重量，克。

## 8 容许差

氧化铁含量，%	容许差（绝对值），%
0.10~1.00	0.05
1.01~10.00	0.10

### 附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山研究设计院负责起草。

本标准主要起草人程懋梅。

自本标准实施之日起，原化学工业部部标准HG 1—353—66《明矾石统一分析方法》作废。