

中华人民共和国国家标准

UDC 549.761.3
:543.06

天青石矿石中铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法

GB 9018.7—88

Celestite ores—Determination of iron content
— Sulphosalicylic acid spectrophotometric method

调整为: HG/T 2958-7-1988

1 主题内容与适用范围

本标准规定了磺基水杨酸分光光度法测定天青石矿石中的铁含量。
本标准适用于三氧化二铁含量 0.1%~12% 的天青石矿石产品。

2 方法提要

试样经氢氧化钠-过氧化钠熔融,水浸取后酸化,在乙酸钠-盐酸缓冲溶液中($\text{pH} \approx 5.3$)三价铁与磺基水杨酸形成黄棕色络合物。在波长 450 nm 处,三氧化二铁在 0~1000 $\mu\text{g}/100\text{ mL}$ 范围符合比尔定律。

3 试剂和溶液

- 3.1 氢氧化钠(GB 629—81);
- 3.2 过氧化钠;
- 3.3 盐酸(GB 622—77);
- 3.4 盐酸:1+1 溶液;
- 3.5 盐酸:1+4 溶液;
- 3.6 氨水(GB 631—77):1+1 溶液;
- 3.7 磺基水杨酸(HG 3—991—81):20% 溶液(过滤后贮于棕色瓶中);
- 3.8 乳酸:1+4 溶液;
- 3.9 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)(GB 693—77);
- 3.10 缓冲溶液:溶解 500 g 乙酸钠(3.9)于 500 mL 热盐酸(3.5),过滤,冷却,用水稀释至 1000 mL,摇匀;
- 3.11 三氧化二铁(高纯试剂);
- 3.12 三氧化二铁标准溶液:100 mg/L。称取 1.000 0 g 预先在 750~800℃ 灼烧 1 h 的三氧化二铁(3.11)于 200 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(3.4),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。

吸取 50.00 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 100 μg 三氧化二铁。

4 仪器

分光光度计。

中华人民共和国化学工业部 1988-03-21 批准

1988-12-01 实施

5 试样

试样通过 0.075 mm 筛(GB 6003—85),于 105~110℃烘至恒重,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 称取 0.1~0.3 g 试样(称准至 0.000 2 g)于银坩锅中,加 3 g 氢氧化钠(3.1),少许过氧化钠(3.2),盖上坩锅盖(留一缝隙),将坩锅置于马弗炉中,由低温升至 300℃,停留 10 min,继续升至 700℃,保持 30 min,取出冷却。将坩锅置于 250 mL 烧杯中,加 30~40 mL 热水,加热浸出熔融物,用数滴盐酸(3.5)和热水洗净坩锅,加 10 mL 盐酸(3.3),盖上表面皿,加热煮沸数分钟,取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.2 干滤。取 5.00~25.00 mL 滤液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 50 mL。

6.3 加 1 mL 乳酸(3.8),10 mL 磺基水杨酸溶液(3.7),滴加氨水(3.6)至溶液由紫红色刚变黄色。加 10 mL 缓冲溶液(3.10),用水稀释至刻度,摇匀。

10 min 后,选用 1 cm 吸收池(试样中三氧化二铁含量小于 1.00%选用 2 cm 吸收池),于分光光度计 450 nm 波长处,以空白试验溶液为参比溶液,测量其吸光度。

同时作空白试验。

7 标准曲线的绘制

用微量滴定管量取 0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 三氧化二铁标准溶液(3.12)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 50 mL,以下按分析步骤 6.3 条进行,以试剂空白为参比溶液,测量其吸光度。

以 100 mL 标准比色溶液中所含三氧化二铁的微克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

8 分析结果的计算

三氧化二铁(Fe_2O_3)的百分含量(X)按下式计算:

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

式中: m_1 ——标准曲线上查得的三氧化二铁量, μg ;

V ——分取试液体积, mL;

m ——试样的质量, g。

9 允许差

同一实验室内测定结果的差值应小于下表中所示值。

		%
三氧化二铁(Fe_2O_3)	允 许 差	
0.1~1.00	0.05	
>1.00~5.00	0.10	
>5.00~12.00	0.20	

附加说明：

本标准由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设计研究院负责起草。

本标准主要起草人闵玉瑶、辜丽华。