



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.4—2004
代替 GB/T 6609.4—1986

氧化铝化学分析方法和 物理性能测定方法 邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina
—Determination of ferric oxide content
—Orthophenanthroline photometric method

(ISO 805:1976 NEQ)

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 6609—2004 分为 29 部分,本标准为第 4 部分。

本标准是对 GB/T 6609.4—1986《氧化铝化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定氧化铁含量》的重新确认,除编辑整理外,其内容基本没有变化。

本标准非等效采用 ISO 805:1976《主要用于铝生产的氧化铝 铁含量的测定 1,10 菲啰啉光度法》。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.4—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司贵州分公司起草。

本标准主要起草人:刘祖同、王保生。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6609.4—1986。

氧化铝化学分析方法和 物理性能测定方法

邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中三氧化二铁含量的测定方法。

本标准适用于氧化铝中三氧化二铁含量的测定。测定范围：0.005%~0.100%。

2 方法原理

三价铁用盐酸羟胺还原为二价铁，在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中加入邻二氮杂菲使形成络合物，于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度，借以测定三氧化二铁含量。

3 试剂

3.1 硼酸：优级纯。

3.2 无水碳酸钠：优级纯。

3.3 硝酸(3.00 mol/L)。

3.4 盐酸羟胺溶液(10 g/L)。

3.5 邻二氮杂菲溶液(1 g/L)：称取 1 g 邻二氮杂菲溶于 1.5 mL~2.5 mL 冰乙酸中(ρ 1.05 g/mL)，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.6 缓冲溶液(pH=4.9)：称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 500 mL 水中，加入 240 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.7 三氧化二铁标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 三氧化二铁(含量 \geq 99.99%，预先于 600℃灼烧 2 h，并于干燥器(4.4)中冷却至室温)置于 150 mL 烧杯中，沿杯壁加入 20 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，盖上表皿，微热使全部溶解，冷却至室温，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水洗净烧杯，洗液并入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 三氧化二铁。

3.8 三氧化二铁标准溶液：移取 25.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中，加入 30.0 mL 硝酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.025 mg 三氧化二铁，用时配制。

4 仪器、装置及器具

4.1 铂坩埚：30 mL，带盖。

4.2 分光光度计。

4.3 电热板：用调压器控制加热温度不高于 250℃。

4.4 干燥器：用新活性氧化铝作干燥剂。

5 试样

5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在 300℃ \pm 10℃烘干 2 h，置于干燥器(4.4)中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取约 0.500 0 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂坩埚(4.1)中,加入 0.500 g 硼酸(3.1)和 1.300 g 碳酸钠(3.2),用铂勺搅匀。盖上坩埚盖,置于约 700℃ 的高温炉中,升温至 1 000℃ 熔融 20 min,取出稍冷。空白试验直接在 1 000℃ 熔融 2 min~3 min,取出稍冷。

6.4.2 向坩埚中加入沸水,加热至近沸,使熔块全部溶解,将溶液移入预先盛有 22.3 mL(随同试料空白则为 12.6 mL)硝酸(3.3)的 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,坩埚用热水冲洗二次,用聚四氟乙烯棒搅拌使沉淀尽量溶解,坩埚用 3 mL 硝酸(3.3)和热水充分洗净,洗涤液并入烧杯中,盖上表皿,置电热板(4.3)上加热至沉淀全部溶解,取下,置冷水槽中冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,洗液并入容量瓶中,并用水稀释至刻度,混匀(此溶液也可用于测定二氧化硅量)。

6.4.3 分取 50.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中[当三氧化二铁含量大于 0.05% 时,取 25.00 mL 试液,补加 1.5 mL 硝酸(3.3)加水至约 50 mL。并随同做对应的空白试验]。

6.4.4 向容量瓶中加入 5.0 mL 盐酸羟胺溶液(3.4),混匀。加入 5.0 mL 邻二氮杂非溶液(3.5)和 25.0 mL 缓冲溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀,放置 10 min。

6.4.5 将部分溶液移入 3 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,将测得的吸光度减去随同试料空白试验溶液的吸光度后,从工作曲线上查出相应的三氧化二铁量。

6.5 工作曲线的绘制

于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.1, 0.02, 0.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 三氧化二铁标准溶液(3.9),加入 3.0 mL 硝酸(3.3),用水稀释至体积约 50 mL,混匀,以下按 6.4.4 进行。将部分系列标准溶液移入 3 cm 吸收池中,以水为参比,于分光光度计波长 510 nm 处,测量系列标准溶液的吸光度。以所测吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以三氧化二铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算三氧化二铁含量 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ (%):

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1 \times 10^3} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的三氧化二铁量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 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)按以下数据采用线性内插法求得:

$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ (%) 0.008 7 0.022 2 0.046 8

重复性限 r (%) 0.000 5 0.000 3 0.001 3

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$	允许差
0.005~0.015	0.004
>0.015~0.030	0.005
>0.030~0.060	0.006
>0.060~0.100	0.010

9 质量保证与控制

应用标准样品或控制样品,每月至少对本标准的有效性校核一次。当失效时应找出原因。纠正后重新进行校核。