

T/SDAQI

团 体 标 准

T/SDAQI 035—2021

铝土矿中三氧化二铁含量的测定 磺基水杨 酸分光光度法

Determination of iron oxide content in bauxite Sulfosalicylic acid spectrophotometric
method

2021 - 09 - 25 发布

2021 - 10 - 25 实施

版 权 声 明

本文件系由山东质量检验协会（简称“协会”）组织创制的团体标准文本（含制定过程中的草案），协会拥有本文件的著作权，受《中华人民共和国著作权法》保护。除法律所允许的情形或事先得到协会书面许可外，任何组织和个人不得以任何理由进行复制、销售、传播本文件，或抄袭、歪曲本文件等侵权行为，否则，行为人应承担相应的民事、行政责任，构成犯罪的，将依法追究其刑事责任。其他文件引用本文件，不属侵权行为。

凡利用本文件进行或支持贸易、认证等商业活动，应事先购买正式文本或得到协会书面授权。购买本文件或获得授权，请与协会联系。

欢迎社会各界举报侵权盗版行为，协会将依法严格保护举报人信息。

联系人：范红梅

联系电话：0531-89701986 15668365153

联系邮箱：keyanjishuzhongxin@163.com

协会对本版权声明拥有最终解释权。

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。

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。

本文件由山东质量检验协会提出并归口。

本文件起草单位：中国冶金地质总局山东局测试中心、山东省产品质量检验研究院、山东省农业生态与资源保护总站、山东省物化探勘查院、山东合泰检测技术服务有限公司、山东农业大学。

本文件主要起草人：李艳香、栾日坚、王景超、李兆燕、张玉强、马龙、张娟、刘鹏飞、刘金凤、于燕萍、刘晖、徐楠、王梅、黄现民、闵建美、邹红、孙文丹、田静、王军、于晓菲、张秀文、张晶、李成亮、侯文聪、商姗姗、于军、刘爽。

铝土矿中三氧化二铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法

1 范围

本文件规定了铝土矿中三氧化二铁含量的测定方法。
本文件铝土矿中三氧化二铁含量的测定范围为：0.05%~20%。

2 规范性引用文件

下列文件中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实验方法

GB/T 25949 铝土矿 样品制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用碱熔分解，盐酸浸取，在pH=8~10的溶液中，铁（III）与磺基水杨酸生成稳定的黄色配合物，在波长 425nm 处有最大吸收，吸光值与三氧化二铁含量成正比，以光度法测定三氧化二铁的含量。

5 试剂和溶液

除非另有说明，本文件中试验用水应符合GB/T 6682中三级用水的规格，所用试剂均为分析纯。

5.1 盐酸（ ρ 1.18g/mL）。

5.2 氢氧化钠。

5.3 氨水（ ρ 0.90g/mL）。

5.4 对硝基苯酚。

5.5 三氧化二铁，光谱纯。

5.6 盐酸溶液（1+1）：将盐酸（5.1）与等体积水混合均匀。

5.7 氨水溶液（1+1）：将氨水（5.3）与等体积水混合均匀。

5.8 磺基水杨酸溶液（200g/L）：称取 100g 磺基水杨酸溶于 250mL 水中，以氨水溶液（5.4）中和至对硝基苯酚指示剂（0.1%）变色，以水稀释至 500mL，混匀。

5.9 三氧化二铁标准储备液（1000 μ g/mL）：称取 1.0000g 光谱纯三氧化二铁，置于 250mL 烧杯中，加 20mL 盐酸（5.1），低温加热溶解。冷却后移入 1000mL 容量瓶中，加 30mL 盐酸（5.1），用水稀释至刻度，摇匀。室温保存。

也可使用有证标准物质。

5.10 三氧化二铁标准溶液（100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：移取 10.0mL 三氧化二铁标准溶液（5.6）置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6 仪器

6.1 分光光度计：带有 1cm 的吸收池，可在 425nm 处测量。

6.2 分析天平：感量为 0.1mg。

6.3 马弗炉：温度可控制在 700 $^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 恒温干燥箱：温度可控制在 105 $^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.5 镍坩埚：30mL。

6.6 玻璃烧杯：250mL。

7 分析步骤

7.1 试样制备

试样应按GB/T 25949进行取样和制备，全部通过200目筛。试样分析前应在105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥2h，置于干燥器中，冷却至室温使用。

7.2 试样溶液的制备

准确称取0.1~0.2g试样，精确至0.0001g，置于镍坩埚中，加入4g氢氧化钠（5.2），搅拌均匀，置于马弗炉中由低温升至700 $^{\circ}\text{C}$ 熔融至试样全熔（约10min~15min），取出并摇动坩埚，使熔融物附于坩埚壁上，冷却至室温。将坩埚置于250mL烧杯中，用水和少量盐酸溶液（5.6）洗净，取出坩埚，加入50mL 盐酸溶液（5.6），溶液转移至250mL容量瓶中，用水定容，待用。

7.3 标准工作曲线的绘制

移取0mL、0.5mL、1.0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0mL、10.0mL三氧化二铁标准溶液（5.10），置于100mL容量瓶中，加水至约50mL，加10mL磺基水杨酸溶液（5.8），摇匀，加5mL氨水（5.7），用水稀释至刻度，摇匀。室温显色10min，用1cm比色皿，以试剂空白为参比，在波长425nm处测量吸光度。以三氧化二铁浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。

7.4 试样溶液的测定

准确移取适量试样溶液（约含三氧化二铁400 μg ），置于100mL容量瓶中，以下步骤同7.4。在标准曲线上查得相应三氧化二铁浓度。

7.5 空白试验

随同试样做两份空白试验，除不加试样外，其他步骤同 7.2 和 7.4。

7.6 平行试验

做两份试样的平行测定。

8 分析结果的表述

计算结果中三氧化二铁（ Fe_2O_3 ）的含量 ω 以质量分数（%）表示。按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times D \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ρ_1 ——从标准曲线上查得试样溶液中的三氧化二铁浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

ρ_0 ——从校准曲线上查得试样空白溶液中三氧化二铁浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样定容体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样量，单位为克（ g ）；

D ——试样稀释倍数。

取两次平行结果的算术平均值作为测定结果，结果保留至小数点后两位。

9 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内同一备测对象相互独立进行测试获得的两次结果的精密度要求见表1。

表1 精密度允许差

三氧化二铁量	绝对差%
$\omega \leq 1\%$	0.05
$1\% < \omega \leq 10\%$	0.25
$10\% < \omega \leq 20\%$	0.50