

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 254.2—2011
代替 YS/T 254.2—1994

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 2 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 2: Determination of ferric oxide content—
EDTA titrimetry and sulfosalicylic acid spectrophotometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为七个部分：

- 第 1 部分：氧化铍量的测定 磷酸盐重量法；
- 第 2 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法；
- 第 4 部分：氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 254.2—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 EDTA 络合滴定法测定三氧化二铁量》(原 GB/T 5870.2—1986)。

本部分与 YS/T 254.2—1994 相比主要变化如下：

- 增加了方法二：磺基水杨酸分光光度法；
- 增加了重复性条款；
- 对文本格式进行了重新编辑，增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：新疆有色金属研究所、新疆阿拉山口出入境检验检疫局、湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分主要起草人：关玉珍、杜颂东、吕晓华、牟锬、谢奕斌、李青春、刘辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5870.2—1986、YS/T 254.2—1994。

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第 2 部分：三氧化二铁量的测定

EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法

1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于铍精矿、绿柱石中三氧化二铁的测定。方法一的测定范围为 $>3.00\%$ ~ 10.00% ；方法二的测定范围为 0.50% ~ 3.00% 。

2 方法一 EDTA 滴定法

2.1 方法提要

试料用碱性混合熔剂熔融，用水浸取，盐酸酸化。在 pH 值为 1.2~1.5 的酸性溶液中，以磺基水杨酸为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定，测定三氧化二铁量。

2.2 试剂

2.2.1 过硫酸铵。

2.2.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.3 混合熔剂：将无水碳酸钾、无水碳酸钠、四硼酸钠按 1:2:1 的比例配制，混匀。

2.2.4 盐酸溶液(1+5)。

2.2.5 氨水(1+1)，优级纯。

2.2.6 磺基水杨酸溶液(200 g/L)。

2.2.7 三氧化二铁标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的三氧化二铁 [$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) \geq 99.9\%$]，置于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸(2.2.2)，盖上表皿，低温加热至完全溶解，取下，冷至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 相当于 1 000 μg 三氧化二铁。

2.2.8 三氧化二铁标准溶液：移取 100.00 mL 三氧化二铁标准贮存溶液(2.2.7)，置于 500 mL 容量瓶中，以水稀释刻度，摇匀。此溶液 1 mL 相当于 200 μg 三氧化二铁。

2.2.9 乙二胺四乙酸二钠标准溶液

2.2.9.1 配制

称取 1.87 g 乙二胺四乙酸二钠，置于 250 mL 烧杯中，加水 200 mL，加热溶解，冷至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.9.2 标定

移取三份 10.00 mL 三氧化二铁标准溶液(2.2.8)，置于三个 250 mL 锥形瓶中，加入 0.1 g 过硫酸铵(2.2.1)，加热至微沸并保持 3 min，取下稍冷，加入 8 滴磺基水杨酸溶液(2.2.6)，用氨水(2.2.5)中和至紫色消失并出现棕红色，立即以盐酸溶液(2.2.4)中和到紫色刚好出现并过量 2 mL，控制溶液温度为 60 °C~80 °C，用乙二胺四乙酸二钠标准溶液(2.2.9)慢速滴定至紫色消失即为终点。

按式(1)计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液的滴定度 T ：