



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.2—2013
代替 GB/T 3260.2—2000

GB/T 3260.2—2013

锡化学分析方法 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 2: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline photometric method

中华人民共和国
国家标准
锡化学分析方法
第 2 部分：铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法
GB/T 3260.2—2013

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2014 年 5 月第一版 2014 年 5 月第一次印刷

*
书号：155066·1-48913 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 3260.2—2013

2013-12-17 发布

2014-09-01 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

表 1 试料量、试液总体积及分取试液体积

铁的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 50~0.004 0	1.0	—	全量
>0.004 0~0.010 0	0.50	—	全量
>0.010 0~0.060 0	0.50	50	10.00

4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试料(4.1)置于 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 盐酸(3.1),沿杯壁滴加 2 mL~3 mL 过氧化氢(3.2),低温加热溶解,待试样溶解完全后,取下稍冷,滴加 3 滴过氧化氢(3.2),煮沸至无小气泡,用少许水吹洗表皿,移去表皿,继续低温加热蒸发至约 1 mL,取下冷却。

注:试料中铁量小于 50 μg 时,以下从 4.4.3 开始。

4.4.2 用盐酸(3.3)移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。按表 1 分取试液置于 100 mL 烧杯中,低温加热蒸发至约 1 mL,取下,冷却。

4.4.3 加入 5 mL 柠檬酸溶液(3.5)、2 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.6)、加入 2 滴对硝基酚溶液(3.10),用氨水(3.4)中和至试液呈微黄色。加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(3.7)、1 mL 硫代硫酸钠溶液(3.8)、3 mL 1,10-二氮杂菲溶液(3.9),每加入一种试剂均需摇匀,用水移入 25 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀,放置 15 min。

4.4.4 移取部分试液于 2 cm 比色皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(3.12),置于一组 100 mL 烧杯中,以下按 4.4.3 进行。

4.5.2 移取部分试液于 2 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分:

- 第 1 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 3 部分:铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 6 部分:砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法;
- 第 7 部分:铝量的测定 电热原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法;
- 第 10 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.2—2000《锡化学分析方法 铁量的测定》的修订,本部分与 GB/T 3260.2—2000 相比,主要技术内容变化如下:

- 采用柠檬酸掩蔽锡(IV);
- 1,10-二氮杂菲的用量由 5 mL 改为 3 mL;
- 对文本格式进行了修改;
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位:云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分参加起草单位:西北有色金属研究院、昆明冶金研究院、北京矿冶研究总院、鲛鱼圈出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:赵如琳、海兰、张修华、陈小芳、孙宝莲、周恺、姜求韬、冯先进、李延超、刘维理、李蓉、杨赞金、褚宁、张红玲、苏爱萍、王骏峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3260.2—1982;
- GB/T 3260.2—2000。