

ICS 71.040.40
G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.2—2009

GB/T 23278.2—2009

锡酸钠化学分析方法 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 sodium stannate—
Part 2: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline photometric method

中华人民共和国
国家标准
锡酸钠化学分析方法
第2部分：铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法
GB/T 23278.2—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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 7 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

书号：155066·1-37116 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)68533533



GB/T 23278.2—2009

2009-01-05 发布

2009-11-01 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 试料称量表

铁含量/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
≤0.005	1.5~2	全量	
>0.005	3~5	100	5.00~10.00

5.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1),盖上表皿,温热溶解完全,将试液蒸至 3 mL 左右,移去表皿,冷却。

5.4.2 当试料中铁含量大于 0.005%时,加入 15 mL 盐酸(3.1),盖上表皿,温热溶解完全后,移去表皿,冷却。用盐酸(3.3)将试液移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度(V_0),混匀。移取 5.00 mL~10.00 mL 试液(V_1)置于 100 mL 烧杯中。

5.4.3 沿杯壁加入 5 mL 酒石酸溶液(3.5)、2 mL EDTA 溶液(3.6),每加入一种试剂均需摇匀。

5.4.4 以对硝基酚溶液(3.7)作指示剂调,用氨水(3.4)中和至溶液刚变黄色(pH6~pH7),加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(3.8),5 mL 1,10-二氮杂菲溶液(3.9),将溶液移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。放置 15 min。

5.4.5 移取部分试液于 2 cm 比色皿中,以空白溶液为参比,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(m_1)。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铁标准溶液(3.11),分别置于一组 100 mL 烧杯中,以下按 5.4.3~5.4.4 进行。

5.5.2 移取部分试液于 2 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,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。

6 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 $w(\text{Fe})$ 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);

V_0 ——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);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后三位;若铁含量小于 0.010%时,表示至小数点后四位。

7 精密度

7.1 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)按表 2 数据采用线性内插法获得。

前 言

GB/T 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为 8 个部分:

——第 1 部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法;

——第 2 部分:铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;

——第 3 部分:砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法;

——第 4 部分:铅量的测定 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:游离碱的测定 中和滴定法;

——第 7 部分:碱不溶物的测定 重量法;

——第 8 部分:硝酸盐含量的测定 离子选择电极法。

本部分为第 2 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限公司、云南红河出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人:海兰、张丽梅、张红玲、林文霜、曾丽华、江寨生、张静。

锡酸钠化学分析方法
第 2 部分:铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 23278 的本部分规定了锡酸钠中铁含量的测定方法。

本部分适用于锡酸钠中铁含量的测定,测定范围为 0.000 25%~0.040%。

2 方法提要

试料经盐酸溶解,用酒石酸、EDTA 掩蔽锡、铅等共存元素的干扰,在 pH6~pH7 溶液中,用盐酸羟胺将 Fe(Ⅲ)还原为 Fe(Ⅱ),与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

试验用水为三级蒸馏水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 氨水(2+1)。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 EDTA 溶液(25 g/L)。

3.7 对硝基酚溶液(1 g/L)。

3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.9 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 1,10-二氮杂菲,溶解于 10 mL 无水乙醇中,用水稀释至 100 mL。

3.10 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁(质量分数 \geq 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.1),盖上表皿,加 1 mL 过氧化氢(3.2),微热溶解完全并煮沸赶尽氯气,冷却。用水吹洗表皿及杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铁。

3.11 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铁。

4 试样

试样需密封包装。

5 分析步骤**5.1 试料**

按表 1 称取试样(m_0),精确至 0.000 1 g。