

ICS 71.040.40  
G 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.2—2009

GB/T 23274.2—2009

## 二氧化锡化学分析方法 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 stannic oxide—  
Part 2: Determination of iron content—  
1,10-phenanthroline photometric method

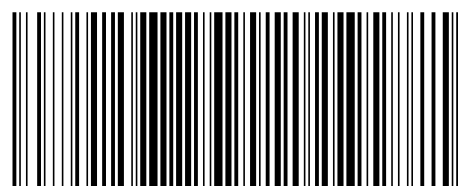
中华人民共和国  
国家标准  
二氧化锡化学分析方法  
第2部分：铁量的测定  
1,10-二氮杂菲分光光度法  
GB/T 23274.2—2009

\*  
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 6 千字  
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-37105 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 23274.2—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

### 5.3 测定

5.3.1 称取 0.5 g 试样( $m$ ),精确至 0.000 1 g,置于预先盛有 1 g 氢氧化钠(3.1)的 30 mL 银坩埚中,再覆盖 1 g 氢氧化钠(3.1,若是颗粒较大则需要覆盖 2 g)。置于 400 °C 高温炉中,升至 600 °C 分解 10 min,取出冷却。吹约 5 mL 水于银坩埚中,置于电炉上加热至熔融物完全溶解。

5.3.2 用少量水将试液移入 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.2)加热至试液清亮,冷却后移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度( $V_0$ ),混匀。

5.3.3 移取 5.00 mL~10.00 mL 上清液( $V_1$ )于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 酒石酸溶液(3.5),2 mL EDTA 溶液(3.6),1 滴对硝基酚溶液(3.7),用氨水(3.4)调至刚呈黄色,加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(3.8),5 mL 1,10-二氮杂菲溶液(3.9),每加入一种试剂均需摇匀。以水稀释至刻度,混匀,放置 15 min。

5.3.4 用定量滤纸将显色溶液干过滤于烧杯中,移取部分试液于 2 cm 比色皿中,以试料空白为参比,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( $m_1$ )。

### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0  $\mu$ g、5  $\mu$ g、10  $\mu$ g、20  $\mu$ g、30  $\mu$ g、40  $\mu$ g、50  $\mu$ g 铁标准溶液(3.11),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 酒石酸溶液(3.5),2 mL EDTA 溶液(3.6),以下按 5.3.3 条进行。

5.4.2 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:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的铁量,单位为微克( $\mu$ g);

$V_0$ ——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 1 数据采用线性内插法获得。

表 1 重复性

$w(\text{Fe})/\%$	0.013	0.047	0.066
$r/\%$	0.005	0.004	0.008

### 7.2 再现性

在再现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再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 2 数据采用线性内插法获得。

## 前 言

GB/T 23274—2009《二氧化锡化学分析方法》共分为 8 个部分:

- 第 1 部分:二氧化锡量的测定 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、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:铈量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 6 部分:硫酸盐的测定 目视比浊法;
- 第 7 部分:盐酸可溶物的测定 重量法;
- 第 8 部分:灼烧失重的测定 重量法。

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责任公司、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、林文霜、江寨伸、寿洁云、张静。