

ICS 71.060.50
分类号: X 35
备案号: 39494-2013

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4444—2012

制盐工业通用检测方法 铁的测定

General test method in salt industry
Determination of iron

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准依据GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》编制。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国海湖盐标准化中心归口。

本标准起草单位：国家盐产品质量监督检验中心、福建省盐业质量监督检验中心站。

本标准主要起草人：赵毅、李丽琴、霍俊霏、于秀玲。

制盐工业通用检测方法 铁的测定

1 范围

本标准规定了盐产品中铁元素的测定方法。

本标准适用于盐产品中铁元素的测定。

注：当盐产品中的铁元素含量大于20 mg/kg时，以原子吸收分光光度法（直接测定法）为仲裁法，否则以原子吸收分光光度法（络合萃取法）为仲裁法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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试验方法

3 磺基水杨酸分光光度法

3.1 原理

将试样中二价铁离子经硝酸氧化为三价铁离子，在 pH8~pH11 的条件下，三价铁离子与磺基水杨酸生成黄色络合物。以标准曲线法比色测定黄色络合物吸光度，计算样品中的铁含量。

3.2 试剂

3.2.1 试剂规格

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

3.2.2 磺基水杨酸溶液（浓度为 100 g/L）

称取 100 g 磺基水杨酸，溶于 1 000 mL 水中。

3.2.3 氨水溶液（1+1）

量取 100 mL 氨水，溶于 100 mL 水中。

3.2.4 硝酸溶液（1+1）

量取 100 mL 浓硝酸，溶于 100 mL 水中。

3.2.5 铁标准储备液

称取 0.864 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于水，加 10 mL 体积分数为 25% 的硫酸溶液，移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。每毫升该溶液相当于 0.100 mg 铁。

3.2.6 铁标准工作液

吸取 20.00 mL 铁标准储备液（见 3.2.5）至 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。每毫升该溶液相当于 0.020 mg 铁。

3.3 仪器

本方法使用下列仪器：

—— 分光光度计；

—— 常用玻璃器皿，所用玻璃器皿均应该经硝酸溶液（见 3.2.4）浸泡 24 h 以上，用时洗净。

3.4 分析步骤

3.4.1 标准曲线

分别吸取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准工作液（见 3.2.6）于 50 mL 比色管中，加 10 mL 磺基水杨酸溶液（见 3.2.2），滴加氨水溶液（见 3.2.3）调至黄色，再过量 1.0 mL，用水稀释至刻度，摇匀。此系列标准溶液铁的质量分别为：0 mg、0.016 mg、0.032 mg、0.048 mg、