



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.6—2009

硫酸亚锡化学分析方法 第6部分：铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

Chemical analysis method for stannous sulfate—
Part 6: Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometry

2009-05-18 发布

2010-02-01 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

前 言

GB/T 23834—2009《硫酸亚锡化学分析方法》分为六个部分：

- 第1部分：硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第2部分：盐酸不溶物的测定 重量法
- 第3部分：碱金属及碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法
- 第4部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第5部分：砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
- 第6部分：铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

本部分为 GB/T 23834 的第6部分。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本部分负责起草单位：柳州华锡集团有限责任公司、中海油天津化工研究设计院、云南锡业集团有限责任公司、精细化学品集团有限公司。

本部分主要起草人：林文霜、叶素娟、刘幽若、夏俊玲、张红玲、何莹莹。

本部分为首次发布。

MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

硫酸亚锡化学分析方法

第6部分:铁含量的测定

邻菲罗啉分光光度法

1 范围

本部分规定了邻菲罗啉(1,10-菲罗啉,二氮杂菲)分光光度法测定硫酸亚锡中铁含量测定的分析方法原理、分析步骤和结果计算。

本部分适用于硫酸亚锡中铁含量的测定。测定范围:0.001%~0.050%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 23834 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 方法原理

试料以盐酸、过氧化氢溶解,试料中的铁离子在酸性条件下用盐酸羟胺还原成亚铁离子,加入酒石酸、乙二胺四乙酸二钠消除锡等离子体的干扰;于 pH5~6 介质中,铁(II)与 1,10-菲罗啉生成红色络合物,此络合物符合朗伯-比尔定律;于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,计算获得铁含量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 或 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6 试剂

6.1 盐酸;

6.2 过氧化氢(30%);

6.3 盐酸溶液:1+19;

- 6.4 氨水溶液:2+1;
 6.5 酒石酸溶液:400 g/L;
 6.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:25 g/L;
 6.7 盐酸羟胺溶液:100 g/L;
 6.8 对硝基酚溶液:0.5 g/L;
 6.9 邻菲罗啉溶液(1,10-菲罗啉,二氮杂菲):2.5 g/L;

称取0.25 g邻菲罗啉(1,10-菲罗啉,二氮杂菲),用10 mL无水乙醇溶解后,用水稀释至100 mL,摇匀。

- 6.10 铁标准溶液:1 mL溶液含铁(Fe)0.010 mg;

用移液管移取10.00 mL按HG/T 3696.2要求配制的铁标准溶液或按GB/T 602的方法直接配制的铁标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。[1 mL溶液含铁(Fe)0.10 mg]。该溶液不限使用期。

用移液管移取上述铁标准溶液10.00 mL置于100 mL容量瓶中,加入2 mL盐酸(6.1),用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

7 仪器、设备

分光光度计:带有3 cm比色皿。

8 分析步骤

8.1 工作曲线的绘制

8.1.1 移取0.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL铁标准溶液,分别置于一组100 mL烧杯中。

8.1.2 加入5 mL酒石酸溶液,2 mL乙二胺四乙酸二钠溶液。每加入一种试剂均需摇匀。

8.1.3 加2滴对硝基酚溶液,用氨水中和至试液呈微黄色,再加盐酸溶液(6.3)至使黄色消失,加入2 mL盐酸羟胺溶液、5 mL邻菲罗啉溶液,摇匀,将溶液全部转移至50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。放置15 min。

8.1.4 用分光光度计中的3 cm比色皿,以水作为参比,于波长510 nm处测量其吸光度,以铁的质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8.2 试验溶液的制备

8.2.1 称取约2.00 g试样,精确至0.001 g,置于100 mL烧杯中,加入6 mL盐酸(6.1)溶解完全后,全部转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(必要时干过滤)。

8.2.2 用移液管移取20 mL上述试验溶液,置于100 mL烧杯中。滴加过氧化氢至有小气泡,在电炉上小心蒸发至溶液剩约3 mL,冷却。加入5 mL酒石酸溶液,2 mL乙二胺四乙酸二钠溶液。每加入一种试剂均需摇匀。

8.3 空白试验溶液的制备

在100 mL烧杯中,加入20 mL水、1.2 mL盐酸(6.1),以下操作按8.2.2从“滴加过氧化氢至有小气泡,……”开始进行操作。

8.4 测定

分别将试验溶液和空白试验溶液全部转移置于50 mL容量瓶中,加2滴对硝基酚溶液,用氨水中和至试液呈微黄色,再滴加盐酸溶液(6.3)至黄色消失,加入2 mL盐酸羟胺溶液、5 mL邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置15 min。

将上述试验溶液移入3 cm比色皿中,以水作为参比,用分光光度计于波长510 nm处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁的质量。

9 分析结果的计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 - m_0}{m \times 20/100 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定算术平均值为测定结果,两次平行测定结果得绝对差值应不大于 0.000 5%。

