



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.2—2008
代替GB/T 3253.2—2001
GB/T 3254.5—1998

锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of iron content—
Orthophenanthroline spectrophotometric method

2008-03-31 发布

2008-09-01 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

前 言

GB/T 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法
- GB/T 3253.2 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- GB/T 3253.3 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 3253.4 锑及三氧化二锑化学分析方法 硫量的测定
- GB/T 3253.5 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 3253.6 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法
- GB/T 3253.7 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定
- GB/T 3253.8 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定
- GB/T 3253.9 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定
- GB/T 3253.10 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定
- GB/T 3253.11 锑及三氧化二锑分析方法 铅、铜、铋、镉、铁、硒、铬、砷、汞、锡含量的测定

本部分为第 2 部分。

本部分代替 GB/T 3253.2—2001《锑化学分析方法 铁量的测定》、GB/T 3254.5—1998《三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定》。与 GB/T 3253.2—2001、GB/T 3254.5—1998 相比,本部分有如下变动:

- 补充了精密度与质量保证和控制条款;
- 对文本格式进行了修改。

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。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司起草。

本部分由湖南辰州矿业有限公司、湖南有色研究院参加起草。

本部分主要起草人:崔德海、宋应球、宗屹。

本部分主要验证人:吴少波、庞文林、杨德利。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3253.2—1982,GB/T 3253.2—2001;
- GB/T 3254.5—1998。

锑及三氧化二锑化学分析方法

铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了锑及三氧化二锑中铁量的测定方法。

本部分适用于锑及三氧化二锑中铁量的测定。测定范围:0.000 20%~0.30%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解,加酒石酸钾钠络合锑,用乙酸钠溶液调节显色酸度,加入盐酸羟胺,将高价铁还原为二价铁,再与邻二氮杂菲生成有色络合物,于分光光度计 510 nm 处测量吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.3 氢溴酸(ρ 1.50 g/mL)。

3.1.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.1.5 三氯甲烷

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。

3.2.3 硫氰化钾溶液(200 g/L)。

3.2.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L)

称取 100 g 盐酸羟胺置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水溶解,用氨水(3.1.4)调至中性,加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.2.2),煮沸 2 min,取下冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(3.2.3),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(3.1.5)(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机相无色,弃去有机相。将水相移入玻璃瓶中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.5 乙酸钠溶液(200 g/L)

称取 200 g 无水乙酸钠置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水加热溶解,加入 20 mL 盐酸羟胺溶液(3.2.4),加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.2.2),煮沸 2 min,取下冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(3.2.3),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(3.1.5)(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机相无色,弃去有机相。将水相移入玻璃瓶中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.6 酒石酸钾钠溶液(250 g/L)

称取 250 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水加热溶解,加入 20 mL 盐酸羟胺溶液(3.2.4),20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.2.2),煮沸 2 min,取下,冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(3.2.3),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(3.1.5)(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机相无色,弃去有机相。将水相移入玻璃瓶中用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.3 铁标准溶液

3.3.1 铁标准贮存溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

称取0.100 0 g 铁($\geq 99.99\%$)置于100 mL 烧杯中,加入10 mL 硝酸(3.1.2),微热溶解至清亮,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却至室温。移入1 000 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯并稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含100 μg 铁。

3.3.2 铁标准溶液(4 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

移取10.00 mL(3.3.1)溶液于250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含4 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 1 g。

表 1

铁的质量分数/%	试料 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL	测定体积 mL
0.000 2~0.001 0	2.0	—	全量	50.00
>0.001 0~0.004 0	1.0	—	全量	50.00
>0.004 0~0.014	0.30	—	全量	50.00
>0.014~0.088	0.50	50.00	5.00	50.00
>0.088~0.30	0.15	50.00	5.00	50.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 试料的处理

5.3.1.1 试料中铁的质量分数 $\leq 0.004 0\%$ 时

按表1称取试样置于100 mL 烧杯中,加入10 mL 盐酸(3.1.1)、3 mL 硝酸(3.1.2)(三氧化二锑试料不加硝酸)低温溶解蒸发至恰干,取下稍冷。加入1 mL 盐酸(3.1.1)、5 mL 氢溴酸(3.1.3)低温蒸发至恰干,取下稍冷。重复一次蒸发至恰干,取下稍冷。加入3 mL 盐酸(3.1.1)蒸发至恰干,稍冷。加入4 mL 盐酸(3.2.1)、2 mL 酒石酸钾钠溶液(3.2.6),加热煮沸溶解,取下冷却至室温。

5.3.1.2 试料中铁的质量分数 $> 0.004 0\%$ 时

按表1称取试样置于100 mL 烧杯中,加入4 mL 盐酸(3.1.1)、1 mL 硝酸(3.1.2)(三氧化二锑试料不加硝酸),加热溶解至清亮,煮沸驱除氮的氧化物。加入5 mL 酒石酸钾钠溶液(3.2.6),取下冷却至室温。按表1定容。

5.3.2 按表1移取试液置于50 mL 容量瓶中,加入25 mL 乙酸钠溶液(3.2.5),混匀。加入2.0 mL 盐酸羟胺溶液(3.2.4)、2.0 mL 邻二氮杂菲溶液(3.2.2),混匀。置于沸水浴中2 min,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 移取部分试液(5.3.2)于3 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。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL、11.00 mL 铁标准溶液(3.3.2)于

一组 50 mL 容量瓶中,以水稀释至约 20 mL,加入 2 mL 盐酸(3.2.1)、15 mL 乙酸钠溶液,以下按 5.3.3 进行。

5.4.2 移取部分溶液(5.4.1)于 3 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

按下式计算铁的质量分数 $w(\text{Fe})$,数值以%表示:

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

式中:

m_1 ——自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)。

当 $0.0002\% < w(\text{Fe}) \leq 0.010\%$ 时,所得结果表示至四位小数;当 $0.010\% < w(\text{Fe}) \leq 0.30\%$ 时所得结果表示至三位小数。

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(I_r),超过重复性限(I_r)的情况不超过 5%,重复性限(I_r)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2

$w(\text{Fe})/\%$	0.000 5	0.003 1	0.008 5	0.020	0.268
$I_r/\%$	0.000 2	0.000 5	0.001 0	0.002	0.011

注:重复性(I_r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准差。

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(I_R),超过再现性限(I_R)的情况不超过 5%,再现性限(I_R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3

$w(\text{Fe})/\%$	0.000 5	0.003 1	0.008 5	0.020	0.268
$I_R/\%$	0.000 3	0.000 7	0.001 3	0.003	0.013

注:再现性(I_R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。