

中华人民共和国国家标准

GB/T 8570.7—2010
代替 GB/T 8570.7—1988

液体无水氨的测定方法 第7部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法

Determination of liquefied anhydrous ammonia—

Part 7: Iron content—*o*-Phenathroline spectrophotometric method

(ISO 6685:1982 Chemical products for industrial use—

General method for determination of iron content—

1,10-Phenanthroline spectrophotometric method, NEQ)

2010-09-26 发布

2011-03-01 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 8570《液体无水氨的测定方法》分为七个部分：

- 第 1 部分：实验室样品的采取；
- 第 2 部分：氨含量；
- 第 3 部分：残留物含量 重量法；
- 第 4 部分：残留物含量 容量法；
- 第 5 部分：水分 卡尔·费休法；
- 第 6 部分：油含量 重量法和红外吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁含量 邻菲罗啉分光光度法。

本部分是 GB/T 8570 的第 7 部分。

本部分代替 GB/T 8570.7—1988《液体无水氨 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法》。

本部分与 ISO 6685:1982 的一致性程度为非等效。

本版与前版的主要差异是：

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法执行 HG/T 2843 标准；
- 增加了安全警示的内容；
- 按新要求规范了标准的格式。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、东方航空股份有限公司安全保障部。

本部分主要起草人：冯卓、武娟、季敏、陈洁。

本部分于 1988 年首次发布。

液体无水氨的测定方法

第7部分:铁含量 邻菲罗啉分光光度法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律规定的条件。液体无水氨高毒,对皮肤、黏膜和眼睛有腐蚀性,接触可引起严重灼伤。操作时应进行适当防护。

1 范围

GB/T 8570 的本部分规定了采用邻菲罗啉分光光度法测定液体无水氨的铁含量。
本部分适用于液体无水氨的铁含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 8570 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 8570.1 液体无水氨的测定方法 第1部分:实验室样品的采取
GB/T 8570.3—2010 液体无水氨的测定方法 第3部分:残留物含量 重量法
HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 原理

液氨试料在室温下蒸发后,用盐酸溶液蒸发残留物中的铁,用抗坏血酸将三价铁还原成二价铁,在 pH 值为 2~9 时,二价铁与邻菲罗啉生成橙红色络合物,在最大吸收波长 510 nm 处,用分光光度计测定其吸光度,计算出铁含量。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器;
- 4.2 取样装置,见 GB/T 8570.3—2010 中的 5.2;
- 4.3 分光光度计,带 3 cm 比色皿。

5 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液具有腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗或适合的方式进行处理,如有不适应立即就医。

本标准中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

- 5.1 硫酸溶液,质量分数为 10%;
- 5.2 盐酸溶液,质量分数为 10%;
- 5.3 氨水溶液,质量分数为 2.5%;
- 5.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH 值约为 4.5;
- 5.5 抗坏血酸溶液,20 g/L,该溶液贮存于棕色瓶中,使用期约为 10 d;
- 5.6 邻菲罗啉溶液,2 g/L;

- 5.7 铁标准溶液,1 mL 溶液中含有 1 mg 铁(Fe);
- 5.8 铁标准溶液,1 mL 溶液中含有 0.01 mg 铁(Fe),用铁标准溶液(5.7)准确稀释 100 倍,当日使用。
- 5.9 甲基红指示液,1 g/L;
- 5.10 对硝基苯酚指示液,1 g/L;
- 5.11 冷冻剂,固体二氧化碳(干冰)和工业酒精的混合物,致冷温度-35℃~-40℃;
- 5.12 硅脂,润滑玻璃活塞用。

6 采样

按 GB/T 8570.1 规定进行。

7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

7.1 试样

按 GB/T 8570.3—2010 中 7.1 采取试样。

7.2 测定

7.2.1 标准曲线的绘制

7.2.1.1 标准比色溶液的制备

于六只 100 mL 烧杯中,分别加入 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 铁标准溶液(5.8),加水至约 60 mL,用盐酸溶液或氨水溶液调节试液的 pH 值接近 2(用精密 pH 试纸检验),加 2.5 mL 抗坏血酸溶液和 10 mL 缓冲溶液,摇匀后加入 5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀后放置 10 min。

7.2.1.2 吸光度测定

将部分显色溶液移入 3 cm 比色皿中,以空白溶液(7.2.1.1 中的 0 mL)作参比溶液,于分光光度计波长 510 nm 处测定其吸光度。

7.2.1.3 标准曲线的绘制

以 100 mL 标准比色溶液中所含铁的微克数为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7.2.2 试液的制备和测定

7.2.2.1 试液的制备

从杜瓦瓶中取出含试样的试管,让氨在室温下经两端慢慢蒸发,直到试管底部为由氨水、油和其他在室温下不挥发物所组成的蒸发残留物为止。加 3 mL 盐酸溶液于试管中,使蒸发残留物的水溶液呈酸性,然后将其全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取一定量体积相同的上述溶液两份,于两个 100 mL 容量瓶中,向其中的一个容量瓶中加入 1.00 mL 铁标准溶液(5.8),分别加水至约 60 mL,并用盐酸溶液或氨水溶液调节试液的 pH 值接近 2(用精密 pH 试纸检验),分别加 2.5 mL 抗坏血酸溶液和 10 mL 缓冲溶液,摇匀后向含铁标准溶液的容量瓶中加入 5 mL 邻菲罗啉溶液,再分别用水稀释至刻度,摇匀后放置 10 min。

7.2.2.2 吸光度的测定

以未加邻菲罗啉溶液显色的试液所参比,在波长 510 nm 处,将分光光度计的吸光度调节至零点,测定显色试液的吸光度。

8 分析结果的表述

铁含量 w_1 ,以铁(Fe)质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 d}{m \times 1\,000\,000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——所取试液中铁的质量的数值(从标准曲线上查出显色试液吸光度对应的铁的质量,减去1.00 mL铁标准溶液相对应的铁的质量),单位为微克(μg);

d ——试液总体积和用于显色的分取试液的体积的比值;

m ——试料质量[为收集于试管中的液氮毫升数乘以0.68(0.68 g/mL为液氮的密度)和两个锥形瓶及所附自连接点5处起的连接管的质量增量之和]的数值,单位为克(g)。

计算结果保留到五位小数,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

9 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于100%。



M **MACY** **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
中华人民共和国
国家标准
HTTP://www.macylab.com TEL: 4686

液体无水氨的测定方法
第7部分:铁含量 邻菲罗啉分光光度法
GB/T 8570.7—2010

*

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

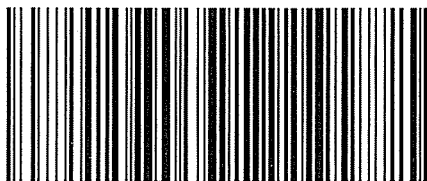
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-40611 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 8570.7—2010

打印日期: 2010年11月24日 F055