

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 4348.3—2002

工业用氢氧化钠 铁含量的测定
1,10-菲啰啉分光光度法

Sodium hydroxide for industrial use—Determination of iron
content—1,10-Phenanthroline photometric method

2002-05-29 发布

2002-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准等效采用国际标准 ISO 983:1974(1997)《工业用氢氧化钠 铁含量的测定 1,10-菲啰啉光度法》对国家标准 GB/T 4348.3—1984《工业用氢氧化钠中铁含量的测定 邻菲啰啉光度法》修订而成。

本标准与 ISO 983:1974(1997)主要技术差异为：

——使用对硝基酚指示剂溶液代替甲基橙指示剂作为中和用指示剂，免除了用溴水除色造成人身损害和环境污染。

——样品取样量不同；本标准规定液体样品取 25 g～30 g，固体样品取 15 g～20 g 并对试剂用量做了调整。

本标准与 GB/T 4843.3—1984 的主要的技术差异为：

——本标准使用的还原剂为盐酸羟胺；前版为抗坏血酸。

——本标准规定液体样品取 25 g～30 g，固体样品取 15 g～20 g；前版均取 10 g 样品。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 4348.3—1984。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(TC 63/SC 6)归口。

本标准负责起草单位：锦西化工研究院、黑龙江齐化化工有限责任公司。

本标准主要起草人：胡立明、吕华、陈沛云、李富荣。

本标准于 1984 年首次发布。

ISO 前言

ISO (国际标准化组织) 是一个世界性的国家标准协会 (ISO 成员团体) 的联合机构, 开展国际标准工作, 由 ISO 技术委员会进行。对技术委员会已经建立了的项目感兴趣的成员体, 都有权派代表参加该技术委员会。国际组织, 包括政府和非政府组织, 经与 ISO 联系也可参加此项工作。

技术委员会所采纳的国际标准草案在被 ISO 理事会接受为国际标准之前, 先散发给各成员国征求意见。

国际标准 ISO 983, 由化学技术委员会 ISO/TC 47 起草, 并于 1973 年 9 月通知各会员国。

下列国家成员体表示同意:

奥地利	印度	南非
比利时	爱尔兰	西班牙
保加利亚	以色列	瑞士
智利	意大利	泰国
捷克斯洛伐克	荷兰	土耳其
埃及	新西兰	英国
法国	波兰	苏联
德国	葡萄牙	南斯拉夫
匈牙利	罗马尼亚	

本标准也被国际理论化学和应用化学联合会 (IUPAC) 承认。

没有成员国表示反对。

本标准是由 ISO 推荐标准 R 983:1969 进行技术修订而成并取代该推荐标准。

工业用氢氧化钠 铁含量的测定
1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 4348.3—2002
eqv ISO 983:1974(1997)

代替 GB/T 4348.3—1984

Sodium hydroxide for industrial use—Determination of iron
content—1,10-Phenanthroline photometric method

1 范围

本标准规定了 1,10-菲啰啉分光光度法测定工业用氢氧化钠中铁含量的方法。
本标准适用于铁含量的质量分数大于或等于 0.000 05% 的各级工业用氢氧化钠产品。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

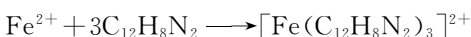
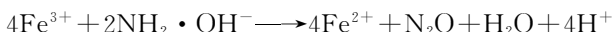
GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 604—1988 化学试剂 酸碱指示剂 pH 变色域测定通用方法

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 原理

用盐酸羟胺将试样溶液中 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ,在缓冲溶液($\text{pH}=4.9$)体系中 Fe^{2+} 同 1,10-菲啰啉生成桔红色络合物,该络合物在波长 510 nm 下测定其吸光度,反应式如下:



4 试剂和材料

本方法所用试剂和水,均为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品,除本标准规定外,均按 GB/T 603、GB/T 604 规定制备。

4.1 盐酸。

4.2 氨水。

4.3 硫酸。

4.4 盐酸羟胺溶液:10 g/L。

4.5 乙酸乙酸钠缓冲溶液: $\text{pH}=4.9$ 。

称取 272 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于水,加 240 mL 冰乙酸,稀释至 1 000 mL。

4.6 铁标准溶液:1 mL 含有 0.200 mg 铁。

称取 1.404 3 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,准确至 0.000 1 g,溶于 200 mL 水中,加入 20 mL 硫酸(4.3),冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.7 铁标准溶液:1 mL 含有 0.010 mg 铁。

取 25.00 mL 铁标准溶液(4.6),移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。该溶液要在使用前配制。

4.8 对硝基酚溶液:2.5 g/L。

4.9 1,10-菲啰啉溶液:2.5 g/L。

5 仪器

一般试验室仪器和分光光度计。

6 操作步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准参比液的配制

依次取 0.0、1.0 mL、2.5 mL、4.0 mL、5.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、12.0 mL、15.0 mL 铁标准溶液(4.7)于 100 mL 容量瓶中,分别在每个容量瓶中,加 0.5 mL 盐酸(4.1)并加入约 50 mL 水,然后加入 5 mL 盐酸羟氨,20 mL 缓冲溶液及 5 mL 的 1,10-菲啰啉溶液,用水稀释至刻度、摇匀。静置 10 min。

6.1.2 标准参比液吸光度的测定

以不加铁标准溶液的参比液调整仪器的吸光度为零,在波长 510 nm 处,按所测样品铁含量范围选用相应规格的比色皿,见表 1,测定标准参比液的吸光度。

表 1

三氧化二铁的质量分数/%	比色皿规格/cm
<0.005	5
0.005~0.01	2 或 3
0.01~0.015	2 或 1
0.015~0.03	1 或 0.5

以 100 mL 标准参比液所含铁的质量(mg)为横坐标,与其相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

6.2 取样

用称量瓶称取 15 g~20 g 固体或 25 g~30 g 液体氢氧化钠样品,准确至 0.01 g。

6.3 测定

6.3.1 空白试验

在 500 mL 烧杯中,加入 25 mL 水和与中和样品(6.2)等量的盐酸(4.1),加入 2~3 滴对硝基酚指示剂溶液,然后用氨水(4.2)中和至浅黄色,逐滴加入盐酸(4.1)调至溶液为无色,再过量 2 mL,煮沸 5 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。然后按(6.3.3)所述进行处理。

6.3.2 试样溶液的制备

将称取样品(6.2)移入 500 mL 烧杯中,加水溶解约至 120 mL,加 2~3 滴对硝基酚指示剂溶液,用盐酸(4.1)中和至黄色消失为止,再过量 2 mL,煮沸 5 min,冷却至室温后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。然后按(6.3.3)进行处理。

6.3.3 显色

取 50.00 mL 试样溶液(6.3.2)移入 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸羟氨、20 mL 缓冲溶液及 5 mL 的 1,10-菲啰啉溶液,用水稀释至刻度、摇匀。静置 10 min。

6.3.4 试样吸光度的测定

按(6.1.2)所述测定溶液(6.3.3)吸光度,测定前用空白试验溶液(6.3.1)调整仪器吸光度为零。

7 结果表述

铁的质量分数 X ,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(1)计算:

$$X = m_1 \times \frac{250}{50} \times \frac{1\,000}{m_0} = \frac{5\,000\,m_1}{m_0}$$

.....(1)

式中: m_1 ——试液吸光度相对应的铁的质量,mg;
 m_0 ——试样质量,g。

或以质量分数(%)表示的三氧化二铁含量 X_1 按式(2)计算:

$$X_1 = 1.429\,7 \times 10^{-4} X$$

.....(2)

式中: 1.429 7——铁与三氧化二铁的折算系数。

8 允许差

平行测定结果之差的绝对值不应超过下列数值:

$$X_1 \leq 0.002\,0\% : 0.000\,1\%$$

$$X_1 > 0.002\,0\% : 0.000\,5\%$$

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用氢氧化钠 铁含量的测定
1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 4348.3—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 11 千字
2002 年 11 月第一版 2002 年 11 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066 · 1-18885 定价 8.00 元

网址 www.bzchs.com

版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533



GB/T 4348.3—2002