



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 镉量的测定
- 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。

铈及三氧化二铈化学分析方法

铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

1 范围

本部分规定了铈及三氧化二铈中铁量的测定方法。

本部分适用于铈及三氧化二铈中铁量的测定。测定范围:0.000 20%~0.30%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解,加酒石酸钾钠络合铈,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 $\mu\text{g}/\text{mL}$)