

ICS 71.080.40
G 15

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1499.6—1997

精己二酸中铁含量的测定 快速法

Pure adipic acid—Determination of
content of iron—Simple method

1997-07-12 发布

1997-12-01 实施

中国石油化工总公司 发布

前 言

本标准等效采用ГОСТ 10558—80 * (1989年9月通过 No. 2, 1992年3月通过 No. 3 修改通知单)《己二酸 技术条件》附录2 铁的质量分数的测定(快速法)。

按ГОСТ 10558 规定,当pH值调节至3.4~3.6时,试样未能完全溶解,本标准将溶液的pH值修改为 6.5 ± 0.1 ,可得到满意结果。

本标准是本次修订SH/T 1499—92时增加的试验方法。本法采用湿法直接测定的技术路线,以免除SH/T 1499.5—1997中试样需经灰化灼烧的预处理步骤,可缩短分析周期。

本版本按GB/T 1.1—1993的编辑要求进行编写。

本标准由辽阳石油化纤公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会归口。

本标准由辽阳石油化纤公司质检处负责起草。

本标准主要起草人:郭书荣、徐岩、王泽安、应玉芝、温荣。

本标准于1997年7月12日首次发布。

中华人民共和国石油化工行业标准

精己二酸中铁含量的测定 快速法

SH/T 1499.6—1997

Pure adipic acid—Determination of content of iron—Simple method

1 范围

本标准规定了精己二酸中铁含量测定的湿法直接测定方法——1,10-菲罗啉分光光度法。
本标准适用于精己二酸中铁含量的测定。最小测定浓度为 0.1mg/kg。

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 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6679—86 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样经过酸化处理后,在酸性介质中,三价铁离子被硫酸羟胺还原成二价铁离子,再经氨水调节 pH 至 6.5 ± 0.1 ,二价铁离子与 1,10-菲罗啉生成橙红色络合物,于波长 510nm 和 600nm 处测定溶液的吸光度之差,从工作曲线上查得铁的质量,计算出试样中铁的含量。

4 试剂和溶液

除另有注明外,所用的试剂均为分析纯,所用的水均符合 GB/T 6682 规定的三级水规格。

4.1 氨水:25%(m/m)~28%(m/m)。

4.2 氨水溶液[12%(m/m)]。

4.3 乙酸溶液[10%(m/m)]:用优级纯乙酸配制。

4.4 盐酸溶液[18%(m/m)]。

4.5 硫酸溶液[16%(m/m)]。

4.6 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=0.01\text{mol/L}$]:按 GB/T 601 中 4.2 条配制 $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 的盐酸溶液,将此溶液稀释 10 倍可得 $c(\text{HCl})=0.01\text{mol/L}$ 盐酸溶液。

4.7 硫酸羟胺溶液[10%(m/m)]。

4.8 1,10-盐酸菲罗啉溶液(0.02mol/L):称取 0.2347g 1,10-盐酸菲罗啉于烧杯中,加水约 30mL,搅拌,溶解,然后移入 50mL 容量瓶中,加水稀释至刻度并摇匀。暗处贮存。

4.9 铁标准溶液:

A 溶液(1 mgFe²⁺/mL):称取 0.702g 硫酸亚铁铵[(NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O]溶于水,加 0.4mL 硫酸溶液(4.5),移入 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

中国石油化工总公司 1997-07-12 批准

1997-12-01 实施