



中华人民共和国国家标准

GB/T 3049—2006/ISO 6685:1982
代替 GB/T 3049—1986

工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

Chemical products for industrial use—General method for determination
of iron content—1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

(ISO 6685:1982, IDT)

2006-12-29 发布

2007-06-01 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

本标准等同采用国际标准 ISO 6685:1982《工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法》。

本标准与国际标准 ISO 6685:1982(E)在技术内容上相同,但包含下述小的编辑性修改:

- 用小数点“.”代替逗号“,”;
- 用“本标准”代替“本国际标准”;
- 将“附录”改为“附录 A(资料性附录)”。

本标准代替 GB/T 3049—1986《工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法》。

本标准与 GB/T 3049—1986 相比,主要变化如下:

- 试验中所用试剂的浓度均有所改变(1986 年版第 3 章,本版第 4 章);
- 由于试剂浓度的变化,因此加入的试剂量也发生了改变(1986 年版第 5 章,本版第 6 章);
- 增加了光程为 4 cm 或 5 cm 的比色皿,取消了 0.5 cm 和 3 cm 光程的比色皿(1986 年版 4.2,本版 5.1);
- 规定显色时间不少于 15 min(本版第 6 章);
- 依据国际标准,取消了附录 B 中不干扰离子 La^{3+} 、 Ce^{3+} 、 Al^{3+} 、 Th^{4+} 、 ClO_4^- 、 CO_3^{2-} (1986 年版附录 B,本版第 2 章);
- 取消了附录 C、附录 D 中干扰离子 S^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 NO_2^- 、 MnO_4^- 、 Cr^{3+} 、 F^- 及相应的消除干扰方法(1986 年版附录 C、附录 D,本版附录 A);
- 增加了部分干扰离子的消除方法(1986 年版附录 C 和附录 D,本版附录 A)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:天津出入境检验检疫局、山东出入境检验检疫局、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘绍从、赵祖亮、刘幽若、孙书军、陆思伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:GB/T 3049—1986。

工业用化工产品 铁含量测定的通用方法

1,10-菲啰啉分光光度法

1 范围

本标准规定了测定化工产品中铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法。

本标准描述了溶液中铁含量的测定技术。在制备试验溶液时,应参考与所分析产品有关的标准对本方法进行必要的修改使其适合产品的测定。

2 适用领域

本标准适用于所取试液中铁含量为 $10\ \mu\text{g}\sim 500\ \mu\text{g}$,其体积不大于 60 mL。

大量的碱金属、钙、锶、钡、镁、锰(II)、砷(III)、砷(V)、铀(VI)、铅、氯离子、溴离子、碘离子、硫氰酸根、乙酸根、氯酸根、硫酸根、硝酸根、硫离子、偏硼酸根、硒酸根、柠檬酸根、酒石酸根、磷酸根和 100 mg 以下的锆(IV)在试验溶液中,对测定无干扰。如试验溶液中存在柠檬酸根、酒石酸根、砷酸根或大于 100 mg 的磷酸根,显色速度变慢。

干扰和消除的方法参见附录 A。

3 原理

用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 pH 值为 2~9 时, Fe^{2+} 与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物,在分光光度计最大吸收波长(510 nm)处测定其吸光度。

在特定的条件下,络合物在 pH 值为 4~6 时测定。

4 试剂

分析时只能使用分析纯试剂,蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 盐酸,180 g/L 溶液

将 409 mL 质量分数为 38% 的盐酸溶液($\rho=1.19\ \text{g/mL}$)用水稀释至 1 000 mL,并混匀(操作时要小心)。

4.2 氨水,85 g/L 溶液

将 374 mL 质量分数为 25% 氨水($\rho=0.910\ \text{g/mL}$)用水稀释至 1 000 mL 并混匀。

4.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,在 20℃ 时 pH=4.5

称取 164 g 无水乙酸钠用 500 mL 水溶解,加 240 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.4 抗坏血酸,100 g/L 溶液

该溶液一周后不能使用。

4.5 1,10-菲啰啉盐酸一水合物($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{HCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$),或 1,10-菲啰啉一水合物($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$), 1 g/L 溶液

用水溶解 1 g 1,10-菲啰啉一水合物或 1,10-菲啰啉盐酸一水合物,并稀释至 1 000 mL。

避光保存,使用无色溶液。

4.6 铁标准溶液,每升含有 0.200 g 的铁(Fe)

按下法之一制备。

4.6.1 称取 1.727 g 十二水硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,精确至 0.001 g,用约 200 mL 水溶