



中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.2—2009

二氧化锡化学分析方法 第2部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of stannic oxide—
Part 2: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline photometric method

2009-01-05 发布

2009-11-01 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 23274—2009《二氧化锡化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：二氧化锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铅、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：硫酸盐的测定 目视比浊法；
- 第 7 部分：盐酸可溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：灼烧失重的测定 重量法。

本部分为第 2 部分。

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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司、云南红河出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：海兰、张丽梅、林文霜、江寨伸、寿洁云、张静。

二氧化锡化学分析方法

第2部分:铁量的测定

1,10-二氮杂菲分光光度法

1 范围

GB/T 23274 的本部分规定了二氧化锡中铁含量的测定方法。

本部分适用于二氧化锡中铁含量的测定,测定范围为 0.010%~0.070%。

2 方法提要

试料经氢氧化钠熔融,用酒石酸、EDTA 掩蔽共存元素的干扰,在 pH5~pH6 溶液中,用盐酸羟胺将 Fe(Ⅲ)还原为 Fe(Ⅱ),与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

试验用水为三级蒸馏水。

3.1 氢氧化钠(GR)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 氨水(1+1)。

3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.6 EDTA 溶液(25 g/L)。

3.7 对硝基酚溶液(1 g/L)。

3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.9 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 1,10-二氮杂菲,用 10 mL 无水乙醇溶解后,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.10 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁(铁的质量分数 \geq 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.2),盖上表皿,加 1 mL 过氧化氢(3.3),微热溶解完全并煮沸赶尽氯气,冷却。用水吹洗表皿及杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铁。

3.11 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铁。

4 试样

试样需密封包装。

5 分析步骤

5.1 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。