

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.7—2010
代替 YS/T 74.7—1994

镉化学分析方法 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 7: Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
镉化学分析方法
第7部分:铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法
YS/T 74.7—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号:155066·2-21443

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.7—1994《镉化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量》，本部分与原标准相比，主要变化如下：

- 分析范围的上限由原来的 0.006% 扩展至 0.010%；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 增加了警告性提示；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位：河南豫光金铅股份有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分主要起草人：李军华、孔建敏、李向青、姜求韬、张小军、杨艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.7—1994；
- GB/T 2132—1980。

镉化学分析方法

第7部分:铁量的测定

1,10-二氮杂菲分光光度法

警告——使用有机试剂时建议戴口罩,在通风设施良好的地方操作。

1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中铁量的测定方法。

本部分适用于镉中铁量的测定。测定的范围:0.000 5%~0.010%。

2 方法原理

在盐酸(3+2)介质中,用乙酸异戊酯萃取三价铁,以盐酸羟胺溶液反萃取并将其还原为二价,与大量镉及干扰元素分离,其他少量干扰元素以乙二胺四乙酸二钠掩蔽。在微酸性介质(pH5~pH6)中,二价铁与1,10-二氮杂菲形成有色配合物,于分光光度计波长510 nm处,测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。
- 3.4 乙酸异戊酯。
- 3.5 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.6 过氧化氢(30%)。
- 3.7 硝酸(1+1)。
- 3.8 盐酸(1+1)。
- 3.9 盐酸(3+2)。
- 3.10 硫酸(1+1)。
- 3.11 氨水(1+1)。
- 3.12 盐酸羟胺溶液(20 g/L)。
- 3.13 乙酸铵溶液(400 g/L)。
- 3.14 乙二胺四乙酸二钠溶液(100 g/L):称取10 g乙二胺四乙酸二钠,溶于水中,加数滴氨水(3.5),搅拌至溶解完全,用水稀释至100 mL。
- 3.15 1,10-二氮杂菲溶液($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)(5 g/L):称取0.5 g 1,10-二氮杂菲溶于水中,加入数滴盐酸(3.8),搅拌至溶解完全,用水稀释至100 mL。
- 3.16 铁标准贮存溶液:称取0.100 0 g金属铁($w_{Fe} \geq 99.99\%$)加入10 mL硫酸(3.10),加数滴过氧化氢(3.6),加热至溶解完全。冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μ g铁。