



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.2—2013
代替 GB/T 3260.2—2000

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 tin—
Part 2: Determination of iron content—
1,10-phenanthroline photometric method

2013-12-17 发布

2014-09-01 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 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.2—2000《锡化学分析方法 铁量的测定》的修订，本部分与 GB/T 3260.2—2000 相比，主要技术内容变化如下：

- 采用柠檬酸掩蔽锡(IV)；
- 1,10-二氮杂菲的用量由 5 mL 改为 3 mL；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

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：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分参加起草单位：西北有色金属研究院、昆明冶金研究院、北京矿冶研究总院、鲅鱼圈出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：赵如琳、海兰、张修华、陈小芳、孙宝莲、周恺、姜求韬、冯先进、李延超、刘维理、李蓉、杨赟金、褚宁、张红玲、苏爱萍、王骏峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.2—1982；
- GB/T 3260.2—2000。

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 3260 的本部分规定了锡中铁量的测定方法。

本部分适用于锡中铁量的测定。测定范围为 0.000 50%~0.060 0%。

2 方法提要

试料经盐酸及过氧化氢溶解,以对硝基酚为指示剂,用稀氨水中和至试液 pH 值为 5~6,加入盐酸羟胺还原铁(Ⅲ),铁(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

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 氨水(2+1)。

3.5 柠檬酸溶液(400 g/L)。

3.6 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(25 g/L)。

3.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.8 硫代硫酸钠溶液(200 g/L);贮存于棕色瓶中。

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,加入 10 mL 无水乙醇溶解后,用水稀释至 100 mL,混匀,贮存于棕色瓶中。

3.10 对硝基酚溶液(0.5 g/L)。

3.11 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁($w_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 盐酸(3.1),0.5 mL 过氧化氢(3.2),微热溶解完全,煮沸驱除游离氯,冷却。用水吹洗表皿和杯壁,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 μg 铁。

3.12 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(3.11)于 500 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 分析步骤

4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。