

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.2—2000

锡化学分析方法 铁量的测定

Methods for chemical analysis of tin—
Determination of iron content

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 3260.2—1982《锡化学分析方法 邻菲罗啉光度法测定铁》的修订,修订的主要内容:加入硫代硫酸钠溶液掩蔽银,以消除其对测定铁的干扰;调 pH 时用 pH 试纸检验改为加入对硝基酚作指示剂;将火焰原子吸收光谱法作为附录(标准的附录)列入。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准中附录 A 是标准的附录;附录 B 是提示的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 3260.2—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由云南锡业公司、广西柳州华锡集团公司负责起草。

本标准由云南锡业公司研究设计院、柳州华锡集团有限责任公司柳州冶炼厂起草。

本标准主要起草人:杨伯康、白家源、陈旭峰、张俊阳。

中华人民共和国国家标准

锡化学分析方法 铁量的测定

GB/T 3260.2—2000

Methods for chemical analysis of tin— Determination of iron content

代替 GB/T 3260.2—1982

1 范围

本标准规定了锡中铁含量的测定方法。

本标准适用于锡中铁含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.060%。

2 方法提要

试料用盐酸,过氧化氢溶解。于 pH5~6 介质中,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。

在显色溶液中含有 1 g 锡,10 mg 铅,0.5 mg 铜,0.2 mg 镍、0.02 mg 钴,铋、锑、砷各 1 mg 时,用酒石酸、乙二胺四乙酸二钠络合,可以消除干扰。小于 10 mg 银用硫代硫酸钠掩蔽,可消除干扰。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 氨水(2+1)。

3.5 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.6 酒石酸溶液(400 g/L)。

3.7 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(25 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 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($\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 盐酸(3.1)、1 mL 过氧化氢,加热至完全溶解并煮沸驱除游离氯,冷却。用水吹洗表皿和杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,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 铁标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,加 2 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。