ICS 71.060.40
G 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 4348.3—2012
代替 GB/T 4348.3—2002

工业用氢氧化钠
铁含量的测定　1,10-菲啰啉分光光度法

Sodium hydroxide for industrial use—
Determination of iron content—1,10-phenanthroline photometric method

2012-12-31 发布　　2013-08-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4348.3—2002《工业用氢氧化钠　铁含量的测定　1,10-菲啰啉分光光度法》,与 GB/T 4348.3—2002 相比,主要技术变化如下:

——修改了规范性引用文件(见第 2 章,2002 年版的第 2 章);

——修改了 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 用还原剂(见 3、6.1.1 和 6.4,2002 年版的 3、6.1.1 和 6.3.3);

——修改了部分试剂(见第 4 章,2002 年版的第 4 章);

——修改了标准比色液的配制(见 6.1.1,2002 年版的 6.1.1);

——修改了调整分光光度计零点用溶液(见 6.1.2 和 6.5,2002 年版的 6.1.2 和 6.3.4);

——修改了取样量(见 6.2,2002 年版的 6.2);

——修改了结果计算公式(见第 7 章,2002 年版的第 7 章);

——增加了试验报告章(见第 9 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本标准起草单位:山东大地盐化集团有限公司、福建湄洲湾氯碱工业有限公司、锦西化工研究院、宜宾天原集团股份有限公司。

本标准主要起草人:陈沛云、孙文勇、叶乃义、刘小星、李富荣、胡立明、田友利。

本标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4348.3—1984、GB/T 4348.3—2002。

工业用氢氧化钠
铁含量的测定　1,10-菲啰啉分光光度法

警告：本试验方法中所分析的产品和使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医治疗。

1　范围

本标准规定了1,10-菲啰啉分光光度法测定工业用氢氧化钠中铁含量的方法。

本标准适用于铁含量大于或等于0.000 05%(质量分数)的工业用氢氧化钠产品。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 603　化学试剂　试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD)

3　原理

抗坏血酸将试样溶液中Fe^{3+}还原成Fe^{2+}，在pH值为4～6时，Fe^{2+}同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，反应式如下：

$$2Fe^{3+} + C_6H_8O_6 \longrightarrow 2Fe^{2+} + C_6H_6O_6 + 2H^+$$

$$Fe^{2+} + 3C_{12}H_8N_2 \longrightarrow [Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$$

4　试剂和材料

本方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。试验中所需标准溶液、制剂及制品，除本标准规定外，均按GB/T 603规定制备。

4.1　盐酸。

4.2　氨水。

4.3　盐酸溶液：1+3。

4.4　氨水溶液：1+9。

4.5　抗坏血酸溶液：10 g/L。

该溶液一周后不能使用。

4.6　乙酸乙酸钠缓冲溶液：pH=4.5。

称取164 g无水乙酸钠(CH_3COONa)，用500 mL水溶解，加240 mL冰乙酸，用水稀释至1 000 mL。

4.7　铁标准溶液：0.200 mg/mL。

称取1.727 g十二水硫酸铁铵[$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]，精确到0.001 g，用约200 mL水溶解，加

20 mL(1+1)硫酸溶液,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.8 铁标准溶液:0.010 mg/mL。

移取25.00 mL铁标准溶液(4.7),置于500 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前配制。

4.9 对硝基酚指示液:2.5g/L。

称取0.25 g对硝基酚,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至100 mL。

4.10 1,10-菲啰啉溶液:1 g/L。

称取1.0 g 1,10-菲啰啉一水合物或1,10-菲啰啉盐酸一水合物,用水溶解并稀释至1 000 mL。

该溶液避光保存。使用无色溶液。

5 仪器

一般实验室仪器和分光光度计(具有0.5cm、1 cm、2 cm、3 cm和5 cm等比色皿)。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准比色液的配制

根据试样溶液中预计的铁含量,按表1指出的范围在一系列100 mL容量瓶中分别加入给定体积的铁标准溶液(4.8),加水约至60 mL,再加0.2 mL的盐酸溶液(4.3)和1 mL抗坏血酸溶液,然后加20 mL缓冲溶液和10 mL 1,10-菲啰啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置10 min。

表1

试样溶液中预计的铁含量/μg			
25～250		10～100	
铁标准溶液(4.8)/mL	对应的铁含量/μg	铁标准溶液(4.8)/mL	对应的铁含量/μg
0[a]	0	0[a]	0
3.00	30	0.50	5
5.00	50	1.00	10
7.00	70	2.00	20
9.00	90	3.00	30
11.00	110	4.00	40
13.00	130	5.00	50
[a] 试剂空白溶液。			

6.1.2 吸光度的测定

选择适宜的比色皿(见表2),于最大吸收波长(510 nm)处,以水为参比,将分光光度计的吸光度调至零,进行吸光度的测定。

表 2

三氧化二铁的质量分数/%	比色皿规格/cm
＜ 0.005	5
0.005～0.01	2 或 3
0.01～0.015	2 或 1
0.015～0.03	1 或 0.5

6.1.3 标准曲线绘制或一元线性回归

从标准比色溶液的吸光度中扣除空白试验吸光度，以 100 mL 标准比色溶液中铁的质量(μg)为横坐标，与其对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线或回归一元线性方程。

6.2 试样溶液制备

称取相当于氢氧化钠(10～15)g 的固体或液体试样(精确到 0.01 g)，置于适量的烧杯中，加水溶解约至 120 mL，加(2～3)滴对硝基酚指示液，用盐酸(4.1)中和至无色，再过量 1 mL，煮沸 5 min，冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3 空白试验

不加试样溶液，加 120 mL 水和中和试样(6.2)等量的盐酸于适量的烧杯中，加(2～3)滴对硝基酚指示液，用氨水(4.2)中和至浅黄色，逐滴加入盐酸(4.1)调至溶液为无色，再过量 1 mL，煮沸 5 min，冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀。

6.4 显色

分别移取 50.00 mL 试样溶液和 50.00 mL 的空白溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(4.3)或氨水溶液(4.4)调整 pH 值约为 2(用精密试纸检查 pH)。加 1 mL 抗坏血酸溶液，然后加 20 mL 缓冲溶液和 10 mL 1,10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度、摇匀。放置 10 min。

6.5 吸光度测定

按 6.1.2 规定进行。

7 结果计算

铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数(w)计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w = 1.429\ 7 \times \frac{m_2 \times 10^{-6}}{m_1 \times 50/250} \times 100\% = 1.429\ 7 \times \frac{5m_2 \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

m_1 ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——与扣除空白后的试样吸光度相对应的由标准曲线上查得的或一元线性回归方程计算的铁的质量的数值，单位为微克(μg)；

1.429 7——铁与三氧化二铁的折算系数。

8 允许差

平行测定结果之差的绝对值不应超过下列数值：

——当 $w \leqslant 0.002\ 0\%$ 时：0.000 1%；

——当 $w > 0.002\ 0\%$ 时：0.000 5%。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

a) 识别测试样品所需的全部信息；

b) 使用的标准；

c) 试验结果，包括各单次试验结果和它们的算术平均值；

d) 与规定的分析步骤的差异；

e) 试验中观察到的异常现象说明；

f) 试验日期。