

ICS 71.060.50
G 13
备案号:34611—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4210—2011

工业用三氯化磷 铁含量的测定 分光光度法

Phosphorus trichloride for industrial use-determination of
iron content-spectrophotometric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2000 给出的规则进行起草。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利,本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

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/TC63/SC6)归口。

本标准起草单位:锦西化工研究院。

本标准主要起草人:胡立明、李富荣、田友利、朱世昌。

工业用三氯化磷 铁含量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了工业用三氯化磷中铁含量测定的方法。

本标准适用于工业用三氯化磷中铁含量大于或等于 0.000 1 % 的产品。

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,仅所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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982)

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

3 方法原理

用抗坏血酸将试样溶液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ,在 pH 为 4.5 的缓冲溶液体系中, Fe^{2+} 与 1,10-菲罗啉反应生成橙红色络合物,用分光光度计在 510 nm 处测定吸光度。

4 试剂和溶液

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 中规定的三级水或相当纯度的水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品在没有其他规定时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 氨水。

4.2 盐酸溶液:1+1。

4.3 抗坏血酸溶液:100 g/L。

称取 10.0 g 抗坏血酸,溶于水中,稀释至 100 mL。

4.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 4.5。

4.5 铁标准溶液:0.1 mg/mL。

4.6 铁标准溶液:0.01 mg/mL。

量取适量铁标准溶液(4.5),用水稀释 10 倍。该溶液使用前配制。

4.7 1,10-菲罗啉指示液:2.5 g/L。

5 仪器和设备

一般的实验室仪器和分光光度计。

6 分析步骤

安全提示:本标准中使用的样品和部分试剂具有毒性或腐蚀性,样品水解操作具有较大危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准比色液的配制

依次吸取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 铁标准溶液(4.6)分别置于六个 100 mL 的容量瓶中,加水约至 50 mL。用盐酸溶液调至溶液 pH 值为 2~3,然后加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲啰啉指示液,稀释至刻度,混匀。在室温下,放置 15 min。

6.1.2 吸光度的测定

用适宜的比色皿,于 510 nm 处,用空白调整分光光度计零点,测定吸光度。

6.1.3 绘制标准曲线

以 100 mL 标准比色溶液中铁的含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线或编制回归一元线性方程。

6.2 试样溶液制备

吸取约 6.3 mL 试样,置于已知质量的、干燥的称量瓶或安培球中,立即盖严或封严称量(精确至 0.01 g),然后连同称量瓶或安培球放入盛有 150 mL 水的 500 mL 烧杯中,摇动,待称量瓶的盖打开或安培球破碎,样品徐徐流出后,将烧杯放入 15 ℃ 左右冷水中冷却,并间断轻轻摇动烧杯,水解 30 min。水解后用氨水调节 pH 值为 4 左右(用精密 pH 试纸检验),加热煮沸 2 min。冷却至室温后移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

6.3 空白试验

空白试验与试料测定同时进行,采用与测定试料完全相同的分析步骤、试剂和用量。只是用水代替试料。

6.4 测定

吸取 25.00 mL 的试样溶液(6.2)于 100 mL 容量瓶中,加水约至 50 mL,用盐酸溶液调节溶液 pH 值 2~3(用精密 pH 试纸检验),加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲啰啉指示液,稀释至刻度,混匀,在室温下,放置 15 min。

用与标准曲线测定相同的比色皿,在 510 nm 处,以空白调整分光光度计的零点,测定吸光度。

7 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 25/250} \times 100 = \frac{m}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g);

m ——由标准曲线上查得的或回归线性方程中计算的试料中铁含量的数值,单位为毫克(mg)。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不超过 0.000 1 %。

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。
-

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 用 三 氯 化 磷 铁 含 量 的 测 定 分 光 光 度 法
HG/T 4210—2011
出 版 发 行：化 学 工 业 出 版 社
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
化 学 工 业 出 版 社 印 刷 厂
880mm×1230mm 1/16 印 张 1/2 字 数 7 千 字
2012 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷
书 号：155025·1218

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究