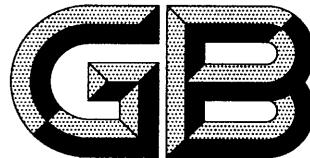


ICS 71.060.50
G 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 6276.6—2010
代替 GB/T 6276.6—1986

工业用碳酸氢铵的测定方法 第6部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法

Determination of ammonium hydrogen carbonate for industrial use—
Part 6: Iron content—*o*-Phenanthroline spectrophotometric method

(ISO 6685:1982, Chemical products for industrial use—
General method for determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometric method, NEQ)

2010-06-30 发布

2011-01-01 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 6276《工业用碳酸氢铵的测定方法》分为九个部分：

- 第1部分：碳酸氢铵含量 酸碱滴定法；
- 第2部分：氯化物含量 电位滴定法；
- 第3部分：硫化物含量 目视比浊法；
- 第4部分：硫酸盐含量 目视比浊法；
- 第5部分：灰分含量 重量法；
- 第6部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法；
- 第7部分：砷含量 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法；
- 第8部分：砷含量 砷斑法；
- 第9部分：重金属含量 目视比浊法。

本部分是 GB/T 6276 的第 6 部分。

本部分代替 GB/T 6276.6—1986《工业用碳酸氢铵 铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法》。

本部分与 ISO 6685:1982 的一致性程度为非等效。

本部分与 GB/T 6276.6—1986 的主要差异是：

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法执行 HG/T 2843 标准；
- 增加了平行测定结果允许差的规定。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心（上海）。

本部分主要起草人：周庆云、屈昕。

本部分于 1986 年首次发布。

工业用碳酸氢铵的测定方法

第6部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法

1 范围

GB/T 6276 的本部分规定了采用邻菲啰啉分光光度法测定工业用碳酸氢铵的铁含量。本部分适用于工业用碳酸氢铵铁含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6276 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 原理

用抗坏血酸将试液中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 值为 2~9 时,二价铁离子可与邻菲啰啉生成橙红色络合物,在最大吸收波长 510 nm 处,用分光光度计测定其吸光度,计算出铁含量。

4 仪器

4.1 一般实验室仪器;

4.2 分光光度计,带 1 cm 或 3 cm 比色皿。

5 试剂和材料

本标准中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

5.1 盐酸溶液, $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$;

5.2 氨水溶液,2.5%;

5.3 对硝基苯酚指示液,1 g/L;

5.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH 值约为 4.5;

5.5 抗坏血酸溶液,20 g/L,该溶液贮存于棕色瓶中,使用期约为 10 d;

5.6 邻菲啰啉溶液,2 g/L;

5.7 铁标准溶液,1 mg/mL;

5.8 铁标准溶液,0.01 mg/mL,用铁标准溶液(5.7)准确稀释 100 倍,当日使用。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准比色溶液的制备

于数只 100 mL 烧杯中,分别加入 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL…10.0 mL 铁标准溶液(5.8),加 40 mL 水和 10 mL 盐酸溶液,加两滴对硝基苯酚指示液,滴加氨水溶液至溶液刚好呈黄色,再用盐酸溶液滴至黄色褪去并过量 1.0 mL,加热至微沸,冷却后移入 100 mL 容量瓶中。

6.1.2 显色

于上述系列溶液中,加入 2.5 mL 抗坏血酸溶液,10 mL 缓冲溶液,摇匀后加入 5 mL 邻菲啰啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀后放置 10 min。

6.1.3 吸光度测定

将部分显色溶液移入1 cm或3 cm比色皿中,以空白溶液(6.1.1中的0 mL)作参比溶液,于分光光度计波长510 nm外测定其吸光度。

6.1.4 标准曲线的绘制

以 100 mL 标准比色溶液中所含铁的毫克数为横坐标, 相对应的吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。

6.2 测定

做两份试料的平行测定

称取 5 g~10 g 试样(精确到 0.1 g)置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,加热煮沸逐尽二氧化碳和氨,冷却后加入 10 mL 盐酸溶液,再加热煮沸 5 min,冷却后加两滴对硝基苯酚指示液,滴加氨水溶液至试液刚好呈黄色,以下步骤与 6.1 相同。

若试样中含有植物油脂肪酸防结块剂,称取5 g~10 g(精确至0.1 g),置于用热盐酸处理并清洗干净的100 mL瓷蒸发皿中,缓慢加热,待试料全部分解后,提高温度灼烧约半小时,直至蒸发皿内有机物全部分解,取出冷却后加40 mL水,10 mL盐酸溶液,再置于小火上加热至蒸发皿内的棕色物全部溶解,冷却后滴加2滴对硝基苯酚指示液,滴加氨水溶液至试液刚好呈黄色,以下步骤与6.1相同。

7 分析结果的表述

铁含量 w_1 , 以铁(Fe)质量分数计, 数值以%表示, 按式(1)计算:

武中。

m_1 —从标准曲线上查出的试液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后四位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 50%。

MACY 美析仪器
专业光度计系列生产厂家

HTTP://www.macylab.com

MACY INSTRUMENT

中华人民共和国
国家 标 准

工业用碳酸氢铵的测定方法
第6部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法

GB/T 6276.6—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

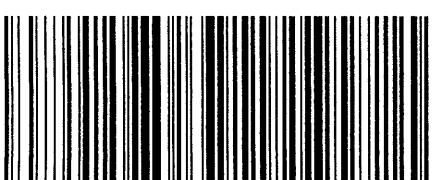
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

*

书号：155066·1-40242 定价 14.00 元

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



GB/T 6276.6-2010