

前 言

GB/T 19421《层状结晶二硅酸钠试验方法》分为 12 个部分：

- GB/T 19421.1 δ 相层状结晶二硅酸钠定性分析 X 射线衍射仪法；
- GB/T 19421.2 白度的测定；
- GB/T 19421.3 pH 值的测定；
- GB/T 19421.4 EDTA 容量法测定钙交换能力；
- GB/T 19421.5 EDTA 容量法测定镁交换能力；
- GB/T 19421.6 重量法测定灼烧火量；
- GB/T 19421.7 重量法测定湿存水量；
- GB/T 19421.8 邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁含量；
- GB/T 19421.9 容量法测定氧化钠含量；
- GB/T 19421.10 氟硅酸钾容量法测定二氧化硅含量；
- GB/T 19421.11 原子吸收分光光度法测定氧化钙含量；
- GB/T 19421.12 原子吸收分光光度法测定氧化镁含量。

本部分为 GB/T 19421 的第 8 部分。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本部分起草单位：山东铝业股份有限公司研究院、中国日用化学工业研究院。

本部分主要起草人：王云霞、苏献瑞。

层状结晶二硅酸钠试验方法

邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁含量

1 范围

GB/T 19421 的本部分规定了层状结晶二硅酸钠中邻菲罗啉比色法测定三氧化二铁的方法。

本部分适用于可用作洗涤助剂的层状结晶二硅酸钠中三氧化二铁含量(0.01%~0.1%)的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19421 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。

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

3 原理

在 0.12 mol/L 盐酸介质中,加盐酸羟胺还原 Fe^{3+} 为 Fe^{2+} ,在 pH 值 4~6 范围内加邻菲罗啉形成橙红色的络合物,用分光光度计测量吸光度。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

- 4.1 盐酸(GB/T 622),(1+3)溶液。
- 4.2 盐酸(GB/T 622),(1+1)溶液。
- 4.3 氟化铵(GB/T 1276),100 g/L 溶液。
- 4.4 硼酸(GB/T 628),优级纯,饱和溶液。
- 4.5 邻菲罗啉(GB/T 1293)。
- 4.6 冰乙酸(GB/T 676), $\rho=1.05$ g/mL。
- 4.7 盐酸羟胺(HG/T 3-967)。
- 4.8 乙酸钠(GB/T 693)。
- 4.9 混合显色剂:称取邻菲罗啉(4.5)0.5 g,加入冰乙酸(4.6)2 mL,溶解后加入水 500 mL,盐酸羟胺(4.7)5 g,乙酸钠(4.8)100 g,溶解后以定性快速滤纸过滤,稀释至 1 000 mL。
- 4.10 三氧化二铁,含量 99.99%。
- 4.11 氧化铁标准储存液:准确称取经 800℃ 马弗炉灼烧 1 h 后的三氧化二铁(4.10)1.000 0 g 于 250 mL 烧杯中,加入盐酸(4.2)60 mL,盖上表面皿,低温加热至完全溶解后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 三氧化二铁。
- 4.12 氧化铁标准溶液:移取氧化铁标准储存液(4.11)5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

普通实验室仪器和

5.1 马弗炉,可控温 800℃。

5.2 分光光度计,附有 1 cm 比色皿。

6 试验程序

6.1 校准曲线的绘制

在一组 100 mL 的容量瓶中加入氧化铁标准溶液(4.12),体积分别为 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加入盐酸(4.1)1 mL,混合显色剂(4.9)10 mL,加水至刻度,摇匀,放置 10 min。用 1 cm 比色皿,以水作参比,于波长 510 nm 处测量吸光度,以氧化铁的浓度为横坐标,以吸光度(减去零浓度的吸光度)为纵坐标绘制校准曲线。

6.2 试样制备

试样预先于 105℃±2℃ 烘箱中烘干 2 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,备称样用。

6.3 测定

随同试样进行空白试验。

称取 0.1 g 试样(6.2)(精确至 0.001 g)于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 水,加热煮沸 1 min,加入盐酸(4.1)4 mL,热溶解 1 min。冷却后加入氟化铵(4.3)4 mL,饱和硼酸(4.4)5 mL,移入 100 mL 容量瓶中,加入混合显色剂(4.9)10 mL,加水至刻度,摇匀,放置 10 min。用 1 cm 比色皿,以水作参比,于波长 510 nm 处测量吸光度。将所测吸光度减去空白溶液的吸光度后,从校准曲线上查出三氧化二铁含量。

7 结果计算

层状结晶二硅酸钠中三氧化二铁质量百分数以 $\text{Fe}_2\text{O}_3(\%)$ 表示,按公式(1)计算:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——由校准曲线上查得三氧化二铁的质量,单位为毫克(mg);

m ——试验份质量,单位为克(g)。

以两次平行测定的算术平均值表示到小数点后三位为测定结果。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005%,以大于 0.005% 的情况不超过 5% 为前提。