



中华人民共和国国家标准

GB/T 9984.6—2004
代替 GB/T 9984.6—1988

工业三聚磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法

**Sodium tripolyphosphate for industrial use—Determination of
iron content—2,2'-bipyridyl spectrophotometric method**

(ISO R 852:1968 Sodium tripolyphosphate and sodium pyrophosphate for industrial use—Determination of iron content—2,2'-bi-pyridyl spectrophotometric method, MOD)

2004-03-15 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 9984《工业三聚磷酸钠试验方法》系列标准分为 11 个部分：

GB/T 9984.1 工业三聚磷酸钠 白度的测定

GB/T 9984.2 工业三聚磷酸钠 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

GB/T 9984.3 工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐

GB/T 9984.4 工业三聚磷酸钠 水不溶物的测定

GB/T 9984.5 工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠 灼烧损失的测定

GB/T 9984.6 工业三聚磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法

GB/T 9984.7 工业三聚磷酸钠 pH 的测定 电位计法

GB/T 9984.8 工业三聚磷酸钠 颗粒度的测定

GB/T 9984.9 工业三聚磷酸钠 表观密度的测定 给定体积称量法

GB/T 9984.10 工业三聚磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法

GB/T 9984.11 工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定

本部分为 GB/T 9984 的第 6 部分。

本部分代替 GB/T 9984.6—1988《工业三聚磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法》。

本部分修改采用 ISO R 852:1968《工业用三聚磷酸钠和焦磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法》(英文版)。

本部分根据 ISO R 852:1968 重新起草,由于我国的法律要求和工业的特殊需要,本标准在采用国际标准时进行了以下技术性修改:

——以 1:1 盐酸溶液代替 ISO R 852:1968 的 12N 盐酸溶液;

——增加了精密度要求。

上述技术性差异在标准中已用垂直线标识在它们所涉及条款的页边右侧空白处。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

a) “本国际标准”一词改为“本标准”;

b) 用小数点“.”,代替作为小数点的逗号“,”;

c) 删除国际标准的前言。

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:国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)。

本部分主要起草人:李晓辉、姚晨之。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 9984.6—1988。

工业三聚磷酸钠 铁含量的测定

2,2'-联吡啶分光光度法

1 范围

本标准规定了用分光光度法测定工业三聚磷酸钠中的含铁量。

本标准适用于含铁量(以 Fe 表示)在 0.001% 以上的产品。

2 原理

在盐酸存在下,煮沸样品溶液 1 h,使三价铁离子游离出来。

用盐酸羟胺将三价铁离子还原成二价铁离子。加入 2,2'-联吡啶溶液及乙酸铵溶液,使试液的 pH 值为 3.0~3.2。在温度 75℃ 左右,二价铁离子可生成红色的 2,2'-联吡啶络合物 $[\text{Fe}(\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2)_3]\text{Cl}_2$ 。在波长 522 nm 处测量红色络合物的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(GB/T 622),1:1 溶液。

3.2 硫酸(GB/T 625),100 g/L 溶液。

3.3 2,2'-联吡啶,5 g/L 盐酸溶液:溶解 2,2'-联吡啶 0.50 g 于 20 mL 盐酸(3.1)中并用水稀释至 100 mL(此溶液贮于冰箱中,有效期可达数月)。

3.4 乙酸铵(GB/T 1292),300 g/L 溶液。

3.5 盐酸羟胺(HG/T 3-967),100 g/L 溶液,此溶液在冰箱内可存放 2 周。

3.6 铁标准储液,含铁 2.00 g/L:准确称取 7.022 g 六水合硫酸亚铁铵(GB/T 661)于 50 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(3.2),定量转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含铁(Fe)2.0 mg/mL。

3.7 铁标准使用溶液,含铁 0.020 g/L:临用前移取 10.0 mL 铁标准储液(3.6)于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液含铁(Fe)20 μg/mL。

4 仪器

常用实验室仪器和

4.1 pH 计,精度至少 0.1 pH 单位,附有玻璃电极和甘汞电极。

4.2 分光光度计。

5 程序

5.1 校正曲线的制作

在 5 个 100 mL 烧杯内,分别定量移入表 1 规定量的铁标准使用溶液(3.7)。

表 1 铁标准使用溶液的移取量

铁标准使用溶液的体积/mL	0 ^a	5.0	10.0	15.0	25.0
相应的铁含量/μg	0	100	200	300	500
^a 空白试验溶液。					

向每个烧杯各加入 10 mL 盐酸(3.1),用水稀释至约 50 mL。再各加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.5),10 min 后,加入 2,2'-联吡啶溶液(3.3)5 mL。静置 10 min 后,先加入 15 mL 乙酸铵溶液(3.4),以 pH 计指示,再加乙酸铵溶液,调节溶液的 pH 值为 3.0~3.2。然后定量转移至 100 mL 容量瓶中,于 70℃~75℃ 水浴中加热 15 min,冷却至室温后,稀释至刻度,混匀。

用分光光度计(4.2)在 522 nm 处,以 1 cm 比色池,水作参比测定各溶液的吸光度。以各溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度得到的净吸光度为纵坐标,铁(Fe)含量(μg)为横坐标绘制校正曲线。

注: pH 计用的校正溶液为酒石酸氢钾饱和溶液(25℃时, $\text{pH}=3.56$)。

5.2 测定

称取 2.0 g 试样(精确到 0.000 1 g)两份于两个 100 mL 烧杯内,同时另取一个 100 mL 烧杯作空白试验。向各烧杯分别加入 20 mL 盐酸溶液(3.1)及 15 mL 水,搅匀,盖上表面皿,在电炉上煮沸 1 h,冷却后用水转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。若溶液不清澈,用中速定性滤纸过滤。

移取 50.0 mL 溶液至 100 mL 烧杯中,再按 5.1 条“加入 1 mL 盐酸羟胺溶液(3.5)”及其后相同程序和试剂加入量测定各溶液的吸光度。用试验溶液的净吸光度从校正曲线(5.1)上查得相应的铁含量(μg)。

6 结果计算

三聚磷酸钠的铁含量以铁 $w(\text{Fe})$ 的质量分数表示,按下式计算:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{2A}{m \times 10^4}$$

式中:

A——试验溶液净吸光度相应的铁的含量, μg ;

m——试验份(5.2)的质量,g。

以两次平行测定结果的算术平均值表示到小数点后第三位作为测定结果。

7 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 0.000 6%,以大于 0.000 6%的情况不超过 5%为前提。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 所用的参考方法;
- b) 结果和所用的表示方法;
- c) 测定过程中出现的任何不正常现象;
- d) 本标准未包括的任何操作或自选操作;
- e) 试验日期。