

造纸用化工原料检验 标准汇编

全国造纸标准化中心 编
中国标准出版社第一编辑室



 中国标准出版社



7

造纸用化工原料检验 标准汇编

全国造纸标准化中心 编
中国标准出版社第一编辑室

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

造纸用化工原料检验标准汇编/全国造纸标准化中心,
中国标准出版社第一编辑室编. —北京: 中国标准出版
社, 2005

ISBN 7-5066-3757-X

I. 造 … II. ①全 … ②中 … III. 造纸工业-原料
-检验-标准-汇编 IV. TS72-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 039297 号

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.bzchs.com

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 45.5 字数 1 350 千字

2005 年 7 月第一版 2005 年 7 月第一次印刷

*

定价 128.00 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

前 言

近年来随着造纸行业的不断发展,造纸用化工原料的种类也在相应增多。为进一步规范造纸企业的生产工艺,提高纸制品的产品质量,便于质量监督部门对纸制品市场的监督管理,更好的满足纸制品消费群体对产品认知的需要,现由全国造纸标准化中心和中国标准出版社第一编辑室共同合作,并结合我国目前造纸行业的生产实际,将有关造纸用化工原料检验方法的标准汇编成册,以解决造纸生产企业、研究机构、使用单位等相关部门缺少标准和标准收集不全的实际困难,特出版此书。

造纸用化工产品种类多、产品广,所涉及到的相应标准也比较多。本书收录了截至2005年3月底以前批准、发布的现行有关造纸用化工原料检验方法的国家标准和行业标准共计150项,其中国家标准142项,行业标准8项。本书以制浆造纸工业生产中所涉及到的化工产品种类为分类原则,所收标准内容主要包括:化工产品通用检测方法、造纸用一般化工原料检测方法、漂白助剂测定方法、造纸助剂和纸张增强剂测定方法、填料分析方法、涂布原料测定方法、水处理剂测定方法、螯合剂(漂白助剂)检测方法这八类造纸中经常使用的化工产品的检测方法标准。

根据原国家轻工业局国轻行[1999]112号文,“关于发布轻工专业标准、清理整顿后的部分国家标准转化为轻工行业标准的通知”精神,本汇编中所收集的国家标准GB/T 5425—1985《工业干酪素检验方法》已转化为轻工行业标准QB/T 3781—1999《工业干酪素检验方法》(即文本内容不变,标准号由原来的GB/T 5425—1985转化为QB/T 3781—1999)。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或GB/T),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国

家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本书可供造纸行业的生产企业、研究单位、质量检验监督机构使用。

编 者

2005 年 4 月

目 录

一、化工产品通用检测方法

GB/T 2366—1986	化工产品中水分含量的测定 气相色谱法	3
GB/T 3049—1986	化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法	7
GB/T 3050—2000	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法	17
GB/T 3051—2000	无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法	24
GB/T 3143—1982	液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位——铂-钴色号)	32
GB/T 4472—1984	化工产品密度、相对密度测定通则	34
GB/T 6283—1986	化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)	67
GB/T 6284—1986	化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法	81
GB/T 6324.1—2004	有机化工产品试验方法 第1部分:液体有机化工产品混溶性试验	85
GB/T 6324.2—2004	有机化工产品试验方法 第2部分:挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定	91
GB/T 6324.4—1986	有机液体产品微量硫的测定 微库仑法	96
GB/T 6324.5—1986	有机化工产品中羰基化合物含量的测定 容量法	100
GB/T 6368—1993	表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法	102
GB/T 6678—2003	化工产品采样总则	105
GB/T 6679—2003	固体化工产品采样通则	123
GB/T 6680—2003	液体化工产品采样通则	143
GB/T 7531—1987	有机化工产品灰分的测定	157
GB/T 7532—1987	有机化工产品中重金属含量测定的通用方法 目视限量法	159
GB/T 7534—2004	工业用挥发性有机液体 沸程的测定	161
GB/T 7686—1987	化工产品中砷含量测定的通用方法	176

二、造纸用一般化工原料检测方法

● 氢氧化钠

GB/T 4348.1—2000	工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	187
GB/T 4348.2—2002	工业用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 汞量法	190
GB/T 4348.3—2002	工业用氢氧化钠 铁含量的测定 1,10-菲罗啉分光光度法	196
GB/T 7698—2003	工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法	201
GB/T 11200.1—1989	离子交换膜法氢氧化钠中氯酸钠含量的测定 邻-联甲苯胺分光光度法	210
GB/T 11200.2—1989	离子交换膜法氢氧化钠中三氧化二铝含量的测定 分光光度法	212
GB/T 11200.3—1989	离子交换膜法氢氧化钠中钙含量的测定 火焰原子吸收法	215

● 硫酸

GB/T 534—2002	工业硫酸	219
GB/T 11198.11—1989	工业硫酸 氮氧化物测定 2,4-二甲苯酚分光光度法	242
GB/T 11198.12—1989	工业硫酸 二氧化硫含量的测定 碘量法	246
GB/T 11198.13—1989	工业硫酸 氮含量的测定 电位滴定法	248

三、漂白助剂测定方法

GB/T 2441.1—2001	尿素测定方法 总氮含量的测定	253
GB/T 2441.2—2001	尿素测定方法 缩二脲含量的测定 分光光度法	259
GB/T 2441.3—2001	尿素测定方法 水分的测定 卡尔·费休法	264
GB/T 2441.4—2001	尿素测定方法 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	268
GB/T 2441.5—2001	尿素测定方法 碱度的测定 容量法	273
GB/T 2441.6—2001	尿素测定方法 水不溶物含量的测定 重量法	277
GB/T 2441.7—2001	尿素测定方法 粒度的测定 筛分法	279
GB/T 2441.8—2001	尿素测定方法 硫酸盐含量的测定 目视比浊法	281
GB/T 2441.9—2001	尿素测定方法 亚甲基二脲含量的测定 分光光度法	284

四、造纸助剂和纸张增强剂测定方法

GB/T 8146—2003	松香试验方法	291
GB/T 9338—1988	荧光增白剂的白度测定方法(仪器法)	301
GB/T 12005.1—1989	聚丙烯酰胺特性粘度测定方法	303
GB/T 12005.2—1989	聚丙烯酰胺固含量测定方法	309
GB/T 12005.3—1989	聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量测定方法 溴化法	311
GB/T 12005.4—1989	聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量测定方法 液相色谱法	314
GB/T 12005.5—1989	聚丙烯酰胺中残留丙烯酰胺含量测定方法 气相色谱法	318
GB/T 12005.6—1989	部分水解聚丙烯酰胺水解度测定方法	322
GB/T 12005.7—1989	粉状聚丙烯酰胺粒度测定方法	324
GB/T 12005.8—1989	粉状聚丙烯酰胺溶解速度测定方法	326
GB/T 12005.9—1992	聚丙烯酰胺命名	329
GB/T 12005.10—1992	聚丙烯酰胺分子量测定 粘度法	332
GB/T 12029.1—1989	洗涤剂用羧甲基纤维素钠水分及挥发物的测定	334
GB/T 12029.2—1989	洗涤剂用羧甲基纤维素钠粘度的测定	335
GB/T 12029.3—1989	洗涤剂用羧甲基纤维素钠 pH 值的测定(电位法)	337
GB/T 12029.4—1989	洗涤剂用羧甲基纤维素钠酸度的测定	339
GB/T 12029.5—1989	洗涤剂用羧甲基纤维素钠纯度的测定	341
GB/T 12029.6—1989	洗涤剂用羧甲基纤维素钠的筛分试验	343
GB/T 14571.1—1993	工业用乙二醇酸度的测定 滴定法	345
GB/T 14571.2—1993	工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定 气相色谱法	347
GB/T 14571.3—1993	工业用乙二醇中醛含量的测定 分光光度法	354
SH/T 1628.2—1996	工业用乙酸乙烯酯纯度及有机杂质的测定 气相色谱法	357

SH/T 1628.3—1996	工业用乙酸乙烯酯活性度的测定 发泡法	364
SH/T 1628.4—1996	工业用乙酸乙烯酯酸度的测定 滴定法	369
SH/T 1628.5—1996	工业用乙酸乙烯酯中醛含量的测定 容量法	372

五、填料分析方法

GB/T 5950—1996	建筑材料与非金属矿产品白度测量方法	379
GB/T 14565—1993	高岭土化学分析方法	386
GB/T 15343—1994	滑石化学分析方法	401
GB/T 15344—1994	滑石物理检验方法	430
JC/T 478.1—1992	建筑石灰试验方法 物理试验方法	444
JC/T 478.2—1992	建筑石灰试验方法 化学分析方法	448

六、涂布原料测定方法

● 颜料测试方法

GB/T 1717—1986	颜料水悬浮液 pH 值的测定	459
GB/T 1864—1989	颜料颜色的比较	461
GB/T 5211.1—2003	颜料水溶液测定 冷萃取法	465
GB/T 5211.2—2003	颜料水溶液测定 热萃取法	469
GB/T 5211.3—1985	颜料在 105℃挥发物的测定	473
GB/T 5211.4—1985	颜料装填体积和表观密度的测定	475
GB/T 5211.5—1985	颜料耐水性测定法	478
GB/T 5211.6—1985	颜料耐酸性测定法	480
GB/T 5211.7—1985	颜料耐碱性测定法	482
GB/T 5211.8—1985	颜料耐油性测定法	484
GB/T 5211.9—1985	颜料耐溶剂性测定法	486
GB/T 5211.10—1985	颜料耐石蜡性测定法	488
GB/T 5211.11—1986	颜料水溶硫酸盐、氯化物和硝酸盐的测定	490
GB/T 5211.12—1986	颜料水萃取液电阻率的测定	493
GB/T 5211.13—1986	颜料水萃取液酸碱度的测定	497
GB/T 5211.14—1988	颜料筛余物的测定 机械冲洗法	499
GB/T 5211.15—1988	颜料吸油量的测定	503
GB/T 5211.16—1988	白色颜料消色力的比较	505
GB/T 5211.17—1988	白色颜料的对比率(遮盖力)的比较	508
GB/T 5211.18—1988	颜料筛余物的测定 水法 手工操作	510
GB/T 5211.19—1988	着色颜料的相对着色力和冲淡色的测定 目视比较法	512
GB/T 5211.20—1999	在本色体系中白色、黑色和着色颜料颜色的比较 色度法	516

● 染料检测方法

GB/T 2374—1994	染料染色测定的一般条件规定	525
GB/T 2381—1994	染料中不溶物含量的测定方法	529

GB/T 2383—2003	染料	筛分细度的测定	531
GB/T 2386—2003	染料及染料中间体	水分的测定	535
● 胶粘剂测定方法			
◆ 聚乙烯醇			
GB/T 12010.1—1989	聚乙烯醇树脂命名		541
GB/T 12010.2—1989	聚乙烯醇树脂规格		543
GB/T 12010.3—1989	聚乙烯醇树脂粘度测定方法		547
GB/T 12010.4—1989	聚乙烯醇树脂挥发分测定方法		549
GB/T 12010.5—1989	聚乙烯醇树脂残留乙酸根(或醇解度)测定方法		551
GB/T 12010.6—1989	聚乙烯醇树脂乙酸钠含量测定方法		554
GB/T 12010.7—1989	聚乙烯醇树脂灰分测定方法		556
GB/T 12010.8—1989	聚乙烯醇树脂 pH 值测定方法		558
GB/T 12010.9—1989	聚乙烯醇树脂平均聚合度测定方法		560
GB/T 12010.10—1989	聚乙烯醇树脂粒度测定方法		564
GB/T 12010.11—1989	聚乙烯醇树脂氢氧化钠含量测定方法		566
GB/T 12010.12—1989	聚乙烯醇树脂透明度测定方法		568
◆ 其他			
QB/T 3781—1999	工业干酪素检验方法(原 GB/T 5425—1985)		571
SH/T 1153—1992	合成胶乳凝固物含量的测定		574
● 软化剂试验方法			
◆ 硬脂酸			
GB/T 9104.1—1988	工业硬脂酸试验方法	碘值的测定	579
GB/T 9104.2—1988	工业硬脂酸试验方法	皂化值的测定	581
GB/T 9104.3—1988	工业硬脂酸试验方法	酸值的测定	583
GB/T 9104.4—1988	工业硬脂酸试验方法	色泽的测定	585
GB/T 9104.5—1988	工业硬脂酸试验方法	凝固点的测定	589
GB/T 9104.6—1988	工业硬脂酸试验方法	水分的测定	591
GB/T 9104.7—1988	工业硬脂酸试验方法	无机酸的测定	592
GB/T 9104.8—1988	工业硬脂酸试验方法	灰分的测定	593
GB/T 9104.9—1988	工业硬脂酸试验方法	组成的测定	594
◆ 甘油			
GB/T 13216.1—1991	甘油试验方法	桶装甘油取样方法	598
GB/T 13216.2—1991	甘油试验方法	透明度的测定	601
GB/T 13216.3—1991	甘油试验方法	气味的测定	602
GB/T 13216.4—1991	甘油试验方法	色泽的测定(Hazen 单位 铂-钴色度)	603
GB/T 13216.5—1991	甘油试验方法	20℃时密度的测定	605
GB/T 13216.6—1991	甘油试验方法	甘油含量的测定	608
GB/T 13216.7—1991	甘油试验方法	氯化物的限量试验	612
GB/T 13216.8—1991	甘油试验方法	硫酸化灰分的测定(重量法)	614
GB/T 13216.9—1991	甘油试验方法	酸度或碱度的测定(滴定法)	616

GB/T 13216.10—1991	甘油试验方法	皂化当量的测定	618
GB/T 13216.11—1991	甘油试验方法	砷的限量试验	620
GB/T 13216.12—1991	甘油试验方法	重金属的限量试验	623
GB/T 13216.13—1991	甘油试验方法	还原性物质的试验	625

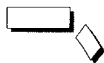
七、水处理剂测定方法

GB/T 5476—1996	离子交换树脂预处理方法	629
GB/T 5476—1996	《离子交换树脂预处理方法》第1号修改通知单	632
GB/T 5757—1986	离子交换树脂含水量测定方法	633
GB/T 5758—2001	离子交换树脂粒度、有效粒径和均一系数的测定	635
GB/T 8330—1987	离子交换树脂真密度测定方法	643
GB/T 8331—1987	离子交换树脂湿视密度测定方法	646
GB/T 11992—1989	氟型强碱性阴离子交换树脂 交换容量测定方法	651

八、螯合剂(漂白助剂)检测方法

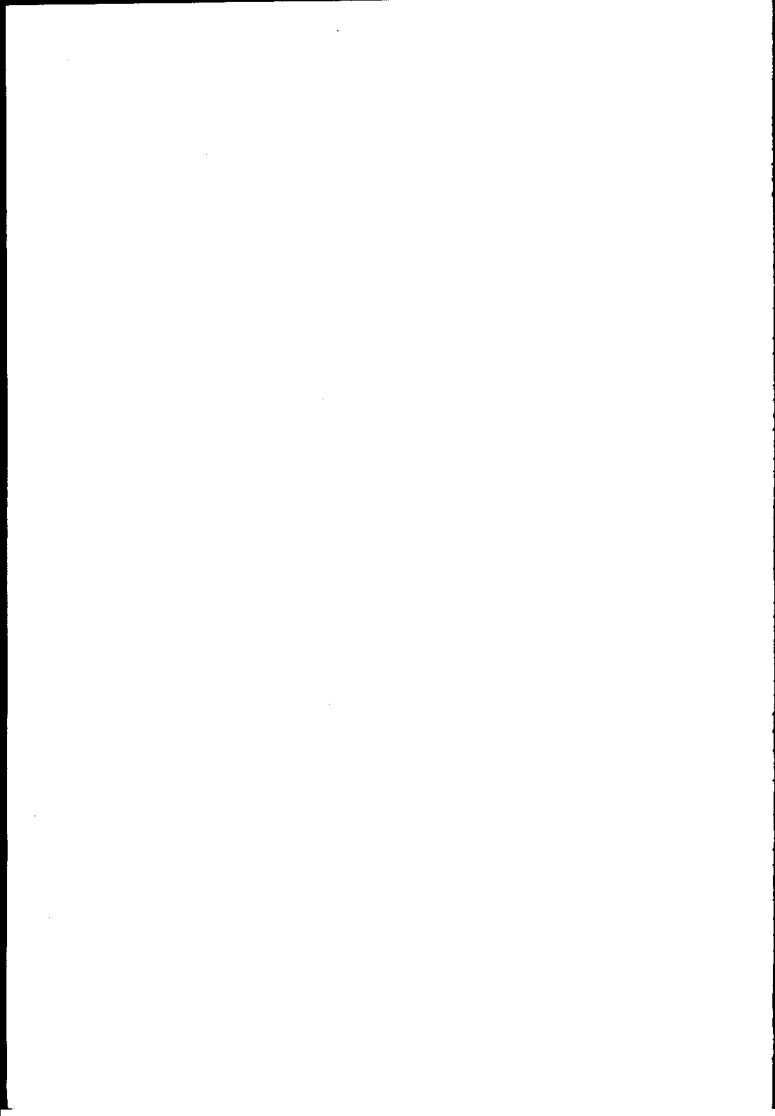
GB/T 9984.1—2004	工业三聚磷酸钠	白度的测定	657
GB/T 9984.2—2004	工业三聚磷酸钠	总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法	663
GB/T 9984.3—2004	工业三聚磷酸钠	离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐	669
GB/T 9984.4—2004	工业三聚磷酸钠	水不溶物的测定	677
GB/T 9984.5—2004	工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠	灼烧损失的测定	681
GB/T 9984.6—2004	工业三聚磷酸钠	铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法	685
GB/T 9984.7—2004	工业三聚磷酸钠	pH的测定 电位计法	689
GB/T 9984.8—2004	工业三聚磷酸钠	颗粒度的测定	693
GB/T 9984.9—2004	工业三聚磷酸钠	表观密度的测定 给定体积称量法	697
GB/T 9984.10—2004	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	705
GB/T 9984.11—2004	工业三聚磷酸钠	I型含量的测定	711

注:本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或GB/T),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。



化工产品通用

检测方法



中华人民共和国国家标准

化工产品中水分含量的测定
气相色谱法

Chemical products for industrial use—
Determination of water content—Gas
chromatographic method

UDC 661.002.6
:546.212

GB 2366—86

代替 GB 2366—80

1 适用范围

本标准适用于一般液体有机化工产品中的水分测定,其中包括醇类、酮类、烃类、卤代烃、酯类等。测定水分的范围为0.05~1.00%。

2 方法原理

液体样品在气化室气化后通过色谱柱,使要测定的水分与其他组分分离,用热导检测器检测,将得到的水分色谱峰高与其选定的外标水峰高相比较,计算样品中的水含量。

3 主要材料及试剂

3.1 载气

氢气(纯度优于99.9%)或氮气(纯度优于99.99%)。

3.2 试剂

3.2.1 丙酮,分析纯。

3.2.2 苯,分析纯。

3.2.3 4 A或5 A分子筛,在高温炉中500℃活化4 h,置于干燥器中备用。

3.2.4 固定相,高分子多孔微球,40~60目或60~80目(如GDX类、上海试剂一厂生产的有机担体类,或国外chromosorb类、porapak类等)。

4 仪器

备有热导检测器的色谱仪,对第1章中水的测定范围内所示含量下产生的峰高要大于仪器噪声的二倍。当分析高沸点样品时仪器应配备反吹装置。

4.1 恒温箱

使色谱柱在适合样品分离条件的柱温下能够保持温度稳定在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以内。

4.2 色谱柱

4.2.1 色谱柱

4.2.1.1 柱管:长为2 m,内径3 mm的不锈钢柱管。根据样品的分离要求及所使用仪器的情况,柱管可适当改变。

4.2.1.2 固定相:高分子多孔微球,国内外此类固定相只要满足如下指标要求均可使用。

a. 对水灵敏度 $>3\text{mm}/\mu\text{g}$ 。

配制含水量为0.2%的水样,进样 $10\mu\text{l}$ 于色谱柱中,求取每微克水所相当的水峰高,即为该色谱柱对水的敏感度。

b. 峰底宽度 $<55s$ 。

水峰峰底宽度用所使用的记录仪纸速换算为以时间(秒)为单位。

c. 调节柱温及载气流速,使被测样品中的水峰与后之相邻峰的分辨率 $R>1$ 。

固定相装量 $>2.9g/m$ 。

4.2.2 色谱柱的老化:在分离柱断开检测器,高于使用温度 $20^{\circ}C$ 下老化12h以上(老化时载气流速与分析时相同,温度要从低温至高温分阶段老化)。冷却至室温后,联接检测器,使用老化后的色谱柱应能得到稳定的基线。

4.2.3 任何类似色谱柱或复合柱,都要符合同样的要求方可使用。

4.3 检测器

热导检测器。

4.4 记录系统

记录仪、积分仪或微处理机等。

5 样品

5.1 样品

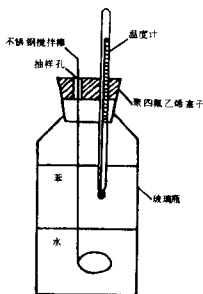
以合适的取样方法采取具有代表性的样品待分析用。

5.2 标准样品的制备

所使用的配样瓶、注射器在烘箱中烘干,置于干燥器中备用。

5.2.1 苯-水平衡溶液

5.2.1.1 制备方法:将适量的苯(3.2.2)置于分液漏斗中,加同体积的蒸馏水振荡,洗去水溶性物质,洗涤次数不少于五次,最后一次充分振荡后连水一起装入自制的苯-水平衡瓶中(见下图),静置10min后即可使用。每次使用前需搅拌30s以上,静止2min后则可作为该室温下的水标准使用。根据室温查“苯中饱和水溶解度表”得出相应水含量。



苯-水平衡瓶

5.2.1.2 苯中饱和水溶解度:当被测样品的水含量在 $0.05\sim0.1\%$ 范围内,外标可采用中国科学院化学研究所关于苯中饱和水的数据为基准,数据见表1。

表 1 苯中饱和水溶解度

温度 ℃	水含量 %	温度 ℃	水含量 %	温度 ℃	水含量 %
10	0.0440	20	0.0614	30	0.0859
11	0.0457	21	0.0635	31	0.0888
12	0.0474	22	0.0655	32	0.0918
13	0.0491	23	0.0676	33	0.0947
14	0.0508	24	0.0696	34	0.0977
15	0.0525	25	0.0716	35	0.1006
16	0.0543	26	0.0745	36	0.1055
17	0.0561	27	0.0773	37	0.1104
18	0.0579	28	0.0802	38	0.1153
19	0.0597	29	0.0830	39	0.1202

5.2.2 称重配样法

如果被测样品含水范围为0.1~0.5%或0.5~1.0%时,则采用称重配样法。被测样品含水量在0.5~1.0%的范围内,称重配样的底液必须较容易溶解0.5~1.0%的水。

估计被分析样品的大致水含量。在配有翻口胶塞的三角瓶中加入预先备好的无水有机溶剂,用称重法配一个在数量级上与被分析样品含量相近的标准水样。

标准水样,必须在使用当天配置。

6 操作步骤

6.1 色谱仪操作条件

6.1.1 色谱仪启动后,进行必要的调节,以达到下述色谱分析条件。

柱温:高分子多孔微球类色谱柱柱温一定在100℃以上,能得到合适分离且不改变最低检测浓度的温度;

气化室温度:由使用者选择适宜温度;

检测器温度:由使用者选择适宜温度;

载气:为保证水的敏感度,载气干燥管需加长,并定期活化。载气流路最好是锈钢管或尼龙管。流速由使用者选择能得到合适分离的流速;

桥流:根据所使用的仪器允许桥流值和载气种类而定。

6.1.2 色谱仪各部分在达到上述色谱分析条件并稳定之后,即得到一条稳定的基线。

6.2 校正、测定和计算

6.2.1 定性

采用相对保留值或纯物质加法定性。

6.2.2 校正

必须严格地在给定的色谱分析条件下用标准样进行外标校正,连续注射两次以上,从色谱图上测出水的色谱峰高之平均值以供定量计算用。每次分析样品都要用标准水样进行校正。

6.2.3 测定

在与分析标准样品完全相同的操作条件下,注入样品,进行色谱分析(由使用者选择应得到合适分离并能检测出规定范围内水分的进样量)。记录试样色谱图,量得水峰峰高值。

6.2.4 计算

$$m = \frac{V_s \cdot \rho_s \cdot h \cdot m_s}{V \cdot \rho \cdot h_s}$$

式中: m ——被测样品中的水分质量百分含量;

V ——被测样品进样量, μl ;

ρ ——被测样品的密度, g/cm^3 ;

h ——被测样品水峰高, mm ;

m_s ——所用标准水样的水分质量百分含量;

V_s ——标准水样进样量, μl ;

ρ_s ——配标准水样的有机溶剂密度, g/cm^3 ;

h_s ——标准水样的水峰高, mm 。

要求被测样品与标准水样的进样量、衰减档数相同。

7 结果的表示

7.1 分析结果

对于任一被测样品中之水分含量, 均用两次以上测定值的算术平均值来表示其分析结果。

7.2 重复性

同一操作人员使用同一仪器, 对已知浓度的同一样品在相同操作条件下, 用正常和正确的操作方法进行多次重复分析, 分析结果的相对标准偏差见表 2。

表 2

水分含量, %	相对标准偏差
0.05 ~ 0.10	< 20
0.11 ~ 1.00	< 10

8 报告

报告应包括如下内容:

- 有关样品的全部资料、批号、日期、时间、采样地点等;
- 分析结果: 水在样品中的质量百分含量;
- 在测定过程中观察到的异常现象;
- 不包括在本方法中的任何操作或自选操作。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出, 由化学工业部北京化工研究院归口。

本标准由化学工业部北京化工研究院负责起草。

本标准主要起草人贾文兰、孙小林。

化工产品中铁含量测定的通用方法
邻菲罗啉分光光度法

UDC 661.2/.6
:543.062
:546.72
GB 3048-86

Chemical products for industrial use—General
method for determination of iron content—o-
Phenanthroline spectrophotometric method

本标准参照采用国际标准ISO 6685—82《工业用化工产品——铁含量测定的通用方法——1,10-菲罗啉分光光度法》。

1 适用范围

本标准规定了用邻菲罗啉分光光度法测定化工产品中铁含量的通用方法。

本方法适用于所取试液中铁含量为10~500 μg ，其体积不大于60ml。其他离子存在的影响见附录。

2 原理

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁，在pH2~9时，二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物，于分光光度计最大吸收波长510nm处测量其吸光度。

本标准选择pH4~6测定络合物。

为消除某些离子的干扰，还原和显色条件的改变在附录的有关部分叙述。

3 试剂和溶液

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

测定中所需制剂，在没有注明其他规定时，均按GB 603—77《制剂及制品制备方法》之规定制备。

3.1 盐酸 (GB 622—77)：6N及3N溶液；

3.2 氨水 (GB 631—77)：10%及2.5%溶液；

3.3 硫酸 (GB 625—77)；

3.4 冰乙酸 (GB 676—78)；

3.5 乙酸钠 (GB 693—77)；

3.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH $\approx$ 4.5；

3.7 抗坏血酸：2%溶液，该溶液使用期限为10天；

3.8 邻菲罗啉 (GB 1293—77)：0.2%溶液，该溶液应避光保存，仅能使用无色溶液；

3.9 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (GB 1279—77)；

3.10 铁标准溶液：1ml含有0.100mg铁；

按下述方法之一制备：

3.10.1 称取0.863g硫酸铁铵 (3.9)，称准至0.001g，置于200ml烧杯中，加入100ml水、10ml硫酸 (3.3)，溶解后全部转移到1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.10.2 称取0.100g纯铁丝 (99.9%)，称准至0.001g，置于100ml烧杯中，加10ml浓盐酸，缓慢