

GB

2000年 修订-3



# 中国国家标准汇编

2000年修订-3

中国国家标准汇编

2000年修订-3

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

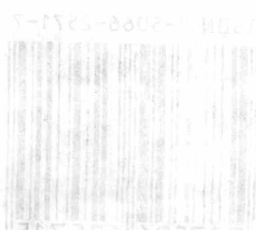
中国标准出版社

中国标准出版社

中国标准出版社

北京 100044

电话 010-68333877



9 787208 052512 >

中国国家标准汇编

2-11507-0008

# 中国国家标准汇编

2000年修订-3

中国标准出版社总编室 编

\*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

\*

开本 880×1230 1/16 印张 43¼ 插页 1 字数 1 326 千字

2001年12月第一版 2001年12月第一次印刷

\*

ISBN7-5066-2571-7/TB·741

印数 1—2 000 定价 120.00 元

网址 [www.bzcbs.com](http://www.bzcbs.com)

中国标准出版社

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

ISBN 7-5066-2571-7



9 787506 625715 >

## 出版说明

1.《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集,自1983年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 由于标准的动态性,每年有相当数量的国家标准被修订,这些国家标准的修订信息无法在已出版的《汇编》中得到反映。为此,自1995年起,新增出版在上一年度被修订的国家标准的汇编本。

3. 修订的国家标准汇编本的正书名、版本形式、装帧形式与《中国国家标准汇编》相同,视篇幅分设若干册,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“2000年修订-1,-2,-3,…”等字样,作为对《中国国家标准汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年新制定和修订的全部国家标准。

4. 修订的国家标准汇编本的各分册中的标准,仍按顺序号由小到大排列(不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。

5. 2000年度发布的修订国家标准分12册出版。本分册为“2000年修订-3,收入新修订的国家标准58项。

中国标准出版社

2001年9月

## 目 录

|                   |                                   |                 |     |
|-------------------|-----------------------------------|-----------------|-----|
| GB/T 3260.1—2000  | 锡化学分析方法                           | 铜量的测定           | 1   |
| GB/T 3260.2—2000  | 锡化学分析方法                           | 铁量的测定           | 5   |
| GB/T 3260.3—2000  | 锡化学分析方法                           | 铋量的测定           | 12  |
| GB/T 3260.4—2000  | 锡化学分析方法                           | 铅量的测定           | 19  |
| GB/T 3260.5—2000  | 锡化学分析方法                           | 锑量的测定           | 24  |
| GB/T 3260.6—2000  | 锡化学分析方法                           | 砷量的测定           | 28  |
| GB/T 3260.7—2000  | 锡化学分析方法                           | 铝量的测定           | 32  |
| GB/T 3260.9—2000  | 锡化学分析方法                           | 铅、铜、锌量的测定       | 36  |
| GB/T 3260.10—2000 | 锡化学分析方法                           | 硫量的测定           | 42  |
| GB/T 3260.11—2000 | 锡化学分析方法                           | 镉量的测定           | 46  |
| GB/T 3287—2000    | 可锻铸铁管路连接件                         |                 | 51  |
| GB/T 3367.1—2000  | 铁道机车名词术语                          | 柴油机零部件名词        | 84  |
| GB/T 3367.2—2000  | 铁道机车名词术语                          | 液力传动系统零部件名词     | 98  |
| GB/T 3367.3—2000  | 铁道机车名词术语                          | 内燃机车辅助装置零部件名词   | 109 |
| GB/T 3367.4—2000  | 铁道机车名词术语                          | 内燃机车车体和转向架零部件名词 | 119 |
| GB/T 3367.5—2000  | 铁道机车名词术语                          | 空气制动装置零部件名词     | 125 |
| GB/T 3367.6—2000  | 铁道机车名词术语                          | 内燃机车术语          | 133 |
| GB/T 3367.7—2000  | 铁道机车名词术语                          | 柴油机术语           | 145 |
| GB/T 3367.8—2000  | 铁道机车名词术语                          | 液力传动术语          | 163 |
| GB/T 3372—2000    | 拖拉机和农业、林业机械用轮辋系列                  |                 | 171 |
| GB/T 3505—2000    | 产品几何技术规范 表面结构 轮廓法 表面结构的术语、定义及参数   |                 | 186 |
| GB/T 3595—2000    | 肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法                |                 | 200 |
| GB/T 3600—2000    | 肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法                   |                 | 205 |
| GB/T 3639—2000    | 冷拔或冷轧精密无缝钢管                       |                 | 208 |
| GB/T 3655—2000    | 用爱泼斯坦方圈测量电工钢片(带)磁性能的方法            |                 | 216 |
| GB/T 3681—2000    | 塑料大气暴露试验方法                        |                 | 230 |
| GB/T 3682—2000    | 热塑性塑料熔体质量流动速率和熔体体积流动速率的测定         |                 | 241 |
| GB 3836.1—2000    | 爆炸性气体环境用电气设备 第1部分:通用要求            |                 | 251 |
| GB 3836.2—2000    | 爆炸性气体环境用电气设备 第2部分:隔爆型“d”          |                 | 287 |
| GB 3836.3—2000    | 爆炸性气体环境用电气设备 第3部分:增安型“e”          |                 | 319 |
| GB 3836.4—2000    | 爆炸性气体环境用电气设备 第4部分:本质安全型“i”        |                 | 347 |
| GB 3836.14—2000   | 爆炸性气体环境用电气设备 第14部分:危险场所分类         |                 | 420 |
| GB 3836.15—2000   | 爆炸性气体环境用电气设备 第15部分:危险场所电气安装(煤矿除外) |                 | 458 |
| GB 3883.1—2000    | 手持式电动工具的安全 第一部分:通用要求              |                 | 484 |
| GB/T 3884.1—2000  | 铜精矿化学分析方法                         | 铜量的测定           | 549 |
| GB/T 3884.2—2000  | 铜精矿化学分析方法                         | 金和银量的测定         | 556 |
| GB/T 3884.3—2000  | 铜精矿化学分析方法                         | 硫量的测定           | 564 |
| GB/T 3884.4—2000  | 铜精矿化学分析方法                         | 氧化镁量的测定         | 570 |

|                   |                    |                   |     |
|-------------------|--------------------|-------------------|-----|
| GB/T 3884.5—2000  | 铜精矿化学分析方法          | 氟量的测定 .....       | 575 |
| GB/T 3884.6—2000  | 铜精矿化学分析方法          | 铅、锌、镉和镍量的测定 ..... | 579 |
| GB/T 3884.7—2000  | 铜精矿化学分析方法          | 铅量的测定 .....       | 585 |
| GB/T 3884.8—2000  | 铜精矿化学分析方法          | 锌量的测定 .....       | 589 |
| GB/T 3884.9—2000  | 铜精矿化学分析方法          | 砷和铋量的测定 .....     | 593 |
| GB/T 3884.10—2000 | 铜精矿化学分析方法          | 铈量的测定 .....       | 603 |
| GB/T 4103.1—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 锡量的测定 .....       | 608 |
| GB/T 4103.2—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 铈量的测定 .....       | 614 |
| GB/T 4103.3—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 铜量的测定 .....       | 621 |
| GB/T 4103.4—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 铁量的测定 .....       | 626 |
| GB/T 4103.5—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 铋量的测定 .....       | 630 |
| GB/T 4103.6—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 砷量的测定 .....       | 634 |
| GB/T 4103.7—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 硒量的测定 .....       | 638 |
| GB/T 4103.8—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 碲量的测定 .....       | 642 |
| GB/T 4103.9—2000  | 铅及铅合金化学分析方法        | 钙量的测定 .....       | 646 |
| GB/T 4103.10—2000 | 铅及铅合金化学分析方法        | 银量的测定 .....       | 651 |
| GB/T 4103.11—2000 | 铅及铅合金化学分析方法        | 锌量的测定 .....       | 657 |
| GB/T 4103.12—2000 | 铅及铅合金化学分析方法        | 铊量的测定 .....       | 662 |
| GB/T 4103.13—2000 | 铅及铅合金化学分析方法        | 铝量的测定 .....       | 666 |
| GB/T 4130—2000    | 声学 水听器低频校准方法 ..... |                   | 670 |

## 前言

本标准是对 GB/T 3260.1—1982《锡化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜》的修订。修订的主要内容是：

将三氯甲烷萃取有机相光度测定改为水相显色直接光度测定；

称样量由 0.5~1 g 改为 0.5~2 g，并规定了不同含铜量时的取样量及试液分取量；

吸收皿由 2 cm 改为 3 cm；

显色前增加 0.5 mL 硫脲溶液(50 g/L)；

盐酸羟胺溶液，新铜试剂溶液，由 5 mL 改为 3 mL。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第 1 单元：标准的起草与表述规则 第 1 部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 3260.1—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由云南锡业公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业公司研究设计院起草。

本标准主要起草人：白家源、杨伯康。

## 锡化学分析方法 铜量的测定

GB/T 3260.1—2000

Methods for chemical analysis of tin—

代替 GB/T 3260.1—1982

Determination of copper content

### 1 范围

本标准规定了锡中铜含量的测定方法。

本标准适用于锡中铜含量的测定。测定范围:0.000 30%~0.10%。

### 2 方法提要

试料用盐酸及过氧化氢溶解,于 pH5~7 用盐酸羟胺将铜(Ⅱ)还原成铜(Ⅰ)与新铜试剂形成黄色络合物,于分光光度计波长 460 nm 处直接测量水相吸光度。

加入柠檬酸铵以防止锡及其他金属离子的水解,加入硫脲防止银形成氯化银沉淀,锡及其中的共存元素不干扰测定。

### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 氨水(2+1)。

3.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.6 硫脲溶液(50 g/L)。

3.7 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。

3.8 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲(新铜试剂)溶液(1 g/L);称取 0.1 g 新铜试剂用 100 mL 无水乙醇溶解。

3.9 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜( $\geq 99.99\%$ )置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1),盖上表皿,加入 1 mL 过氧化氢,加热至完全溶解并煮沸驱除游离氯,稍冷,用水吹洗表皿及杯壁,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铜。

3.10 铜标准溶液:移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液于 1 000 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 铜。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

| 铜含量, %            | 试料量, g | 分解时加盐酸, mL | 试液总体积, mL | 分取体积, mL |
|-------------------|--------|------------|-----------|----------|
| 0.000 30~0.000 50 | 2      | 15         |           | 全量测定     |
| >0.000 50~0.005 0 | 1      | 10         |           | 全量测定     |
| >0.005 0~0.010    | 0.5    | 10         |           | 全量测定     |
| >0.010~0.060      | 0.5    | 10         | 50        | 5        |
| >0.060~0.10       | 0.5    | 10         | 100       | 5        |

独立地进行 2 次测定, 取其平均值。

#### 4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 100 mL 烧杯中, 盖上表皿, 加入 10~15 mL 盐酸(3.1), 逐滴加入过氧化氢至试样溶解完全再过量 3 滴, 加热煮沸至无小气泡, 移去表皿, 蒸发至约 1 mL, 取下稍冷。

注: 所称取的试料中铜量低于 50  $\mu\text{g}$  时, 以下从 4.3.3 条开始进行。

4.3.2 移入 50 或 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(3.3)分数次洗涤烧杯, 并入容量瓶中并稀至刻度, 混匀。移取 5.00 mL 试液于 100 mL 烧杯中, 置于低温电炉上蒸至约 1 mL。

4.3.3 加入 10 mL 柠檬酸铵溶液, 混匀, 使可溶性盐类溶解, 加入 3 mL 盐酸羟胺溶液, 0.5 mL 硫脲溶液, 混匀, 用氨水中和至 pH6.2 左右(用精密 pH 试纸测试), 加入 3 mL 新铜试剂溶液混匀。

4.3.4 移入 25 mL 比色管中, 用水稀释至刻度, 混匀, 放置 5 min。

4.3.5 将部分试液移入 3 cm 吸收皿中, 以随同试料的空白试验溶液为参比, 于分光光度计 460 nm 处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的铜量。

#### 4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 铜标准溶液于一组 100 mL 烧杯中, 置于低温电炉上蒸发至约 1 mL, 取下, 稍冷。以下按 4.3.3~4.3.4 条进行。

4.4.2 与试料测定相同条件下, 以试剂空白为参比, 测量标准溶液吸光度。以铜量为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

### 5 分析结果的表述

按式(1)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铜量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_1$ ——分取试液体积, mL;

$V_0$ ——试液总体积, mL;

$m_0$ ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若铜含量小于 0.10% 时, 表示至三位小数; 小于 0.010% 时, 表示至四位小数; 小于 0.001 0% 时, 表示至五位小数。

### 6 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

| 铜含量               | 允许差      | 铜含量            | 允许差      |
|-------------------|----------|----------------|----------|
| 0.000 30~0.000 50 | 0.000 20 | >0.005 0~0.010 | 0.001 20 |
| >0.000 50~0.001 0 | 0.000 30 | >0.010~0.030   | 0.003 00 |
| >0.001 0~0.003 0  | 0.000 5  | >0.030~0.060   | 0.006 00 |
| >0.003 0~0.005 0  | 0.000 8  | >0.060~0.10    | 0.010 00 |

## 前 言

本标准是对 GB/T 3260.2—1982《锡化学分析方法 邻菲罗啉光度法测定铁》的修订,修订的主要内容:加入硫代硫酸钠溶液掩蔽银,以消除其对测定铁的干扰;调 pH 时用 pH 试纸检验改为加入对硝基酚作指示剂;将火焰原子吸收光谱法作为附录(标准的附录)列入。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准中附录 A 是标准的附录;附录 B 是提示的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 3260.2—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由云南锡业公司、广西柳州华锡集团公司负责起草。

本标准由云南锡业公司研究设计院、柳州华锡集团有限责任公司柳州冶炼厂起草。

本标准主要起草人:杨伯康、白家源、陈旭峰、张俊阳。

## 锡化学分析方法 铁量的测定

GB/T 3260.2—2000

Methods for chemical analysis of tin—

代替 GB/T 3260.2—1982

Determination of iron content

### 1 范围

本标准规定了锡中铁含量的测定方法。

本标准适用于锡中铁含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.060%。

### 2 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢溶解。于 pH5~6 介质中,铁(Ⅱ)与 1,10-二氮杂菲生成红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

在显色溶液中含有 1 g 锡,10 mg 铅,0.5 mg 铜,0.2 mg 镍、0.02 mg 钴、铋、锑、砷各 1 mg 时,用酒石酸、乙二胺四乙酸二钠络合,可以消除干扰。小于 10 mg 银用硫代硫酸钠掩蔽,可消除干扰。

### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 氨水(2+1)。

3.5 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.6 酒石酸溶液(400 g/L)。

3.7 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )溶液(25 g/L)。

3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.9 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 1,10-二氮杂菲,用 10 mL 无水乙醇溶解后,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.10 对硝基酚溶液(0.5 g/L)。

3.11 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁( $\geq 99.99\%$ ),置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 盐酸(3.1)、1 mL 过氧化氢,加热至完全溶解并煮沸驱除游离氯,冷却。用水吹洗表皿和杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铁。

3.12 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,加 2 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  铁。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

| 铁含量, %           | 试料量, g | 试液总体积, mL | 分取试液体积, mL |
|------------------|--------|-----------|------------|
| 0.000 50~0.002 0 | 1      | 全量测定      | 全量测定       |
| >0.002 0~0.006 0 | 0.5    | 全量测定      | 全量测定       |
| >0.006 0~0.010   | 1      | 50        | 10         |
| >0.010~0.030     | 0.5    | 50        | 10         |
| >0.030~0.060     | 0.5    | 100       | 10         |

独立地进行 2 次测定, 取其平均值。

#### 4.2 空白试验

随同试料作空白试验。

#### 4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 100 mL 烧杯中。盖上表皿, 加入 5~10 mL 盐酸(3.1), 逐滴加入过氧化氢至试样完全溶解后再过量 3 滴, 加热至无小气泡, 移去表皿, 继续蒸发至约剩 1 mL, 冷却。

注: 试料中铁量少于 40  $\mu\text{g}$  时, 以下从 4.3.4 条开始进行。

4.3.2 用少量盐酸(3.3)吹洗杯壁, 混匀。移入 50 或 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(3.3)分次洗涤烧杯并入容量瓶中并稀释至刻度, 混匀。

4.3.3 移取 10.00 mL 试液于 100 mL 烧杯中, 加热蒸发至约剩 1 mL, 冷却。

4.3.4 沿杯壁加入 5 mL 酒石酸溶液、2 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液、2 mL 盐酸羟胺溶液。每加入一种试剂, 均需混匀。

4.3.5 滴加 2 滴对硝基酚溶液, 用氨水中和至试液呈微黄色, 加入 1 mL 硫代硫酸钠溶液, 加入 5 mL 1,10-二氮杂菲溶液混匀, 将溶液移入 25 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。放置 15 min。

4.3.6 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中, 以随同试料的空白试验溶液为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的铁量。

#### 4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 铁标准溶液, 分别置于一组 100 mL 烧杯中, 以下按 4.3.4~4.3.5 条进行。

4.4.2 与试料测定相同条件下, 以试剂空白为参比, 测量标准溶液吸光度。以铁量为横坐标, 以吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

### 5 分析结果的表述

按式(1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铁量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_1$ ——分取试液体积, mL;

$V_0$ ——试液总体积, mL;

$m_0$ ——试料的质量, g。

所得结果表示至三位小数。若铁含量小于 0.010% 时, 表示至四位小数; 小于 0.0010% 时, 表示至五位小数。

### 6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

| 铁含量              | 允许差      | 铁含量            | 允许差     |
|------------------|----------|----------------|---------|
| 0.000 50~0.001 0 | 0.000 30 | >0.005 0~0.010 | 0.001 5 |
| >0.001 0~0.003 0 | 0.000 6  | >0.010~0.030   | 0.003   |
| >0.003 0~0.005 0 | 0.001 0  | >0.030~0.060   | 0.005   |

## 附录 A

(标准的附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定铁量

## A1 范围

本标准规定了锡中铁含量的测定方法。

本标准适用于锡中铁含量的测定。测定范围:0.000 50%~0.020%。

## A2 方法提要

在少量硫酸存在下,试料用稀王水溶解,在低温以盐酸-氢溴酸排除锡,在稀盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,测量其吸光度。

## A3 试剂

A3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。

A3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

A3.3 氢溴酸( $\rho$ 1.49 g/mL),优级纯。

A3.4 盐酸(1+1),优级纯。

A3.5 王水:3 体积盐酸(A3.1)和 1 体积硝酸(A3.2)混合配制。

A3.6 王水(1+1)。

A3.7 硫酸(1+1)。

A3.8 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁( $\geq 99.99\%$ )于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(A3.4)和 2~3 滴过氧化氢,于电炉上微热溶解完全,取下冷却移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铁。

A3.9 铁标准溶液:移取 50.00 mL 铁标准贮存溶液(A3.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  铁。

## A4 仪器

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:铁的特征浓度应不大于 0.020  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

精密性:用最高浓度标准溶液测量 11 次吸光度,其标准偏差不超过吸光度的 1.50%;用最低浓度标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.9。

仪器工作条件见附录 B(提示的附录)。

## A5 分析步骤

## A5.1 试料

按表 A1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 A1

| 铁含量, %           | 试料量, g | 试液的体积, mL |
|------------------|--------|-----------|
| 0.000 50~0.001 0 | 1.0    | 25        |
| >0.001 0~0.002 5 | 0.5    | 25        |
| >0.002 5~0.010   | 0.5    | 50        |
| >0.010~0.020     | 0.3    | 50        |

独立地进行 2 次测定, 取其平均值。

#### A5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### A5.3 测定

A5.3.1 将试料(A5.1)置于 150 mL 烧杯中, 加入 0.4 mL 硫酸, 10 mL 王水(A3.6), 盖上表皿, 低温分解完全, 揭去表面皿, 蒸发至刚冒白烟, 取下稍冷; 加入 3 mL 盐酸(A3.1), 加入 1 mL 氢溴酸, 低温蒸至冒白烟, 取下稍冷, 重复加入盐酸、氢溴酸排锡 2~3 次, 排尽锡后, 低温蒸至近干, 取下冷却, 加入 5 mL 或 10 mL 王水(A3.6), 微热溶解, 取下冷却, 将溶液移入 25 mL 或 50 mL 容量瓶中, 其中含王水 10%(V/V), 以水稀释至刻度, 混匀。

A5.3.2 使用空气-乙炔火焰, 于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处, 与标准溶液系列同时, 以水调零, 测量溶液的吸光度, 减去随同试料的空白试验溶液的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铁浓度。

#### A5.4 工作曲线的绘制

A5.4.1 移取 0、2.50、5.00、7.50、10.00、12.50、15.00 mL 铁标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 王水(A3.5), 以水稀释至刻度, 混匀。

A5.4.2 与试料测定相同条件下, 测量标准溶液吸光度。以铁浓度为横坐标, 以吸光度(减去“零”浓度溶液吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

#### A6 分析结果的表述

按式(A1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{c \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $c$ ——从工作曲线上查得的试液中铁的浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V_0$ ——试液的体积, mL;

$m_0$ ——试料的质量, g。

所得结果表示至三位小数; 若铁含量小于 0.010% 时, 表示至四位小数; 小于 0.001 0% 时, 表示至五位小数。

#### A7 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表 A2 所列允许差。

表 A2

%

| 含铁量              | 允许差      | 含铁量            | 允许差     |
|------------------|----------|----------------|---------|
| 0.000 50~0.001 0 | 0.000 30 | >0.005 0~0.010 | 0.001 5 |
| >0.001 0~0.003 0 | 0.000 6  | >0.010~0.030   | 0.003   |
| >0.003 0~0.005 0 | 0.001 0  |                |         |

**附 录 B**  
(提示的附录)  
**仪器的工作条件**

使用 WFX-1C 型原子吸收光谱仪测定铁量的工作条件如表 B1。

表 B1

| 波长, nm | 灯电流, mA | 光谱通带, nm | 观测高度, mm | 空气流量, L/min | 乙炔流量, L/min |
|--------|---------|----------|----------|-------------|-------------|
| 248.3  | 1       | 0.2      | 8        | 6.8         | 0.8         |