

原子吸收光谱分析方法

国家标准汇编

(1980 — 1986)

(上册)

山东省分析测试中心
山东省理化分析测试协会
一九九三年十月

编者的话

原子吸收光谱分析法(简称原子吸收法)是近 20 年发展起来的一种分析技术。由于它具有干扰少、灵敏度高、操作简便快速等优点,因而发展十分迅速,应用范围也非常广泛。近年来在地质、冶金、生化、环保等部门的标准分析方法都已采用原子吸收法。由于原子吸收标准分析方法比较分散,不易查找,给专业人员工作造成一定困难,因此广大从事原子吸收光谱分析的专业人员迫切需要一本收集齐全、方便实用的标准分析方法汇编。为了适应标准化工作的开展和满足原子吸收光谱分析专业人员的需要,最大限度地为他们提供工作方便,为此,我们将分散在各个行业的 182 个原子吸收分析方法(从 1980 年至 1991 年发布的)国家标准,按照标准号从小到大,年代从远到近的顺序进行排列(个别替代标准除外),编辑了这本《原子吸收光谱分析方法国家标准汇编》。

该汇编具有全面系统、实用性强、查找方便、快捷的特点,基本上能够满足各行业从事原子吸收光谱分析专业人员的需要。

参加本书编辑工作的有杨文珍、田昭明同志。汇编中缺点、错误在所难免,谨请读者批评指正。

编者

一九九三年六月。

序 言

原子吸收光谱分析法是本世纪五十年代提出的一种新型的仪器分析方法。因其灵敏度高,选择性强和简便快速而获飞跃发展,并广泛地应用于各个部门,成为微量元素分析最有力的常规分析手段之一。不少行业已将应用原子吸收光谱分析的方法制定为国家标准。为了适应标准化工作的发展和便于从事原子吸收光谱分析的专业人员查找或参考,山东省分析测试中心的杨文珍、田昭明同志将分散在各行业的近二百个原子吸收光谱国家标准分析方法汇编成册,定名为“原子吸收光谱分析方法国家标准汇编”。汇编的出版给广大分析工作者提供了极大的方便。本汇编可供冶金、地质、环境保护、医药卫生、轻工等部门从事原子光谱分析的专业人员和标准化工作人员参考,也可供大专院校教学参考。

高英奇

一九九三年六月十日

王 昊

目 录

GB223.46—89	钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量	(1)
GB223.64—88	钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锰量	(5)
GB223.65—88	钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钴量	(8)
GB2120—80	硒中镁、铜、铁、镍量的测定	(11)
GB2129—80	镉中铅量的测定(原子吸收分光光度法)	(15)
GB2131—80	镉中锌量的测定(原子吸收分光光度法)	(18)
GB2144—80	碲中镁、钠量的测定(原子吸收分光光度法)	(21)
GB2590.5—81	氧化铁、氧化铅中钠量的测定(火焰原子吸收分光光度法)	(23)
GB3253.5—82	铈化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铁、铜	(25)
GB3256.5—82	电真空用锆粉化学分析方法 原子吸收分光光度法测定	(30)
GB3257.9—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化钾、氧化钠量 ...	(34)
GB3257.10—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化锰量	(39)
GB3257.11—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定三氧化二铬量	(44)
GB3257.13—82	铝土矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铈量	(50)
GB3258.11—82	铋精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银	(55)
GB3258.12—82	铋精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铜	(59)
GB3260.9—82	锡化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铜、铈	(63)
GB3286.11—82	石灰石、白云石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁、铁	(69)
GB3826—83	镉化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量	(74)
GB3884.5—83	铜精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化镁量	(78)
GB3884.7—83	铜精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(83)
GB3884.11—83	铜精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镉量	(88)
GB3884.12—83	铜精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铈量	(93)
GB3884.15—86	铜精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量	(98)
GB3885.1—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化锂、氧化钠和氧化钾量	(102)
GB3885.2—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化铷和氧化铯量	(107)
GB3885.9—83	锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钙、氧化镁量	(112)
GB4103.11—83	铅基合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量	(118)
GB4103.12—83	铅基合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定 银、铈、镍和钠量	(122)
GB4324.14—84	钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量	(128)
GB4324.16—84	钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁量	(133)
GB4324.17—84	钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钠量	(137)
GB4324.18—84	钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钾量	(142)
GB4325.14—84	钨化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量	(147)

GB4325.16—84	钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁量	(152)
GB4325.17—84	钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钠量	(156)
GB4325.18—84	钼化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钾量	(161)
GB4333.8—88	硅铁化学分析方法 原子吸收光谱法测定钙量	(166)
GB4333.9—88	硅铁化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅量	(170)
GB4375.5—84	钾化学分析方法 一氧化二氮—乙炔火焰原子 吸收分光光度法测定钙量	(175)
GB4375.10—84	镓化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锌量	(180)
GB4375.11—84	镓化学分析方法 冷原子吸收分光光度法测定汞量	(185)
GB4500—84	硫化橡胶中锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法	(189)
GB4634—84	煤灰中钾、钠、铁、钙、锰的测定方法(原子吸收分光光度法)	(193)
GB4702.5—84	金属铬化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(198)
GB4702.7—84	金属铬化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铁量	(201)
GB5059.3—85	钼铁化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铜量	(205)
GB5069.10—85	镁质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化锰量 ...	(209)
GB5069.11—85	镁质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钾、氧化钠量	(214)
GB5070.9—85	镁铬质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法测定 氧化锰量	(219)
GB5070.10—85	镁铬质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钾、氧化钠量	(224)
GB5119.8—85	粗铅化学分析方法 原子吸收分光光度法测定金量	(229)
GB5119.9—85	粗铅化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量	(233)
GB5120.4—85	粗铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铈量	(238)
GB5120.5—85	粗铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铈量	(244)
GB5120.6—85	粗铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(250)
GB5121.3—85	铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(256)
GB5121.11—85	铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锌量	(261)
GB5122.19—85	黄铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(266)
GB5122.20—85	黄铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镍量	(271)
GB5870.4—86	铍精矿—绿柱石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定 氧化锂量	(276)
GB5870.6—86	铍精矿—绿柱石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定 氧化钙量	(281)
GB6042—85	化工产品用原子吸收光谱分析法 标准编写格式	(286)
GB6150.7—85	钨精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量	(291)
GB6150.11—85	钨精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铜量	(296)
GB6150.16—85	钨精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锰量	(301)
GB6520.9—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锌量	(306)
GB6520.10—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镍量	(310)

GB6520.11—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(314)
GB6520.12—86	硅青铜、硅黄铜化学分析方法 电解—原子吸收分光光度法 测定铜量	(318)
GB6549.4—86	氯化钾、钙和镁含量的测定 原子吸收光谱法和 EDTA 容量法	(324)
GB6581—86	玻璃在 100℃耐盐酸浸蚀性的火焰 发射或原子吸收光谱 测定方法	(328)
GB6609.11—86	氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定一氧化锰量	(331)
GB6609.12—86	氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化锌量	(336)
GB6609.13—86	氧化铝化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化钙量	(341)
GB6730.14—86	铁矿石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙和镁量	(346)
GB6730.36—86	铁矿石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铜量	(353)
GB6730.49—86	铁矿石化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钠和钾量	(358)
GB6900.8—86	粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钙、氧化镁量	(365)
GB6900.9—86	粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钾、氧化钠量	(370)
GB6901.8—86	硅质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钙、氧化镁量	(376)
GB6901.9—86	硅质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钾、氧化钠量	(381)
GB6901.10—86	硅质耐火材料化学分析方法 原子吸收分光光度法测定氧化锰量 ...	(386)
GB6987.3—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铜量	(391)
GB6987.9—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锌量	(395)
GB6987.11—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅量	(399)
GB6987.15—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镍量	(402)
GB6987.17—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镁量	(405)
GB6987.18—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铬量	(409)
GB6987.21—86	铝及铝合金化学分析方法 原子吸收分光光度法测定钙量	(412)
GB7043—86	硫化橡胶中金属含量测定 火焰原子吸收光谱法 第二部分:铜含量的测定	(415)
GB7315.8—87	五氧化二钒化学分析方法 原子吸收分光光度法 测定氧化钾和氧化钠量	(418)
GB7468—87	水质 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法	(423)
GB7475—87	水质 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法	(430)
GB7728—87	冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则	(437)
GB7739.2—87	金精矿化学分析方法 原子吸收分光光度法测定银量	(442)
GB8002.1—87	锡青铜化学分析方法 电解—原子吸收分光光度法测定铜量	(445)
GB8002.7—87	锡青铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定锌量	(451)
GB8002.15—87	锡青铜化学分析方法 原子吸收分光光度法测定镍量	(455)
GB8020—87	汽油铅含量测定法 (原子吸收光谱法)	(459)

GB8151.5—87	锌精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅量	(462)
GB8151.6—87	锌精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铜量	(466)
GB8151.8—87	锌精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定镉量	(471)
GB8151.12—87	锌精矿化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定银量	(476)
GB8152.4—87	铅精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铜量	(480)
GB8152.5—87	铅精矿化学分析方法	原子吸收分光光度法测定氧化镁量	(484)
GB8152.10—89	铅精矿化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定银量	(489)
GB8154.5—87	天然和人造冰晶石化学分析方法	原子吸收分光光度法测定钠量	(493)
GB8220.4—87	铋化学分析方法	原子吸收分光光度法测定银量	(496)
GB8220.5—87	铋化学分析方法	原子吸收分光光度法测定锌量	(501)
GB8220.6—87	铋化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅量	(506)
GB8221.5—87	铟化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铜、铁、锌、镉量	(511)
GB8221.6—87	铟化学分析方法	原子吸收分光光度法测定铅量	(516)
GB8550.1—87	白铜化学分析方法	电解—火焰原子吸收分光光度法测定铜量	(521)
GB8550.6—87	白铜化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定铝量	(526)
GB8550.7—87	白铜化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定钴量	(531)
GB8550.8—87	白铜化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镁量	(536)
GB8550.9—87	白铜化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定锌量	(540)
GB8550.10—87	白铜化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定铅量	(544)
GB8647.5—88	镍化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镁量	(549)
GB8647.6—88	镍化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定 镉、钴、铜、锰、铅、锌量	(553)
GB8647.7—88	镍化学分析方法	电热原子吸收分光光度法测定 砷、锑、铋、锡、铅量	(559)
GB8648.6—88	钴化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镁量	(563)
GB8648.7—88	钴化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定锌量	(567)
GB8648.8—88	钴化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镉量	(572)
GB8648.9—88	钴化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定铅量	(577)
GB8648.10—88	钴化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镍量	(581)
GB8648.11—88	钴化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定铜、锰量	(586)
GB8648.12—88	钴化学分析方法	电热原子吸收分光光度法测定 砷、锑、铋、锡、铅量	(591)
GB8762.2—88	荧光级氧化钇和氧化钕中氧化钙量测定	一氧化二氮—乙炔火焰 原子吸收分光光度法	(595)
GB8914—88	居住区大气中汞卫生标准检验方法	金汞齐富集—原子吸收法	(599)
GB9000.10—88	电子玻璃中氧化钾、氧化钠和氧化锂的原子吸收分析		(603)
GB9000.11—88	电子玻璃中氧化钙、氧化锶、氧化钡和氧化镁的原子吸收分析		(605)
GB9000.12—88	电子玻璃中氧化锌、氧化铅、氧化铝和氧化锑的原子吸收分析		(608)
GB9000.13—88	电子玻璃中氧化钴、氧化镍和二氧化锰的原子吸收分析		(611)
GB9010—88	天青石矿石中钙和镁含量的测定	原子吸收光谱法	(613)

GB10574.8—89	锡铅焊料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量	(616)
GB10574.10—89	锡铅焊料化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锌量	(620)
GB10724—89	化学试剂 无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法通则	(624)
GB10726—89	化学试剂 溶剂萃取—原子吸收光谱法测定 金属杂质通用方法	(633)
GB11064.4—89	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钠和钾量	(635)
GB11064.5—89	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量	(640)
GB11064.6—89	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量	(644)
GB11064.17—89	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 共沉淀火焰原子吸收光谱法测定铁和铅量	(647)
GB11064.18—89	碳酸锂、单水氢氧化锂、氯化锂化学分析方法 离子交换火焰原子吸收光谱法测定钙、镁、铜、锌、镍、锰、镉量	(651)
GB11066.2—89	金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量	(657)
GB11066.3—89	金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁量	(661)
GB11066.4—89	金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、铋和铈量	(665)
GB11067.1—89	银化学分析方法 氯化银沉淀—火焰原子吸收光谱法测定银量	(670)
GB11067.2—89	银化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜和金量	(674)
GB11067.3—89	银化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁、铅和铋量	(679)
GB11074.6—89	氧化钐化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙量	(683)
GB11198.4—89	工业硫酸 铁含量的测定 原子吸收分光光度法	(687)
GB11198.8—89	工业硫酸 铅含量的测定 原子吸收分光光度法	(690)
GB11198.10—89	工业硫酸 汞含量的测定 冷原子吸收分光光度法	(693)
GB/T11200.3—89	离子交换膜法氢氧化钠中钙含量的测定 火焰原子吸收法	(697)
GB11201—89	硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法	
	第四部分:铁含量的测定	(700)
GB11739—89	居住区大气中铅卫生检验标准方法 原子吸收分光光度法	(703)
GB11740—89	居住区大气中镉卫生检验标准方法 原子吸收分光光度法	(708)
GB11848.14—91	铀矿石浓缩物中钾、钠的测定 原子吸收光谱法	(713)
GB11904—89	水质 钾和钠的测定 火焰原子吸收分光光度法	(718)
GB11905—89	水质 钙和镁的测定 原子吸收分光光度法	(721)
GB11907—89	水质 银的测定 火焰原子吸收分光光度法	(712)
GB11911—89	水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法	(725)
GB11912—89	水质 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法	(731)
GB/T12575—90	液体燃料油钒含量测定法 (无火焰原子吸收光谱法)	(734)
GB/T12687.3—90	农用硝酸稀土化学分析方法 发生氢化物火焰原子吸收光谱法测定砷含量	(738)
GB/T12687.4—90	农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定汞含量	(744)
GB/T12687.6—90	农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定	

	铅、镉含量	(747)
GB/T 12689.7—90	锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量	(751)
GB/T 12689.8—90	锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁量	(755)
GB/T 12689.9—90	锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜量	(756)
GB/T 12689.10—90	锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅量	(762)
GB/T 12689.11—90	锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铈量	(766)
GB/T 12689.12—90	锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量	(769)
GB/T 12689.13—90	锌及锌合金化学分析方法 电热原子吸收光谱法测定铝量	(773)
GB/T 12690.16—90	稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量	(777)
GB/T 12690.17—90	稀土金属及其氧化物化学分析方法 氧化亚氮—乙炔 火焰原子吸收光谱法测定钙量	(781)
GB/T 12690.25—90	稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量	(785)
GB/T 12690.26—90	稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法 测定钠量	(789)
GB 13196—91	水质 硫酸盐的测定 火焰原子吸收分光光度法	(793)
GB/T 13253—91	硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法 第5部分:锰含量的测定	(796)

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量

GB 223.46—89

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy

代替 GB 223.46—85

The flame atomic absorption spectrometric
method for the determination of magnesium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用火焰原子吸收光谱法测定镁量。

本标准适用于铸铁、碳钢、低合金钢及高温合金中镁量的测定。测定范围：0.002%~0.100%。

2 方法提要

试样以盐酸、硝酸溶解，将试样溶液喷入空气-乙炔火焰中，用镁空心阴极灯做光源，于原子吸收光谱仪波长285.2 nm处，测量其吸光度。

加入氯化锶做干扰抑制剂，消除共存元素硅、铝、钛等的干扰。为消除基体元素的影响，绘制校准曲线时，须加入与试样溶液相近量的铁或镍。

3 试剂

本方法中所用的水，均为二次蒸馏水。

3.1 高纯铁(含镁量<0.0005%)。

3.2 高纯镍(含镁量<0.0005%)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，超纯。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 锶溶液(5%)：称取152.4 g氯化锶(优级纯或再结晶 $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)置于250 mL烧杯中，用水溶解后移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.8 铁溶液：称取10.0 g纯铁(3.1)，置于500 mL烧杯中，加入40~50 mL盐酸(3.3)，缓慢加入5~10 mL硝酸(3.5)，低温加热溶解完全后，继续蒸发至小体积，冷却，加入100 mL水，加热至盐类溶解，冷却后移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 mg铁。

3.9 镍溶液：称取10.0 g纯镍(3.2)，置于500 mL烧杯中，加入100 mL硝酸(3.6)，微热溶解完全后，继续加热至小体积，冷却，加入100 mL水，加热至盐类溶解，冷却后移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 mg镍。

3.10 镁标准溶液：

3.10.1 称取0.1659 g经850℃灼烧30 min并在干燥器中冷却至室温的氧化镁(99.99%以上)，置于200 mL烧杯中，加20 mL盐酸(3.4)，加热溶解后，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶

液 1 mL 含 100 μg 镁。

3.10.2 移取 10.00 mL 镁标准溶液(3.10.1)置于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镁。

4 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,镁空心阴极灯,空气-乙炔气体要足够纯净(不含水、油及镁),以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标:

4.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液,测量 10 次吸光度,并计算其吸光度平均值和标准偏差。此标准偏差不应超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液)测量 10 次吸光度,并计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

4.2 特征浓度

本标准镁的特征浓度应优于 0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.3 检出限

本标准镁的检出限应优于 0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.4 校准曲线的线性

校准曲线上端 20% 浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下端 20% 浓度范围的斜率比不应小于 0.7。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

g

试 样	试 样 量
铁基试样	0.1000~1.0000
镍基试样	0.1000~0.5000

5.2 测定数量

称取两份试样进行测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 铁基试样

将试样(5.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),滴加 2~3 mL 硝酸(3.5),盖上表皿,低温加热溶解,蒸发至近干,再加 5 mL 盐酸(3.3),加 20 mL 水,低温加热溶解盐类,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.4.3 进行。

5.4.2 镍基试样

将试样(5.1)置于 100 mL 石英烧杯中,加 10~15 mL 盐酸(3.3),盖上表皿,低温加热溶解,再滴加 2 mL 硝酸(3.5),继续加热至试样完全溶解(根据不同的钢种,可采用适当比例的盐酸-硝酸混合酸溶

解),蒸发至近干,加入 2~3 mL 盐酸(3.3)、10 mL 水,低温加热溶解可溶性盐类,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,加 2 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。试样溶液如析出钨、钼等沉淀,必须放置澄清或干过滤。

5.4.3 吸光度的测定

将试样溶液在原子吸收光谱仪上,于波长 285.2 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度,从校准曲线上查出镁的浓度。

注:试样溶液中含镁量高于校准曲线范围时,采用稀释法使镁量在最佳测定范围内(0.1~0.7 $\mu\text{g/mL}$),并保持每 25 mL 溶液中含 1 mL 锶溶液(3.7),绘制校准曲线所用标准溶液,含基体元素量(铁与镍)必须与试样保持一致。

5.5 校准曲线的绘制

5.5.1 移取六份与试样量相同的铁溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 0.2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL 镁标准溶液(3.10);分别加入 10 mL 盐酸(3.4)、4 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.5.3 进行。

5.5.2 移取六份与试样量相同的镍溶液(3.9)于 50 mL 容量瓶中,加入 0.1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 镁标准溶液(3.10),分别加入 5 mL 盐酸(3.4)、2 mL 锶溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。以下按 5.5.3 进行。

5.5.3 校准溶液系列与试样溶液、空白溶液同时测定,并以镁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镁的百分含量:

$$\text{Mg}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \cdot V}{m \times 10^6} \times 100$$

式中: c_1 ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中镁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_2 ——自校准曲线上查得的试样溶液中镁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——被测试样溶液的体积, mL;

m ——试样量, g。

7 精密度

本标准的精密度是在 1988 年选择 11 个水平由 10 个实验室共同实验结果确定的,精密度见表 2。

表 2

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.002~0.10	$r = 0.000\ 275\ 8 + 0.024\ 44\ m$	$R = 0.000\ 322\ 1 + 0.061\ 16\ m$

如果两个独立测试结果之间的差值,超过表中所列精密度函数关系式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准主要起草人李玉珍、李锦文。

本标准水平等级标记 GB 223.46—89 1。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锰量

UDC 669.14/.15
543.06

GB 223.64—88

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The flame atomic absorption spectrometric method
for the determination of manganese content

本标准适用于生铁、碳素钢及低合金钢中锰量的测定。测定范围：0.1%~2.0%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准遵守 GB 7728—87《冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则》。

1 方法提要

试样以盐酸和过氧化氢分解后，用水稀释至一定体积，喷入空气-乙炔火焰中，用锰空心阴极灯作光源，于原子吸收光谱仪波长 279.5 nm 处，测量其吸光度。

为消除基体影响，绘制校准曲线时，应加入与试样溶液相近的铁量。

2 试剂

2.1 纯铁(锰含量应小于 0.004%)。

2.2 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。

2.3 盐酸(1+2)。

2.4 盐酸(2+100)。

2.5 过氧化氢(30%)。

2.6 硝酸(1+1)。

2.7 高氯酸(ρ 1.67 g/ml)。

2.8 王水，硝酸(ρ 1.42 g/ml)与盐酸(2.2)按(1+3)混合。

2.9 锰标准溶液

2.9.1 称取 1.000 0 g 金属锰(99.9%以上)，置于 400 ml 烧杯中，加入 30 ml 盐酸(2.3)，加热分解，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 1.00 mg 锰。

3 仪器

原子吸收光谱仪，各有空气-乙炔燃烧器，锰空心阴极灯。空气-乙炔气体要足够纯净(不含油、水及锰)，以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪应达到下列指标：

3.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液，测量 10 次吸光度，并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差不得超过该吸光度平均值的 1.0%。

用最低浓度的校准溶液(不是零校准溶液)，测量 10 次吸光度，并计算其标准偏差，该标准偏差不应

超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

3.2 特征浓度

本标准锰的特征浓度应小于 0.10 $\mu\text{g/ml}$ 。

3.3 检出限

本标准锰的检出限应小于 0.05 $\mu\text{g/ml}$ 。

3.4 校准曲线的线性

校准曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.7。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 0.500 0 g 试样。

4.2 空白试验

称取 0.500 0 g 纯铁,随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 试样的处理

4.3.1.1 用盐酸易分解的试样

将试样(4.1)置于 300 ml 烧杯中,加入 20 ml 盐酸(2.3)置于电热板上加热完全溶解后,加入 2~3 ml 过氧化氢(2.5)使铁氧化(在试样未完全溶解时,不要加过氧化氢,否则会停止试样的分解)。加热煮沸片刻,分解过剩的过氧化氢,取下冷却,过滤,用温盐酸(2.4)洗涤,滤液和洗液(如试液中碳化物、硅酸等沉淀物很少,不妨碍喷雾器的正常工作时,可免去过滤)移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.1.2 用盐酸分解有困难的试样

将试样(4.1)置于 300 ml 烧杯中,盖上表皿,加入 30 ml 王水(2.8),加热分解,蒸发至干。冷却,加入 20 ml 盐酸(2.3)溶解可溶性盐类,过滤,用温盐酸(2.4)洗涤滤纸。将滤液和洗液移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.1.3 生铁等试样

将试样(4.1)置于 300 ml 烧杯中,盖上表皿,加入 10 ml 硝酸(2.6)加热分解,然后加入 7 ml 高氯酸(2.7),加热至冒白烟,冷却后加少量水溶解盐类,移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀,干过滤。

4.3.2 吸光度的测定

将试样溶液(4.3.1.1)或(4.3.1.2)或(4.3.1.3)在原子吸收光谱仪上,于波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。将试样溶液的吸光度和随同试样空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出锰的浓度($\mu\text{g/ml}$)。

注:当锰浓度超出直线范围时,酌情稀释后测定。校准曲线的溶液与试样溶液同样稀释。另外,还可以通过旋转燃烧器、选用次灵敏线等方法降低灵敏度。

4.4 校准曲线的绘制

4.4.1 称取纯铁数份,每份 0.500 0 g,分别置于 300 ml 烧杯中,加入 0~10.00 ml 锰标准溶液(2.9.1),以下按 4.3.1.1 或 4.3.1.2 或 4.3.1.3 置于 300 ml 烧杯中以后进行。

4.4.2 在原子吸收光谱仪上,于波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

4.4.3 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度的吸光度,为锰校准曲线系列溶液的净吸光度,以锰浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{(C_2 - C_1) \times f \times V}{m_s \times 10^4} \times 100$$

式中: C_1 ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中锰的浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

C_2 ——自校准曲线上查得的试样溶液中锰的浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$;

f ——稀释倍数;

V ——最终测量试样溶液的体积, ml ;

m_s ——试样量, g 。

6 精密度

精密度表

水平, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.40~1.50	$r = 0.01048 + 0.02063 m$	$R = 0.02446 + 0.01828 m$

重复性是用本方法在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一仪器,并在短期内,对相同试样所作两个单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

再现性是用本方法在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样各作单次测试结果,在95%概率水平两个独立测试结果的最大差值。

如果两个独立测试结果之间差值超过了相应的重复性和再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人李锦文、李玉珍。

本标准水平等级标记 GB 223.64—88 I

钢铁及合金化学分析方法
火焰原子吸收光谱法测定钴量

UDC 669.14/.15
543.06

GB 223.65—88

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The flame atomic absorption spectrometric method
for the determination of cobalt content

本标准适用于铸铁、碳素钢及低合金钢中钴量的测定。测定范围:0.01%~0.5%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准遵守 GB 7728—87《冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则》。

1 方法提要

试样以盐酸和过氧化氢分解,过滤除去残渣。滤液用水稀释到一定体积。试样溶液喷入空气-乙炔火焰中,用钴空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处,测量其吸光度。

为消除基体影响,绘制校准曲线时,应加入与试样溶液相近的钴量。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。

2.2 盐酸(1+1)。

2.3 盐酸(10+6)。

2.4 盐酸(2+100)。

2.5 高氯酸(ρ 1.67 g/ml)。

2.6 高氯酸(2+100)。

2.7 过氧化氢(30%)。

2.8 硝酸(1+1)。

2.9 王水:硝酸(ρ 1.42 g/ml)与盐酸(2.1)按(1+3)混合。

2.10 分离去钴的纯铁溶液:称取纯铁 5 份,每份 1.000 0 g,分别置于 5 个 300 ml 烧杯中,各加入 10 ml 盐酸(2.1),盖上表面皿,慢慢加热溶解。溶解后加入 5 ml 过氧化氢(2.7),使铁等氧化后,继续加热蒸发至近干。取下冷却后,加入 10 ml 盐酸(2.3)溶解盐类,将溶液移入 200 ml 分液漏斗中,用 20 ml 盐酸(2.3)洗涤烧杯,洗液也移入分液漏斗中。加入 30 ml 甲基异丁基酮(以下简称 MIBK),振荡约 1 min。静置分层后,弃去水相,向有机相中加入 20 ml 水,振荡 1 min,静置分层后将水相放入原烧杯中。再往分液漏斗中加入 10 ml 水,振荡 1 min,静置分层后,将水相合并于原烧杯中,弃去有机相。将水溶液煮沸约 5 min,使大部分 MIBK 挥发后,加入 5 ml 硝酸(2.8),加热蒸发至干。冷却后加入 20 ml 盐酸(2.2),慢慢加热使可溶性盐类溶解,冷却至室温,将 5 个烧杯的溶液合并移入 250 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 20 mg 铁。

2.11 钴标准溶液

2.11.1 称取 1.000 0 g 金属钴(99.9%以上),置于 400 ml 烧杯中,加入 30 ml 硝酸(2.8),加热溶解