

GB

中国
国家
标准
汇编

中国国家标准汇编

12

GB 1963—2079

中国标准出版社

1985

中国国家标准汇编

12

GB 1963—2079

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

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 50³/₄ 字数 1,564,000

1985年7月第一版 1985年7月第一次印刷

印数 1—21,000 [精]
7,300 [平]

*

书号: 15169·3-332 定价 19.80 元 [精]
15.80 元 [平]

*

标目 16—5 [精]
16—6 [平]

出版说明

一九八一年，我社曾经出版了当时公开发行的GB 1605号以前的国家标准汇编。近年来，随着我国标准化工作的深入开展，国家标准的数量不断增加，内容不断更新。为适应标准化工作的发展，满足各级标准化管理机构及工矿企业、科研、设计、教学等部门的需要，我社决定出版《中国国家标准汇编》。

《中国国家标准汇编》收集公开发行的全部现行国家标准，以国家标准顺序号作为编排依据，凡顺序号短缺处，除特殊注明外，均为作废标准号或空号。

本汇编从一九八三年起，分若干分册陆续出版。第十二分册共收编一九八〇年间批准发布国家标准117个（GB 1963—2079）。至本分册发稿之时，这些标准都是最新的现行国家标准。由于标准要经常修订，请读者在使用中，注意更换修订了的标准。

中国标准出版社总编室
一九八四年十一月

目 录

GB 1963—80	磷酸二氢钾.....	(1)
GB 1964—80	多孔陶瓷抗压强度试验方法.....	(12)
GB 1965—80	多孔陶瓷抗弯强度试验方法.....	(14)
GB 1966—80	多孔陶瓷显气孔率、容重试验方法.....	(16)
GB 1967—80	多孔陶瓷孔道直径试验方法.....	(18)
GB 1968—80	多孔陶瓷透气度试验方法.....	(21)
GB 1969—80	多孔陶瓷渗透率试验方法.....	(25)
GB 1970—80	多孔陶瓷耐酸、碱腐蚀性能试验方法.....	(27)
GB 1971—80	电机线端标志与旋转方向.....	(30)
GB 1972—80	蝶形弹簧.....	(38)
GB 1973—80	小型普通圆柱螺旋弹簧技术条件.....	(61)
GB 1974—80	切向键及其键槽.....	(65)
GB 1975—80	食品添加剂 琼胶.....	(69)
GB 1976—80	食品添加剂 海藻酸钠.....	(73)
GB 1977—80	照相制版用微晶锌板.....	(78)
GB 1978—80	电池锌板.....	(80)
GB 1979—80	结构钢低倍组织缺陷评级图.....	(82)
GB 1980—80	电气设备额定频率.....	(123)
GB 1981—80	电工绝缘有溶剂漆试验方法.....	(125)
GB 1982—80	声频功率放大器 (扩音机) 基本参数与一般技术要求.....	(143)
GB 1983—80	声频功率放大器 (扩音机) 基本参数的测量方法.....	(147)
GB 1984—80	交流高压断路器.....	(159)
GB 1985—80	交流高压隔离开关.....	(184)
GB 1986—80	食品添加剂 单硬脂酸甘油酯.....	(196)
GB 1987—80	食品添加剂 柠檬酸.....	(200)
GB 1988—80	信息处理交换用的七位编码字符集.....	(204)
GB 1989—80	信息处理交换用七位编码字符集在 9 磁道12.7毫米磁带上的表示方法.....	(214)
GB 1990—80	信息处理交换用穿孔纸带孔的尺寸与位置.....	(216)
GB 1991—80	信息处理交换用七位编码字符集在穿孔纸带上的表示方法.....	(218)
GB 1992—80	集装箱名词术语.....	(220)
GB 1993—80	电机冷却方法.....	(225)
GB 1994—80	电碳制品物理化学试验分析方法.....	(232)
GB 1995—80	石油产品粘度指数计算法.....	(255)
GB 1996—80	冶金焦炭.....	(267)
GB 1997—80	冶金焦炭试样的采取和制备方法.....	(269)
GB 1998—80	沥青焦试样的采取和制备方法.....	(273)
GB 1999—80	焦化产品轻油类取样方法.....	(275)
GB 2000—80	焦化产品固体类取样方法.....	(278)
GB 2001—80	冶金焦炭水分的测定方法.....	(281)
GB 2002—80	冶金焦炭灰分的测定方法.....	(283)
GB 2003—80	冶金焦炭挥发分的测定方法.....	(285)

GB 2004—80	冶金焦炭固定炭的测定方法	(288)
GB 2005—80	冶金焦炭的焦末含量及大块焦筛分组成的测定方法	(289)
GB 2006—80	冶金焦炭机械强度的测定方法	(291)
GB 2007—80	散装矿产品取样、制样通则	(294)
GB 2008—80	散装氟石取样、制样方法	(319)
GB 2009—80	散装矾土取样、制样方法	(327)
GB 2010—80	散装滑石取样、制样方法	(335)
GB 2011—80	散装锰矿取样、制样方法	(343)
GB 2012—80	苯类产品酸洗比色测定法	(351)
GB 2013—80	苯类产品密度测定法	(353)
GB 2014—80	蚕丝、合纤筛网技术要求	(355)
GB 2015—80	白色硅酸盐水泥	(361)
GB 2016—80	白色硅酸盐水泥白度试验方法	(364)
GB 2017—80	中波广播网覆盖技术	(366)
GB 2018—80	磁带录音机测量方法	(382)
GB 2019—80	磁带录音机基本参数和技术要求	(397)
GB 2020—80	信息处理交换用 9 磁道12.7毫米宽32行/毫米记录磁带	(407)
GB 2021—80	军用柴油	(413)
GB 2022—80	水泥水化热试验方法 (直接法)	(415)
GB 2023—80	食品添加剂 乳酸	(420)
GB 2024—80	针灸针	(424)
GB 2025—80	船用分流式离心润滑油滤器	(432)
GB 2026—80	系泊羊角	(436)
GB 2027—80	船用内螺纹青铜填料旋塞	(438)
GB 2028—80	船用放泄螺塞	(441)
GB 2029—80	铸钢吸入通海阀	(444)
GB 2030—80	青铜吸入通海阀	(446)
GB 2031—80	船用消防接头	(448)
GB 2032—80	船用消防阀	(453)
GB 2033—80	滩羊	(456)
GB 2034—80	石油修井机型式与基本参数	(462)
GB 2035—80	塑料术语及其定义	(464)
GB 2036—80	印制电路名词术语和定义	(529)
GB 2037—80	显象管防爆试验方法	(547)
GB 2038—80	利用 J_R 阻力曲线确定金属材料延性断裂韧度的试验方法	(550)
GB 2039—80	金属拉伸蠕变试验方法	(576)
GB 2040—80	纯铜板	(582)
GB 2041—80	黄铜板	(587)
GB 2042—80	复杂黄铜板	(594)
GB 2043—80	铝青铜板	(597)
GB 2044—80	镉青铜板	(600)
GB 2045—80	铬青铜板	(603)
GB 2046—80	锰青铜板	(606)
GB 2047—80	硅青铜板	(609)
GB 2048—80	锡青铜板	(612)
GB 2049—80	锡锌铅青铜板	(617)

GB 2050—80 普通白铜板..... (620)

GB 2051—80 铝白铜 (BA16-1.5、BA113-3)板..... (625)

GB 2052—80 锰白铜板..... (628)

GB 2053—80 锌白铜板..... (631)

GB 2054—80 镍及镍合金板..... (634)

GB 2055—80 镉阳极板..... (638)

GB 2056—80 铜阳极板..... (640)

GB 2057—80 镍阳极板..... (642)

GB 2058—80 锌阳极板..... (644)

GB 2059—80 纯铜带..... (646)

GB 2060—80 黄铜带..... (650)

GB 2061—80 水箱散热片专用铜带、黄铜带..... (655)

GB 2062—80 铝青铜带..... (658)

GB 2063—80 镉青铜带..... (661)

GB 2064—80 锰青铜带..... (664)

GB 2065—80 硅青铜带..... (667)

GB 2066—80 锡青铜带..... (670)

GB 2067—80 锡锌铅青铜带..... (674)

GB 2068—80 普通白铜带..... (676)

GB 2069—80 铝白铜 (BA16-1.5、BA113-3)带..... (680)

GB 2070—80 锰白铜带..... (683)

GB 2071—80 锌白铜带..... (687)

GB 2072—80 镍及镍合金带..... (690)

GB 2073—80 双金属带..... (694)

GB 2074—80 炼铜炉用镁铬砖形状及尺寸..... (697)

GB 2075—80 切削加工用硬质合金分类、分组代号..... (700)

GB 2076—80 切削刀具用可转位刀片型号表示规则..... (704)

GB 2077—80 硬质合金可转位刀片圆角半径..... (718)

GB 2078—80 圆孔硬质合金可转位刀片..... (719)

GB 2079—80 无孔硬质合金可转位刀片..... (784)

磷 酸 二 氢 钾

本标准适用于热法磷酸和氢氧化钾（或碳酸钾）为原料经中和、浓缩、结晶而制得的工业和农业用磷酸二氢钾。

分子式： KH_2PO_4

分子量：136.09（按1977年国际原子量）

一、技 术 条 件

1. 外观：工业用磷酸二氢钾为白色结晶。

2. 磷酸二氢钾应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标		
	一级品	二级品	农业用
磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）含量（以干基计），% $\geq$	98.0	97.0	96.0
水分，% $\leq$	3.0	3.0	4.0
pH值	4.4~4.6	4.4~4.6	4.4~4.6
水不溶物，% $\leq$	0.3	0.5	—
氯化物（Cl），% $\leq$	0.20	—	—
铁（Fe），% $\leq$	0.003	—	—
砷（As），% $\leq$	0.005	—	—
重金属（以Pb计），% $\leq$	0.005	—	—

二、检 验 规 则

3. 磷酸二氢钾应由生产厂的技术检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的磷酸二氢钾均符合本标准的要求。每批出厂磷酸二氢钾都应附有质量证明书。

4. 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的磷酸二氢钾质量进行检验，检验其指标是否符合本标准的要求。

5. 从每批的总袋数中选取10%，小批也不得少于3袋，从选出的件数中，用取样器伸入每袋的3/4深处，取出不少于100克的试样。每批的总试样重量不得少于2公斤。

6. 将选取的试样迅速混匀，用四分法缩分到500克，分装于两个清洁、干燥的250毫升具有磨口塞的广口瓶中，粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、等级、批号及取样日期。一瓶送化验室分析，一瓶密封保存两个月，以备作仲裁分析用。

7. 如果检验中有一项指标不符合本标准时，应重新自两倍量的包装袋中选取磷酸二氢钾样品进行复验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合标准要求时，则整批磷酸二氢钾不能验收。

8. 如供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机构可由双方协议选定，仲裁应按本标准规

定的检验方法进行。

三、检 验 方 法

9. 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 含量测定

方法I 磷钼酸喹啉容量法(仲裁法)

(1) 试剂和溶液

硝酸(GB 626—78): 分析纯。

钼酸钠(HG 3—1087—77): 分析纯。

柠檬酸(HG 3—1108—77): 分析纯。

喹啉: 分析纯(不含还原剂)。

丙酮(GB 686—78): 分析纯。

喹钼柠酮试剂的配制:

溶液I: 溶解70克钼酸钠于150毫升水中; 溶液II: 溶解60克柠檬酸于85毫升硝酸和150毫升水的混合液中, 冷却; 溶液III: 在不断搅拌下, 缓慢地将溶液I加到溶液II中; 溶液IV: 溶解5毫升喹啉于35毫升硝酸和100毫升水的混合液中。缓慢地将溶液IV加到溶液III中, 混合后放置24小时, 过滤, 滤液加入280毫升丙酮, 用水稀释至1升, 混匀, 贮存于棕色瓶中。

百里香酚蓝(HG 3—1223—79)。

酚酞(HGB 3039—59)。

混合指示剂: 取3份体积0.1%百里香酚蓝溶液(溶解0.1克百里香酚蓝于2.2毫升0.1N氢氧化钠溶液中, 用50%乙醇溶液稀释至100毫升)和2份体积0.1%酚酞溶液(溶解0.1克酚酞于100毫升60%乙醇溶液中)进行混合。

氢氧化钠(GB 629—77): 分析纯。

苯二甲酸氢钾(GB 1257—77): 基准试剂。

0.5N氢氧化钠标准溶液的配制及标定: 称取50克氢氧化钠, 置于100毫升烧杯中, 加50毫升水溶解, 冷却后移入聚乙烯瓶中, 静置2昼夜, 待碳酸钠沉淀下降后, 吸取26毫升澄清液, 移入盛有1000毫升不含二氧化碳的蒸馏水并装置有钠石灰管的试剂瓶中, 混匀, 然后按下法标定其浓度: 称取预先在105~110°C干燥至恒重的苯二甲酸氢钾2.5~3.0克(称准至0.0002克), 溶于100毫升不含二氧化碳的蒸馏水中, 加入2~3滴酚酞指示液, 用氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色, 即为终点。

氢氧化钠标准溶液的当量浓度 N_1 按下式计算:

$$N_1 = \frac{G}{0.2042 \times V}$$

式中: G ——称取苯二甲酸氢钾的重量, 克;

V ——滴定消耗氢氧化钠溶液的体积, 毫升;

0.2042——每毫克当量苯二甲酸氢钾的克数。

0.25N盐酸标准溶液的配制及标定: 量取22毫升盐酸, 缓慢倒入预先盛有约500毫升水的1000毫升试剂瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至1000毫升, 混匀, 然后按下法标定其浓度: 量取50毫升盐酸溶液, 用不含二氧化碳的蒸馏水稀释至100毫升, 加入2~3滴酚酞指示液, 用0.5N氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色, 即为终点。

盐酸标准溶液的当量浓度 N_2 , 按下式计算:

$$N_2 = \frac{N_1 \cdot V_1}{V_2}$$

式中: N_1 ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

V_1 ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 毫升;

V_2 ——所取盐酸溶液的体积, 毫升。

(2) 测定手续:

称取预先在105~110℃干燥2小时后试样1克(称准至0.0002克),置于50毫升烧杯中,用蒸馏水溶解试样并转入250毫升容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。吸取10毫升试液于400毫升烧杯中,加入10毫升1:1硝酸,用水稀释至100毫升,加热近沸,加入50毫升喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,煮沸1分钟,冷却至室温。用铺有纸浆的过滤器过滤,先将上层清液过滤,然后用倾泻法洗涤沉淀3~4次,每次用约25~30毫升水,将沉淀移入过滤器上,再用水洗涤沉淀至无酸性。将沉淀移入原烧杯中,加100毫升蒸馏水,搅匀沉淀,再加入过量约10毫升0.5N氢氧化钠标准溶液,充分搅拌待沉淀溶解后,加5滴混合指示液,用0.25N盐酸标准溶液滴定溶液由紫色变微黄色为终点。

按照上述手续进行空白试验。

磷酸二氢钾(KH_2PO_4)含量%(X_1)按下式计算:

$$X_1 = \frac{[N_3(V_3 - V'_3) - N_4(V_4 - V'_4)] \times 0.005234}{G \times \frac{10}{250}} \times 100$$

式中: N_3 ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

N_4 ——盐酸标准溶液的当量浓度;

V_3 ——消耗氢氧化钠标准溶液的体积,毫升;

V'_3 ——空白试验所用氢氧化钠标准溶液的体积,毫升;

V_4 ——滴定消耗盐酸标准溶液的体积,毫升;

V'_4 ——空白试验消耗盐酸标准溶液的体积,毫升;

G ——试样重量,克;

0.005234——每毫克当量磷酸二氢钾的克数。

(3) 本方法平行测定的允许误差在0.3%以内。

方法II 氢氧化钠直接滴定法

(1) 试剂和溶液

氯化钠(GB 1266—77):分析纯。

氢氧化钠、酚酞、苯二甲酸氢钾:同本条方法I中(1)。

1N氢氧化钠标准溶液的配制及标定:同本条方法I(1)中0.5N氢氧化钠标准溶液配制及标定。

标定时所用试剂量加倍。

(2) 测定手续

称取预先在105~110℃干燥2小时后的试样3克(称准至0.0002克),置于250毫升锥形瓶中,加80毫升蒸馏水溶解,加5克氯化钠、15滴百里香酚蓝指示液,用1N氢氧化钠标准溶液滴定至蓝色为终点。

磷酸二氢钾(KH_2PO_4)含量%(X_2)按下式计算:

$$X_2 = \frac{N \cdot V \times 0.1361}{G} \times 100$$

式中: V ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积,毫升;

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度;

G ——试样重量,克;

0.1361——每毫克当量磷酸二氢钾的克数。

(3) 本方法平行测定的允许误差在0.3%以内。

10. 水分的测定

称取试样10克(称准至0.01克),置于预先在105~110℃恒重的直径60毫米、高30毫米的称量瓶

中,于烘箱中,在105~110℃干燥2小时,移入干燥器内冷却至室温,称重。

水分% (X_3)按下式计算:

$$X_3 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中: G_1 ——试样加称量瓶重量,克;

G_2 ——干燥后试样加称量瓶重量,克;

G ——试样重量,克。

本方法平行测定的允许误差在0.2%以内。

11. pH值的测定

(1) 试剂和溶液

苯二甲酸氢钾 (GB 1291—77): 优级纯。

缓冲溶液 (pH=4) 的配制: 称取经105~110℃干燥的苯二甲酸氢钾10.21克,溶于1000毫升水中。

(2) 仪器: 酸度计一套,精度0.1pH。

(3) 测定手续

称取试样3克(称准至0.1克),用100毫升蒸馏水溶解后,用酸度计测定pH值。

(4) 本方法平行测定的允许误差在0.1pH以内。

12. 水不溶物的测定

称取试样10克(称准至0.001克),置于400毫升烧杯中,加100毫升80℃蒸馏水溶解,用预先在105~110℃恒重的4号玻璃坩埚过滤,以蒸馏水洗涤烧杯及坩埚6~8次,置坩埚于105~110℃烘箱中干燥至恒重。

水不溶物含量% (X_4)按下式计算:

$$X_4 = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中: G_1 ——水不溶物加坩埚重量,克;

G_2 ——坩埚重量,克;

G ——试样重量,克。

本方法平行测定的允许误差在0.05%以内。

13. 氯化物含量的测定

方法I 电位滴定法(仲裁法)

(1) 试剂和溶液

硝酸 (GB 626—78): 分析纯,1:1溶液。

硝酸银 (GB 670—77): 分析纯。

硝酸钾 (GB 647—77): 分析纯,在室温下配成饱和溶液。

氯化钾 (GB 646—77): 优级纯。

0.01N硝酸银溶液: 称取8.5克硝酸银,溶于500毫升蒸馏水中,摇匀,贮于棕色瓶中。

取50毫升上述硝酸银溶液,置于500毫升容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,即为0.01N硝酸银溶液(该溶液在使用时配制)。

0.01N氯化钾标准溶液: 称取预先在130℃干燥1小时的氯化钾3.7276克(称准至0.0002克),溶于少量蒸馏水中,移入500毫升容量瓶,稀释至刻度,摇匀。

取50毫升上述氯化钾溶液,置于500毫升容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,即为0.01N氯化钾标准溶液。

(2) 仪器

电位滴定仪：精度 2 毫伏，测量范围 ± 500 毫伏。

甘汞电极：内盛饱和氯化钾溶液。

外盐桥内盛饱和硝酸钾溶液。

银电极。

电磁搅拌器和外套塑料管或玻璃管的铁芯搅拌棒。

微量滴定管：精度 0.01 毫升。

(3) 测定手续

a. 硝酸银溶液的标定：取 5 毫升 0.01N 氯化钾标准溶液，置于 100 毫升烧杯中，加 5 毫升 1:1 硝酸，用蒸馏水稀释至 50 毫升，放入一铁芯搅拌棒，将烧杯放在电磁搅拌器上，烧杯内放一温度计，开动搅拌器，控制烧杯内溶液的温度在 20°C 以下。将银电极和甘汞电极插入溶液中，接好电极和电位计之间线路，校正仪器零点。从微量滴定管加入 4 毫升 0.01N 硝酸银标准溶液，并继续分次加入硝酸银标准溶液，每次 0.100 毫升，待电位值稳定后，记下硝酸银溶液的体积及相应的电位值，同时计算电位值的连续增量 (ΔE_1) 及二次 ΔE_1 的差值 (ΔE_2 正值或负值)。滴定至终点所须硝酸银溶液即给出最大 ΔE_1 值所耗的硝酸银溶液。

再取 10 毫升 0.01N 氯化钾标准溶液进行滴定，除开始加入硝酸银标准溶液数量由 4 毫升改为 9 毫升外，其他操作与滴定 5 毫升氯化钾溶液相同。

滴定至终点所消耗硝酸银溶液的精确体积 V (毫升) 按下式计算：

$$V = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B}$$

式中： V_0 ——得到最大 ΔE_1 的前一点硝酸银溶液体积，毫升；

V_1 ——相当于最后 (终点) 加入部分的硝酸银溶液体积，0.100 毫升；

b ——最后的 ΔE_2 正值；

B ——最后的 ΔE_2 正值和第一个 ΔE_2 负值的绝对值总和。

例：

硝酸银溶液体积 V (毫升)	电位 E (毫伏)	ΔE_1	ΔE_2
4.700	200.5		
4.800	208.0	7.5	
4.900	221.3	13.3	+ 5.8
5.000	241.5	20.2	+ 6.9
5.100	261.2	19.7	- 0.5
5.200	275.0	13.8	- 5.9

$$V = V_0 + V_1 \times \frac{b}{B} = 4.900 + 0.100 \times \frac{6.9}{6.9 + 0.5} = 4.993 \text{ (毫升)}$$

硝酸银溶液的当量浓度 N 按下式计算：

$$N = N_0 \times \frac{5}{V_2 - V_3}$$

式中： N_0 ——氯化钾标准溶液的当量浓度；

V_2 ——相当于 10 毫升氯化钾标准溶液的 V 值，毫升；

V_3 ——相当于 5 毫升氯化钾标准溶液的 V 值，毫升；

5——两次氯化钾标准溶液体积之间的差值，毫升。

例如继上述例子，5 毫升氯化钾标准溶液求得的硝酸银溶液 V 为 4.993 毫升，10 毫升氯化钾标准溶液求得的硝酸银溶液 V 为 9.961 毫升，氯化钾溶液的浓度如为 0.01017N，则硝酸银溶液的当量浓度为：

$$N = 0.01017 \times \frac{5}{9.961 - 4.993} = 0.01023$$

b. 试剂空白所耗硝酸银溶液体积 V_1 (毫升)按下式计算:

$$V_1 = 2V_3 - V_2$$

式中: V_2 和 V_3 与a中意义相同。

c. 试样测定:称取试样约1克(称准至0.0002克,试样中氯含量不得超过1500微克),加50毫升蒸馏水溶解,加5毫升1:1硝酸,放入铁芯搅拌棒一支,以下操作同(3)中a测定手续。

氯化物含量%(X_5)按下式计算:

$$X_5 = \frac{(V_5 - V_1) N \times 0.03545}{G} \times 100$$

式中: N ——硝酸银标准溶液的当量浓度;

V_1 ——试剂空白消耗硝酸银标准溶液的体积,毫升;

V_5 ——按c测得的 V 值,毫升;

G ——试样重量,克;

0.03545——每毫克当量氯的克数。

本方法平行测定的允许误差在0.01%以内。

方法II 目视比浊法

(1) 试剂和溶液

硝酸(GB 626—78):分析纯,5N溶液。

硝酸银(GB 670—77):分析纯,0.1N溶液。

氯化钾(GB 646—77):优级纯。

氯化钾标准溶液(1毫升=0.01毫克Cl):称取预先在130°C干燥1小时的氯化钾0.4206克(称准至0.0002克),溶于少量蒸馏水中,移入1000毫升容量瓶,稀释至刻度,摇匀。

取上述氯化钾标准溶液25毫升,注入500毫升容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,即为每毫升含0.01毫克氯的标准溶液。

(2) 测定手续

称取试样0.1克于烧杯中,加50毫升蒸馏水溶解,加20毫升5N硝酸,将溶液移入100毫升容量瓶中(如溶液浑浊,需经干过滤),用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。吸取10毫升溶液于25毫升比色管中,加1毫升0.1N硝酸银溶液,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,放置10分钟,所呈浊度不得大于标准。

标准是取氯化钾标准溶液2毫升于25毫升比色管中,加2毫升5N硝酸,用蒸馏水稀释至刻度,放置10分钟后与试样溶液作比较。

14. 铁含量的测定

方法I 2,2'-双吡啶分光光度法(仲裁法)

(1) 试剂和溶液

盐酸(GB 622—77):分析纯,1:1溶液。

乙酸铵(GB 1292—77):分析纯。30%乙酸铵溶液:溶解300克乙酸铵于蒸馏水中,稀释至1000毫升。

盐酸羟胺(HG 3—967—76):分析纯。10%盐酸羟胺溶液:溶解10克盐酸羟胺于蒸馏水中,稀释至100毫升。

0.5%2,2'-双吡啶盐酸溶液:溶解0.5克2,2'-双吡啶于10毫升比重为1.19的盐酸中,用蒸馏水稀释至100毫升。

硫酸(GB 625—77):分析纯,1M溶液。

硫酸亚铁铵(GB 661—77):分析纯。

铁标准溶液（1毫升=0.02毫克Fe）：称取7.022克（称准至0.0002克）硫酸亚铁铵，置于烧杯中，加50毫升1M硫酸溶液，移入500毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，得1毫升含2毫克铁的标准溶液。

取10毫升上述硫酸亚铁铵标准溶液于1000毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，即为每毫升含0.02毫克铁的标准溶液（该溶液在使用前制备）。

（2）仪器

酸度计：精度0.1pH。

分光光度计或光电比色计，比色皿厚1厘米。

（3）测定手续

a. 标准曲线的绘制：分别取0、5.0、10.0、15.0、25.0毫升铁标准溶液（相当于铁的含量为0、100、200、300、500微克）于5只100毫升烧杯中，各加10毫升1:1盐酸，稀释至50毫升，加1毫升10%盐酸羟胺溶液和5毫升2,2'-双吡啶溶液，放置10分钟，滴加乙酸铵溶液，用酸度计调节溶液pH值至3.1。在75℃水浴上加热15分钟，冷却至室温，移入100毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。用分光光度计或光电比色计在波长522纳米（nm）处（或用相当波长的滤色片），以空白溶液作参比，测定各溶液的光密度。绘制浓度-光密度曲线。

b. 试样测定：称取试样5克（称准至0.0002克），溶解于蒸馏水，移入50毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀（如溶液浑浊需干过滤）。取20毫升清液（试液中含铁量大于500微克时，可适当减少所取试液体积）于100毫升烧杯中，加10毫升1:1盐酸，加蒸馏水稀释至50毫升，加1毫升10%盐酸羟胺溶液和5毫升2,2'-双吡啶溶液，放置约10分钟，继续按本方法中a测定手续进行测定。试样中的铁含量%（ X_6 ）按下式计算：

$$X_6 = \frac{A}{G} \times 100$$

式中：A——试样溶液中测得的铁含量，克；

G——与测定时所取试样溶液相当的试样重量，克；

（4）本方法平行测定的允许误差在0.0003%以内。

方法II 磺基水杨酸目视比色法

（1）试剂和溶液

氨水（GB 631—77）：分析纯。10%溶液：取400毫升氨水，用蒸馏水稀释至1000毫升。

磺基水杨酸（HG 3—991—76）：分析纯，10%溶液。

铁标准溶液（1毫升=0.01毫克Fe）：配法同本条方法I中（1）铁标准溶液，并将其稀释1倍。

（2）测定手续

称取试样2克，加40毫升蒸馏水溶解（如溶液浑浊需干过滤），吸取20毫升溶液于25毫升比色管中，加2毫升10%磺基水杨酸溶液，摇匀，加5毫升10%氨水，摇匀，所呈黄色不得深于标准。

标准是取3毫升硫酸亚铁铵标准溶液，其他操作同样品测定手续。

15. 砷含量的测定

方法I 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（仲裁法）

（1）试剂和溶液

盐酸（GB 622—77）：分析纯。

吡啶（GB 689—78）：分析纯。

氢氧化钠（GB 629—77）：分析纯，5%溶液。

0.5%二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液：溶解1克二乙基二硫代氨基甲酸银在少量吡啶中，用吡啶稀释至200毫升，贮于密闭的棕色瓶中，避光，该溶液稳定期约为2周。

三氧化二砷 (GB 1256—77)：基准试剂。

砷标准溶液 (1 毫升 = 2.5 微克 As)：称取 0.1320 克 (称准至 0.0002 克) 于硫酸干燥器中干燥 24 小时的三氧化二砷，置于 100 毫升烧杯内，用 2 毫升 5% 氢氧化钠溶液溶解，移入 1000 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，此溶液每毫升含砷 100 微克。

取 25 毫升上述砷标准溶液，置于 1000 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，即为每毫升含 2.5 微克砷标准溶液。

乙酸铅 (HG 3—974—76)：分析纯。

乙酸铅棉花：溶解 50 克乙酸铅于 250 毫升蒸馏水中，用棉花吸收该溶液，排去并干燥棉花中多余的水分，贮存于具有磨口塞的广口瓶中。

碘化钾 (GB 1272—77)：分析纯，15% 溶液。

氯化亚锡 (GB 638—78)：分析纯，氯化亚锡盐酸溶液：溶解 40 克氯化亚锡在 25 毫升水和 75 毫升盐酸的混合液中。

无砷金属锌 (HGB 3073—59)：10~20 目。

(2) 仪器及装置

装置如图 1。

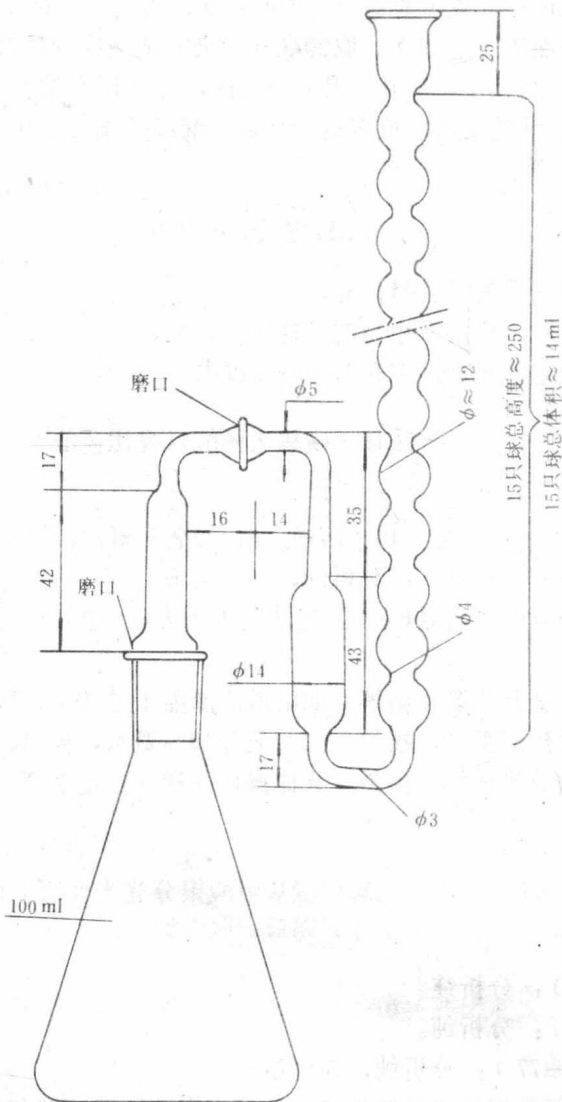


图 1 定砷装置

砷发生器：锥形瓶100毫升，用于砷的释出。

连接管：内塞乙酸铅棉花。

15球管吸收器。

分光光度计或光电比色计，比色皿厚1厘米。

(3) 测定手续

a. 标准曲线的绘制：

分别取0、1.0、2.0、6.0、8.0毫升砷标准溶液（相当于砷的含量0、2.5、5、10、15、20微克）于六只砷发生瓶中，各加20毫升1:1盐酸，加蒸馏水至溶液体积约为40毫升，加2毫升15%碘化钾溶液和2毫升氯化亚锡盐酸溶液，搅拌后放置15分钟。

分别取5毫升二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液于15球管吸收器内，连接好仪器的各部分，静置15分钟。加5克无砷金属锌于砷发生瓶中，立即盖好瓶盖和吸收器，反应约45分钟。移去吸收器，混匀溶液。用分光光度计或光电比色计在波长540纳米（nm）处（或相当波长的滤色片），以空白溶液作参比，测定各溶液的光密度。绘制浓度—光密度曲线。

在每次用新配制的二乙基二硫代氨基甲酸银溶液和用新的一批无砷金属锌时，都要重新绘制标准曲线。

b. 试样测定：称取试样约0.5克（称准至0.0002克）于砷发生瓶中，用少量水溶解，加20毫升1:1盐酸，加水至体积约为40毫升，加2毫升碘化钾溶液，继续按本方法a测定手续进行测定。

砷含量%（ X_7 ）按下式计算：

$$X_7 = \frac{A}{G} \times 100$$

式中：A——试样溶液中测得的砷含量，克；

G——试样重量，克。

(4) 本方法平行测定的允许误差在0.0005%以内。

方法II 砷斑法

(1) 试剂和溶液

盐酸（GB 622—77）：分析纯。

碘化钾（GB 1272—77）：分析纯。

氯化亚锡（GB 638—78）：分析纯。40%溶液：称取40克氯化亚锡溶于40毫升盐酸中，用蒸馏水稀释至100毫升。

溴化汞（GB 1398—78）：分析纯。

溴化汞试纸：称取1.25克溴化汞，溶于25毫升乙醇中，将无灰滤纸放入溶液中浸泡1小时，取出于暗处晾干，保存于密闭的棕色瓶中。

无砷金属锌、砷标准溶液及乙酸铅棉花：同本条方法I中（1）的制备方法。

(2) 仪器装置（见图2）

广口瓶：容积125毫升。

玻璃管：长180毫米，上部直径6.5毫米，管的末端有一直径约为2毫米的孔。使用前装入乙酸铅棉花，高约60毫米。

玻璃管的上端管口：表面磨平，下面有四个耳勾，供固定玻璃帽用。

玻璃帽：下面磨平，中央有孔与玻璃管相通，孔直径6.5毫米上面有弯月形凹槽。

注：使用时将溴化汞试纸夹在玻璃管口及玻璃帽中间，用橡皮圈或其他方法将玻璃帽和玻璃管的上端管口固定。

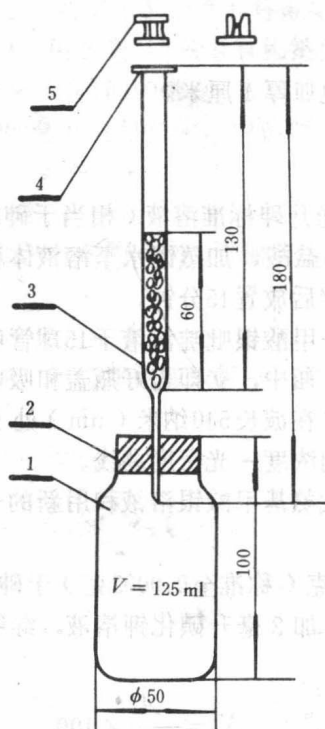


图2 砷斑法定砷装置

1—广口瓶；2—胶塞；3—玻璃管；4—玻璃管上端管口；5—玻璃帽

(3) 测定手续

称取试样0.5克于定砷器的广口瓶中，加少量蒸馏水溶解，稀释至约70毫升，加6毫升盐酸，摇匀，加1克碘化钾及0.2毫升40%氯化亚锡溶液，摇匀，放置10分钟，加2.5克无砷锌粒，立即装好装置，于25~30℃暗处放置1~1.5小时。溴化汞试纸所呈棕黄色不得深于标准。

标准是取含砷25微克的砷标准溶液于定砷器广口瓶中，其他操作同样品测定手续。

16. 重金属的测定

(1) 试剂和溶液

冰乙酸 (GB 676—78)：分析纯。

硝酸铅 (HG 3—1071—77)：分析纯。

1N乙酸溶液：取57.5毫升冰乙酸，溶于蒸馏水，稀释至1000毫升。

硝酸 (GB 626—78)：分析纯。

饱和硫化氢水：将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中至饱和为止（此溶液于使用前配制）。

铅标准溶液 (1毫升=0.1毫克Pb)：称取0.160克硝酸铅，溶于少量蒸馏水，加1毫升硝酸，移入1000毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

(2) 测定手续

称取试样5克，用蒸馏水溶解，移入50毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，干过滤。取40毫升滤液于50毫升比色管中，加1毫升1N乙酸溶液及10毫升新制备的饱和硫化氢水，摇匀，放置10分钟，所呈暗色不得深于标准。

标准是取2毫升铅标准溶液于50毫升比色管中，用蒸馏水稀释至40毫升，其他操作同试样测定手续。