



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 223.70—2008  
代替 GB/T 223.70—1989

GB/T 223.70—2008

附录 A  
(资料性附录)  
精密度试验原始数据

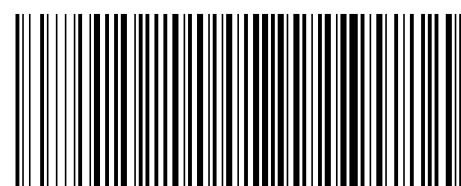
A.1 精密度试验原始数据见表 A.1。

表 A.1

实验室	铁含量(质量分数)/%					
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5	水平-6
1	0.122	0.238	0.400	0.442	0.625	1.055
	0.120	0.242	0.408	0.432	0.625	1.055
	0.122	0.235	0.412	0.445	0.630	1.070
2	0.115	0.234	0.417	0.441	0.632	1.088
	0.119	0.235	0.114	0.440	0.636	1.090
	0.119	0.234	0.413	0.134	0.622	1.090
3	0.130	0.256	0.412	0.440	0.672	1.120
	0.132	0.250	0.416	0.456	0.680	1.160
	0.130	0.248	0.430	0.460	0.680	1.141
4	0.126	0.223	0.412	—	0.645	1.075
	0.119	0.233	0.116		0.633	1.090
	0.138	0.221	0.432		0.663	1.113
5	0.115	0.230	0.405	0.444	0.640	1.055
	0.115	0.240	0.418	0.438	0.630	1.075
	0.120	0.240	0.410	0.442	0.630	1.055
6	0.110	0.240	0.405	0.440	0.630	1.075
	0.112	0.234	0.395	0.422	0.645	1.060
	0.116	0.244	0.395	0.440	0.615	1.090
7	0.143	0.256	0.430	0.450	0.632	1.080
	0.137	0.236	0.424	0.455	0.635	1.110
	0.138	0.249	0.426	0.447	0.628	1.080

## 钢铁及合金 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of iron contents—  
*o*-Phenanthroline spectrophotometric method



GB/T 223.70—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-32347

定价: 10.00 元

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

以铁的质量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

### 8 结果的计算

按式(1)计算铁的质量分数  $w_{\text{Fe}}$ ,数值以  $10^{-2}$  或 % 表示:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$ ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液体积的数值,单位为毫升(mL);

$m_1$ ——从校准曲线上查得铁质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样量的数值,单位为克(g)。

### 9 精密度

本部分的精密度试验是在 1988 年由 7 个实验室,对 6 个水平的铁含量进行测定。每个实验室对每个铁的水平,按照 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A。原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 精密度结果

铁的质量分数/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.10~1.00	$\lg r = -1.440\ 5 + 0.733\ 7 \lg m$	$R = 0.021\ 31 + 0.030\ 0\ m$
式中: $m$ 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。		

重复性限( $r$ )、再现性限( $R$ )按以上表 1 给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限( $r$ ),大于重复性限( $r$ )的情况以不超过 5% 为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),大于再现性限( $R$ )的情况以不超过 5% 为前提。

### 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

中华人民共和国  
国家标准  
钢铁及合金 铁含量的测定  
邻二氮杂菲分光光度法  
GB/T 223.70—2008

\*

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.spc.net.cn  
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 0.5 字数 9 千字  
2008 年 7 月第一版 2008 年 7 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-32347 定价 10.00 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

4.13.1 铁储备液,100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取 0.100 0 g 纯铁(基准物质)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(1+4),低温溶解,滴加硝酸(4.4)氧化。蒸发至冒硫酸白烟,取下稍冷,用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,再蒸发至冒硫酸白烟。取下稍冷,加水溶解铁盐,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

4.13.2 铁标准溶液,20.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。移取 50.00 mL 铁储备液(4.13.1)置于 250 mL 容量瓶中,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

## 5 仪器

通常使用普通实验室设备及下列仪器:

5.1 分光光度计,适合在 500 nm 处,用 2 cm(或 1 cm)吸收皿测定溶液的吸光度。

## 6 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的钢国家标准取制样。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料量

称取 0.200 g 试样,精确至 0.1 mg。

### 7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL~20 mL 溶样酸[高温合金试样用盐酸(4.1)滴加硝酸(4.4)或适宜比例的盐酸(4.1)-硝酸(4.4)混合酸;精密合金试样一般用硝酸(4.5)或适宜比例的硝酸(4.4)-盐酸(4.1)混合酸],盖上表面皿,微热(溶液温度不超过 105 $^{\circ}\text{C}$ )至试样完全溶解。

7.3.2 用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,加入 8 mL~10 mL 高氯酸(4.6),加热至冒烟,并回流 4 min~5 min[如试样铌、锆含量(质量分数)高于 0.1%时,加 12 mL 高氯酸(4.6)回流约 10 min]。

7.3.3 取下烧杯,稍冷,加入 200 mL 热盐酸(4.3)溶解可溶性盐类。加热至 60 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$ ,搅拌,滴加氨水(4.7)至刚出现氢氧化物沉淀后,迅速一次地加入 15 mL~20 mL 氨水(4.7),不断搅拌使钨酸等全部溶解,加热煮沸 5 min[如试样中钨、钼含量(质量分数)高于 2%,应再加 10 mL 氨水(4.7),搅拌,加热 2 min~3 min,但不要煮沸]。稍静置,用快速滤纸过滤,用热氨水(4.9)洗涤烧杯。如杯壁有沉淀,用带橡皮头的玻璃棒擦净,全部移至滤纸上,用热氨水(4.9)洗涤沉淀(7~10)次,再用热水洗涤(1~2)次。

7.3.4 用 30 mL 热盐酸(4.2)分(3~5)次将氢氧化铁沉淀溶解于原烧杯中,用热盐酸(4.3)洗涤滤纸(5~6)次,溶液冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。如溶液浑浊,可用慢速滤纸干过滤。

7.3.5 移取 10.00 mL~20.00 mL 试液(7.3.4),使铁量在 40  $\mu\text{g}$ ~200  $\mu\text{g}$ ,置于 100 mL 容量瓶中。

7.3.6 加入 3 mL 柠檬酸铵溶液(4.10),用氨水(4.8)和盐酸(4.2)调节溶液 pH 值为(3~5)(刚果红试纸呈现红色)。加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.11),混匀,稍放置,再加入 10.0 mL 邻二氮杂菲溶液(4.12),混匀,用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

7.3.7 将部分显色液移入(1~2)cm 吸收皿中,以随同试样空白溶液为参比,于分光光度计波长 500 nm 处测量其吸光度。

7.3.8 从校准曲线上查出显色液中相应的铁量( $\mu\text{g}$ )。

### 7.4 校准曲线的绘制

移取 0,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 铁标准溶液(4.13.2),分别置于 100 mL 容量瓶中。以下按分析步骤 7.3.6~7.3.7 进行,但以试剂空白为参比测量其吸光度。

# 前 言

GB/T 223 的本部分代替 GB/T 223.70—1989《钢铁及合金化学分析方法 邻菲罗啉分光光度法测定铁量》。

本部分与 GB/T 223.70—1989 相比较主要进行了以下修改:

——修改了本部分的名称;

——增加了分析中对试剂和水的说明内容并修改溶液浓度的表示方法;

——修改了称取试料量表示;

——修改了结果计算式及式中量的表示;

——规范了对精密度函数式的说明。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:中国钢研科技集团公司、大冶钢厂。

本部分主要起草人:罗倩华、王玉兴、叶本启。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

GB 223.73(三)—1981、GB 223.70—1989。