



中华人民共和国国家标准

GB/T 3286.4—2012
代替 GB/T 3286.4—1998

石灰石及白云石化学分析方法 第4部分：氧化铁含量的测定 邻二氮 杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of limestone and dolomite—Part 4: The
determination of iron oxide content—The *o*-phenanthroline
spectrophotometric method and the flame atomic absorption
spectrometric method

2012-11-05 发布

2013-05-01 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

前 言

GB/T 3286《石灰石及白云石化学分析方法》分为九个部分：

- 第1部分：氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第3部分：氧化铝含量的测定 铬天青S分光光度法和络合滴定法；
- 第4部分：氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：氧化锰量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硫量的测定；
- 第8部分：灼烧减量的测定；
- 第9部分：二氧化碳量的测定。

本部分为GB/T 3286的第4部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 3286.4—1998《石灰石、白云石化学分析方法 氧化铁量的测定》。

本部分与GB/T 3286.4—1998相比较，主要进行了如下修改：

- 将标准名称改为《石灰石及白云石化学分析方法 第4部分：氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法》；
- 规范性引用文件取消了年号，并增加了部分引用标准；
- 进行了实验室间精密度共同试验，用统计得到的重复性限 r 和再现性限 R 代替了“允许差”；
- 更改了部分文字表达方式；
- 对样品稀释倍数、氢氟酸和高氯酸的用量等技术条件进行了修改；
- 对邻二氮杂菲光度法两个含量段的试液及校准曲线溶液的移取量进行了部分修改。

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(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：由武汉钢铁(集团)公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：闻向东、陈士华、张穗忠、邵梅、赵希文、周郑、余卫华、曹宏燕、仇金辉、高建平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3286.4—1998；
- GB/T 3286.11—1993；
- GB/T 3286.13—1984。

石灰石及白云石化学分析方法

第4部分:氧化铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3286 的本部分规定了用邻二氮杂菲分光光度法和火焰原子吸收光谱法测定氧化铁含量。

本部分适用于石灰石、白云石中氧化铁含量(以三氧化二铁量计)的测定,也适用于冶金石灰中氧化铁含量的测定。邻二氮杂菲分光光度法,测定范围(质量分数):氧化铁含量 0.02%~4.0%;火焰原子吸收光谱法,测定范围(质量分数):氧化铁含量 0.02%~4.0%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

GB/T 3286.1 石灰石及白云石化学分析方法 第1部分:氧化钙和氧化镁含量的测定 络合滴定法和火焰原子吸收光谱法

GB/T 3286.2 石灰石及白云石化学分析方法 第2部分:二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法

GB/T 3286.3 石灰石及白云石化学分析方法 第3部分:氧化铝含量的测定 铬天青 S 分光光度法和络合滴定法

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 邻二氮杂菲分光光度法

3.1 原理

试样用碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融,稀盐酸浸取。分取部分试液,以抗坏血酸将三价铁还原成亚铁,在乙酸-乙酸钠介质中,亚铁与邻二氮杂菲生成橙红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

3.2 试剂

除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

3.2.1 混合熔剂:取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨,混匀。

3.2.2 盐酸(1+5)。

3.2.3 抗坏血酸(10 g/L),用时配制。

3.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH 值 4.7:取 136 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于 300 mL 水中,加 57.0 mL 冰乙酸($\rho=1.05 \text{ g/mL}$),以水稀释至 1 L,混匀。

3.2.5 邻二氮杂菲溶液(4 g/L):称取 2 g 邻二氮杂菲溶于 100 mL 无水乙醇中,加水稀释至 500 mL,混匀,贮于棕色瓶中。

3.2.6 三氧化二铁标准溶液。

3.2.6.1 称取 0.500 0 g 高纯三氧化二铁(含量不低于 99.99%,称量前预先在 105 °C~110 °C 干燥 2 h 并在干燥器中冷却至室温),置于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(1+1),盖上表面皿,低温加热溶解,冷却至室温。将溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 三氧化二铁。

3.2.6.2 移取 50.00 mL 三氧化二铁标准溶液(3.2.6.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 50.0 μg 三氧化二铁。

3.2.6.3 移取 20.00 mL 三氧化二铁标准溶液(3.2.6.1)于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 20.0 μg 三氧化二铁。

3.3 仪器

使用通常的实验室仪器、设备。

3.4 制样

3.4.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。

3.4.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

3.4.3 石灰石、白云石试样分析前在 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

3.4.4 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定次数

对同一试样(3.4.3 或 3.4.4),至少独立测定 2 次。

3.5.2 试料量

称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样,应快速称取试样。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 试料分解和储备液制备

3.5.4.1 将试料(3.5.2)置于预先盛有 3.0 g 混合熔剂(3.2.1)的铂坩埚中,混匀,再覆盖 1.0 g 混合熔剂(3.2.1)。将铂坩埚置于炉温低于 300 °C 的高温炉中,盖上铂盖(留一缝隙)。将炉温逐渐升至 950 °C~1 000 °C 熔融 10 min,取出,转动铂坩埚,冷却。

3.5.4.2 用水冲洗铂坩埚外壁,将铂坩埚及铂盖置于 300 mL 烧杯中,加 75 mL 盐酸(3.2.2),低温加热浸出熔块,用水洗出铂坩埚及铂盖。低温加热至试液清亮,冷却至室温。将溶液移入 250 mL 容量瓶

中,用水稀释至刻度,混匀。

注:此溶液可作为测定氧化铁、氧化钙、氧化镁、二氧化硅和氧化铝的储备液,可分别用于 GB/T 3286.1 络合滴定法测定氧化钙量和氧化镁量,GB/T 3286.2 硅钼蓝分光光度法测定二氧化硅量,GB/T 3286.3 铬天青 S 分光光度法测定氧化铝量,GB/T 3286.4 邻二氮杂菲分光光度法测定氧化铁量。如同时测定试样中这些化学成分的含量,可只制备一份该试样的储备液,分取后按各分析方法测定。

3.5.5 测定

3.5.5.1 根据试样含三氧化二铁量,按表 1 分取储备液(3.5.4.2)于相应容量瓶中。

表 1 试液分取量及标准溶液移取量

三氧化二铁含量(质量分数) %	分取储备液体积 mL	显色容量瓶 mL	标准溶液	移取标准溶液体积 mL
0.02~0.20	25.00	50	3.2.6.3	0,0.50~5.00
>0.20~1.00	15.00	50	3.2.6.2	0,1.00~6.00
>1.00~4.0	5.0	100	3.2.6.2	0,2.00~10.00

3.5.5.2 加 5 mL 抗坏血酸溶液(3.2.3),混匀。加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.2.4)和 5 mL 邻二氮杂菲溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀。

3.5.5.3 将部分显色液(3.5.5.2)移入适当吸收皿中,以空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。从标准曲线上查出相应的三氧化二铁量。

3.5.6 标准曲线的绘制

根据试样含三氧化二铁量,按表 1 移取三氧化二铁标准溶液(3.2.6.2 或 3.2.6.3)数份(不少于 5 份)于一组容量瓶(50 mL 或 100 mL)中,加 20 mL 水。以下按 3.5.5.2 操作。将部分显色液移入相应吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。以三氧化二铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

3.6 分析结果计算及其表示

3.6.1 分析结果的计算

按式(1)计算三氧化二铁的质量分数:

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V_1}{V}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——三氧化二铁的质量分数;

V ——储备液体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取储备液体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——从标准曲线上查得的三氧化二铁量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g)。

3.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值,则取其算术平均值作为分析结

果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,当分析结果大于或等于 0.10% 时,将数值修约到两位小数,当分析结果小于 0.10% 时,将数值修约到三位小数。

3.7 精密度

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对三氧化二铁含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的三氧化二铁含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,统计结果表明三氧化二铁质量分数与其重复性限 r 和再现性限 R 间存在对数函数关系,函数关系式计算结果见表 2。精密度函数关系式见表 B.1。

表 2 三氧化二铁的精密度

三氧化二铁的质量分数 %	重复性限 r	再现性限 R
0.020	0.005	0.011
0.050	0.008	0.017
0.10	0.02	0.03
0.25	0.02	0.04
0.50	0.03	0.05
1.00	0.04	0.07
1.50	0.05	0.08
2.00	0.06	0.09
3.00	0.07	0.11
4.00	0.09	0.12

三氧化二铁的质量分数在表 2 给出的数值之间,重复性限 r 、再现性限 R 可采用线性内插法求得。
在重复性条件下,获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,出现大于重复性限 r 的概率不大于 5%。

在再现性条件下,获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于再现性限 R ,出现大于再现性限 R 的概率不大于 5%。对冶金石灰试样,不作实验室间再现性限的要求。

精密度共同试验的原始数据见表 B.2。

4 火焰原子吸收光谱法

4.1 原理

试样以盐酸、氢氟酸分解,高氯酸冒烟驱尽氢氟酸。试样溶液喷入空气-乙炔火焰中,用铁空心阴极灯做光源,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处测量吸光度。

4.2 试剂

4.2.1 盐酸(1+1)。

4.2.2 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。

4.2.3 高氯酸($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。

4.2.4 三氧化二铁标准溶液。

4.2.4.1 称取 0.500 0 g 高纯三氧化二铁(含量不低于 99.99%,称量前预先在 105 °C~110 °C 干燥 2 h 并在干燥器中冷却至室温)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(4.2.1),盖上表面皿,低温加热溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 1.00 mg 三氧化二铁。

4.2.4.2 移取 50.00 mL 三氧化二铁标准溶液(4.2.4.1)于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 100.0 μg 三氧化二铁。

4.2.4.3 移取 50.00 mL 三氧化二铁标准溶液(4.2.4.2)于 500 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00 mL 含 10.0 μg 三氧化二铁。

4.3 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,铁空心阴极灯。空气和乙炔气体应足够纯净(不含水、油及铁),以提供稳定清澈的火焰。

按 GB/T 7728 的要求检查原子吸收光谱仪的性能,所用仪器应达到以下指标。

4.3.1 精密度最低要求

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

用最低浓度的标准溶液(不是零浓度标准溶液),测量 10 次吸光度,计算其标准偏差。该标准偏差不应超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

4.3.2 特征浓度

三氧化二铁的特征浓度应优于 0.12 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.3.3 检出限

三氧化二铁的检出限应优于 0.06 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.3.4 校准曲线的线性

将校准曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.7。

4.4 制样

4.4.1 按 GB/T 2007.2 制备试样。

4.4.2 试样应加工至粒度小于 0.125 mm。

4.4.3 石灰石、白云石试样分析前在 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

4.4.4 冶金石灰试样的制备应迅速进行,制成后试样立即置于磨口瓶或塑料袋中密封,于干燥器中保存,分析前试样不进行干燥。



4.5 分析步骤

4.5.1 测定次数

对同一试样(4.4.3 或 4.4.4),至少独立测定 2 次。

4.5.2 试料量

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。对冶金石灰试样,应快速称取试样。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 试料分解与试液制备

4.5.4.1 将试料(4.5.2)置于铂皿或 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,以少量水湿润,小心滴加盐酸(4.2.1)至激烈反应停止,再滴加盐酸(4.2.1)至总量为 10 mL。加 5 mL 氢氟酸(4.2.2),5 mL 高氯酸(4.2.3),低温加热,蒸发冒高氯酸白烟至近干,冷却。

4.5.4.2 加 10 mL 盐酸(4.2.1),低温加热溶解盐类,冷却。将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:该试液与 GB/T 3286.1 按 4.5.4.2 制备的试液相同,可同时用于氧化镁量的测定。

4.5.4.3 测量试液

4.5.4.3.1 试液(4.5.4.2)直接用于 0.02%~0.50% 三氧化二铁量的测定。

4.5.4.3.2 移取 10.00 mL 试液(4.5.4.2)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此试液用于 0.2%~4.0% 三氧化二铁量的测定。

4.5.5 测定

按 GB/T 7728 的要求和操作在空气-乙炔富燃火焰状态下,将原子吸收光谱仪调节至最佳工作条件,在波长 248.3 nm 处用水调节零点,测量试液中铁的吸光度,从校准曲线上查出相应三氧化二铁的浓度。

注:对稳定性较好的原子吸收光谱仪,可采用适当偏转燃烧器的方法降低测量的吸光度,用于氧化铁含量较高的试料溶液的测量,并在同样的条件下绘制校准曲线。

4.5.6 校准曲线的绘制

分别移取 0 mL、4.00 mL 三氧化二铁标准溶液(4.2.4.3)于两个 100 mL 容量瓶中,再分别移取 1.00 mL、3.00 mL、6.00 mL、9.00 mL、12.00 mL 三氧化二铁标准溶液(4.2.4.2)于一组 100 mL 容量瓶中,并分别加 10 mL 盐酸(4.2.1),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,以水调节零点,测量吸光度。以三氧化二铁浓度为横坐标,以减去零浓度溶液的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.6 分析结果计算及其表示

4.6.1 分析结果的计算

按式(2)计算三氧化二铁的质量分数:

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{(c_1 - c_2) \times f \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ ——三氧化二铁的质量分数;

c_1 ——自校准曲线上查得最终测量试液中三氧化二铁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_2 ——自校准曲线上查得空白试验溶液中三氧化二铁的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

f ——稀释倍数;

V ——最终测量试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g)。

4.6.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于重复性限 r 值,则取其算术平均值作为分析结

果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于 r 值,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,当分析结果大于或等于 0.10% 时,将数值修约到两位小数,当分析结果小于 0.10% 时,将数值修约到三位小数。

4.7 精密度

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对三氧化二铁含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的三氧化二铁含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,统计结果表明三氧化二铁质量分数与其重复性限 r 间存在对数函数关系,与其再现性限 R 间存在线性函数关系,函数关系式计算结果见表 3。精密度函数关系式见表 B.3。

表 3 三氧化二铁的精密度

三氧化二铁的质量分数 %	重复性限 r	再现性限 R
0.020	0.004	0.013
0.050	0.006	0.015
0.10	0.01	0.02
0.25	0.02	0.03
0.50	0.03	0.03
1.00	0.04	0.05
2.00	0.06	0.08
3.00	0.07	0.11
4.00	0.09	0.14

三氧化二铁的质量分数在表 3 给出的数值之间,重复性限 r 、再现性限 R 可采用线性内插法求得。

在重复性条件下,获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,出现大于重复性限 r 的概率不大于 5%。

在再现性条件下,获得的两次独立分析结果差值的绝对值不大于再现性限 R ,出现大于再现性限 R 的概率不大于 5%。对冶金石灰试样,不作实验室间再现性限的要求。

精密度共同试验的原始数据见表 B.4。

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 识别样品、实验室和分析日期等资料;
- 引用标准;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 本标准未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

附录 A

(规范性附录)

试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如图 A.1 所示。

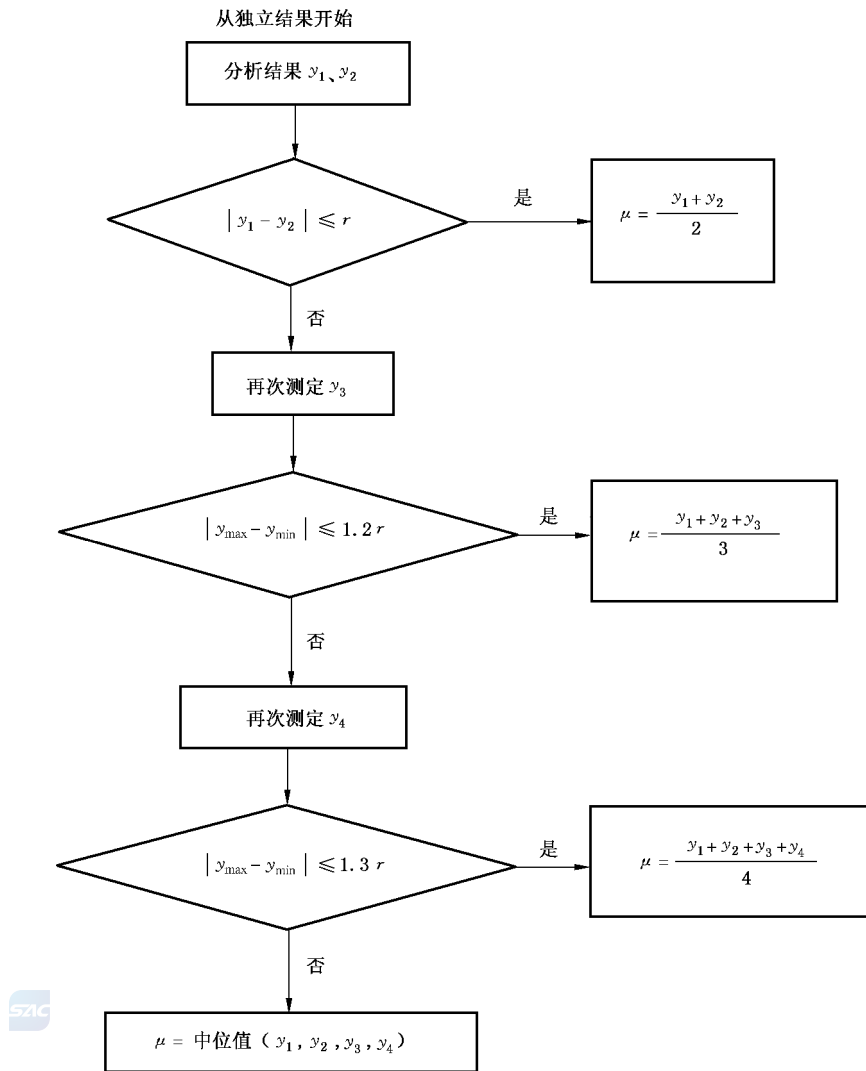


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图

附 录 B

(资料性附录)

精密度试验函数关系式及原始数据

B.1 分光光度法测定三氧化二铁精密度试验函数关系式及原始数据

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对三氧化二铁含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的三氧化二铁含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度函数关系式见表 B.1。

表 B.1 分光光度法测定三氧化二铁精密度函数关系式

三氧化二铁的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
0.02%~4.0%	$\lg r = -1.421\ 1 + 0.543\ 4\ \lg m$	$\lg R = -1.200\ 0 + 0.452\ 5\ \lg m$
式中: m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

测量的原始数据见表 B.2。

表 B.2 分光光度法测定三氧化二铁精密度试验原始数据

实验室	三氧化二铁含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.023 8	0.362	0.830	1.837	3.337
	0.023 2	0.356	0.835	1.845	3.340
	0.024 0	0.350	0.840	1.850	3.345
2	0.028 0	0.369	0.829	1.838	3.366
	0.031 0	0.347	0.833	1.833	3.346
	0.026 0	0.342	0.842	1.830	3.329
3	0.021 8	0.309	0.808	1.898	3.441
	0.027 4	0.328	0.820	1.848	3.340
	0.020 8	0.314	0.813	1.837	3.350
4	0.023 0	0.314	0.843	1.846	3.324
	0.023 3	0.333	0.825	1.843	3.311
	0.023 4	0.333	0.838	1.821	3.307
5	0.033 0	0.337	0.833	1.779	3.304
	0.035 6	0.346	0.857	1.791	3.272
	0.038 8	0.351	0.862	1.784	3.198
6	0.025 8	0.341	0.837	1.852	3.337
	0.026 1	0.344	0.839	1.848	3.341
	0.026 5	0.344	0.843	1.839	3.340

表 B.2 (续)

实验室	三氧化二铁含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
7	0.025 6	0.357	0.868	1.884	3.308
	0.026 9	0.351	0.859	1.857	3.366
	0.027 7	0.351	0.847	1.853	3.347
8	0.026 6	0.322	0.815	1.809	3.345
	0.027 8	0.331	0.823	1.833	3.323
	0.027 1	0.345	0.833	1.842	3.406

B.2 火焰原子吸收光谱法测定三氧化二铁精密度试验函数关系及原始数据

精密度数据是在 2011 年由 8 个实验室对三氧化二铁含量的 5 个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的三氧化二铁含量在重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析,所确定的精密度函数关系式见表 B.3。

表 B.3 火焰原子吸收光谱法测定三氧化二铁精密度函数关系式

三氧化二铁的质量分数	重复性限 r	再现性限 R
0.02%~4.0%	$\lg r = -1.467\ 2 + 0.616\ 4\ \lg m$	$R = 0.012\ 72 + 0.031\ 32m$
式中: m 是两个分析结果的平均值(质量分数)。		

测量的原始数据见表 B.4。

表 B.4 火焰原子吸收光谱法测定三氧化二铁精密度试验原始数据

实验室	三氧化二铁含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
1	0.022 2	0.352	0.828	1.833	3.338
	0.023 2	0.358	0.838	1.830	3.332
	0.022 8	0.360	0.830	1.832	3.340
2	0.020 8	0.347	0.833	1.805	3.310
	0.020 9	0.345	0.824	1.818	3.355
	0.021 4	0.350	0.836	1.825	3.321
3	0.022 0	0.345	0.816	1.837	3.340
	0.020 3	0.337	0.826	1.847	3.469
	0.025 0	0.329	0.832	1.849	3.372

表 B.4 (续)

实验室	三氧化二铁含量(质量分数)/%				
	1	2	3	4	5
4	0.029 2	0.362	0.805	1.829	3.396
	0.033 5	0.349	0.790	1.872	3.310
	0.030 2	0.354	0.837	1.835	3.372
5	0.030 2	0.337	0.844	1.844	3.269
	0.031 0	0.344	0.856	1.837	3.296
	0.030 5	0.350	0.860	1.828	3.273
6	0.027 2	0.333	0.844	1.848	3.336
	0.027 5	0.341	0.836	1.843	3.342
	0.026 8	0.338	0.841	1.852	3.338
7	0.020 5	0.336	0.814	1.869	3.323
	0.023 0	0.334	0.836	1.898	3.336
	0.023 0	0.339	0.846	1.844	3.383
8	0.026 0	0.331	0.833	1.832	3.331
	0.028 0	0.337	0.836	1.839	3.328
	0.028 0	0.325	0.839	1.836	3.342