

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2619—2010

金属铬中铝、锑、砷、铋、铜、铁、 铅、硅、锡杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of aluminum, antimony, arsenic, bismuth, copper, iron,
lead, silicon, tin contents in chromium metal—
Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometric method

2010-05-27 发布

2010-12-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国重庆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：万巧、李贤良、刘毅、王国民、张雷、彭坚、王晶。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

金属铬中铝、锑、砷、铋、铜、铁、 铅、硅、锡杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了金属铬中铝、锑、砷、铋、铜、铁、铅、硅、锡杂质元素含量的电感耦合等离子体原子发射光谱(简称 ICP-AES)测定方法。

本标准适用于铬元素含量不小于 98% 的金属铬中铝、锑、砷、铋、铜、铁、铅、硅、锡含量的测定。此 9 种杂质元素的测定范围见表 1。

表 1 测定元素的测定范围

元素	测量范围 (质量分数)	元素	测量范围 (质量分数)	元素	测量范围 (质量分数)
Fe	0.001~0.85	Cu	0.002~0.20	Sb	0.01~0.13
Si	0.01~0.70	Pb	0.001~0.09	Bi	0.004~0.15
Al	0.003~0.80	Sn	0.004~0.075	As	0.005~0.075

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,仅所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 602 化学试剂、杂质测定用标准溶液制备
- GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备
- GB/T 6682 分析实验用水规格和试验方法

3 方法提要

样品经盐酸和过氧化氢加热溶解,稀释定容后,将试料溶液导入等离子体焰中,在光谱仪相应元素波长处测量其光谱强度,外标法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 除另有说明外,所有试剂均为优级纯,试验用水为符合 GB/T 6682 规定的去离子水。
- 4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 4.4 30%过氧化氢(ρ 1.11 g/mL)。

4.5 盐酸(1+19)。

4.6 铬粉:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

4.7 高纯铬溶液(800 $\mu\text{g/mL}$):0.8 g 铬粉(4.6)中加入 20 mL 盐酸(4.2)和 4 mL 过氧化氢(4.4)加热溶解,并用水稀释,定容至 1 000 mL。

4.8 标准储备液:各元素标准溶液可按 GB/T 602 方法配制,或直接使用有证标准溶液,其质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ (或 500 $\mu\text{g/mL}$)。

4.9 混合标准溶液:

——第 1 组混合标准溶液:分别吸取适量的铁、硅、铝、铜标准储备液(4.8),用高纯铬溶液(4.7)稀释定容至 100 mL,使混合标准溶液中各元素的浓度均分别为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

——第 2 组混合标准溶液:分别吸取适量的铅、锡、砷、锑、铋标准储备液(4.8),用高纯铬溶液(4.7)稀释定容至 100 mL,使混合标准溶液中各元素的浓度均分别为 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.10 定量滤纸: ϕ 9 cm,快速。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5.2 天平:感量为 0.1 mg。

6 试样

按 GB/T 4010 规定制备样品,试样长度不大于 1.6 mm。在 100 $^{\circ}\text{C}$ 以下烘干样品,置于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试样溶液的制备

7.1.1 试样的溶解

称取 0.2 g 样品(精确至 0.1 mg)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(4.2),再缓慢滴加 1 mL 过氧化氢(4.4),反应 20 min 后,微热溶解,待其全溶后取下冷却。用水冲洗烧杯壁,将溶液过滤到 50 mL 容量瓶中,并清洗烧杯和滤纸,洗液并入容量瓶中,以水定容,摇匀。

7.1.2 试样溶液的制备

用移液管吸取上述溶液(7.1.1)5 mL 到 25 mL 容量瓶中,再用盐酸(4.5)稀释定容,摇匀待测。

7.2 空白试验

随同试样作空白试验。

7.3 标准系列溶液的配制

按表 2 分别加入第 1 组或第 2 组混合标准溶液到 50 mL 容量瓶中,用高纯铬溶液(4.7)稀释定容,配制 2 组共 11 个标准工作溶液。

表 2 标准系列溶液

系列号	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Fe	加入量/mL	0	0.50	2.50	5.00	7.50	10.00				
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0	0.1	0.5	1.0	1.5	2.0				
Si	加入量/mL	0	0.50	2.50	5.00	7.50	10.00				
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0	0.1	0.5	1.0	1.5	2.0				
Al	加入量/mL	0	0.50	2.50	5.00	7.50	10.00				
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0	0.1	0.5	1.0	1.5	2.0				
Cu	加入量/mL	0	0.50	2.50	5.00	7.50	10.00				
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0	0.1	0.5	1.0	1.5	2.0				
Pb	加入量/mL	0						1.00	2.50	5.00	7.50
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0						0.1	0.25	0.5	0.75
Sn	加入量/mL	0						1.00	2.50	5.00	7.50
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0						0.1	0.25	0.5	0.75
Sb	加入量/mL	0						1.00	2.50	5.00	7.50
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0						0.1	0.25	0.5	0.75
Bi	加入量/mL	0						1.00	2.50	5.00	7.50
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0						0.1	0.25	0.5	0.75
As	加入量/mL	0						1.00	2.50	5.00	7.50
	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	0						0.1	0.25	0.5	0.75

7.4 测定

7.4.1 工作曲线的绘制

将仪器调节至最佳工作状态(参见附录 A),按顺序测定标准系列溶液(7.3)的光谱强度。推荐使用的被测元素波长见表 3。通过计算机数据处理系统,绘制工作曲线。

表 3 被测元素波长

单位为纳米

元 素	波 长	元 素	波 长
Fe	259.940	Pb	220.353
Si	252.851	Sn	189.927
Al	396.152	Sb	231.146
Cu	213.598	Bi	223.061
		As	188.980

7.4.2 样品测定

按测定标准溶液的仪器工作条件对试样溶液(7.1.2)和空白溶液(7.2)进行测定。通过仪器的数据处理系统计算其浓度值。

7.4.3 校正试验

必要时随同样品进行同类型标准试样的分析。

8 结果计算

按式(1)计算金属铬中各杂质元素的含量:

$$X_i = \frac{(C_i - C_{i,0}) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i ——各被测杂质元素的质量分数, %;
- C_i ——试样溶液中被测元素的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- $C_{i,0}$ ——空白溶液中被测元素的浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——被测试样溶液的总体积, 单位为毫升(mL);
- m ——试样质量, 单位为克(g).

当结果大于 0.01% 时, 结果表示到小数点后 2 位; 小于 0.01% 时, 结果表示到小数点后 3 位。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

本标准中 9 种杂质元素的检出限见表 4。

表 4 测定元素的检出限 单位为毫克每千克

元 素	检出限	元 素	检出限	元 素	检出限
Fe	1.5	Cu	2	Sb	30
Si	15	Pb	5	Bi	14
Al	3	Sn	10	As	17

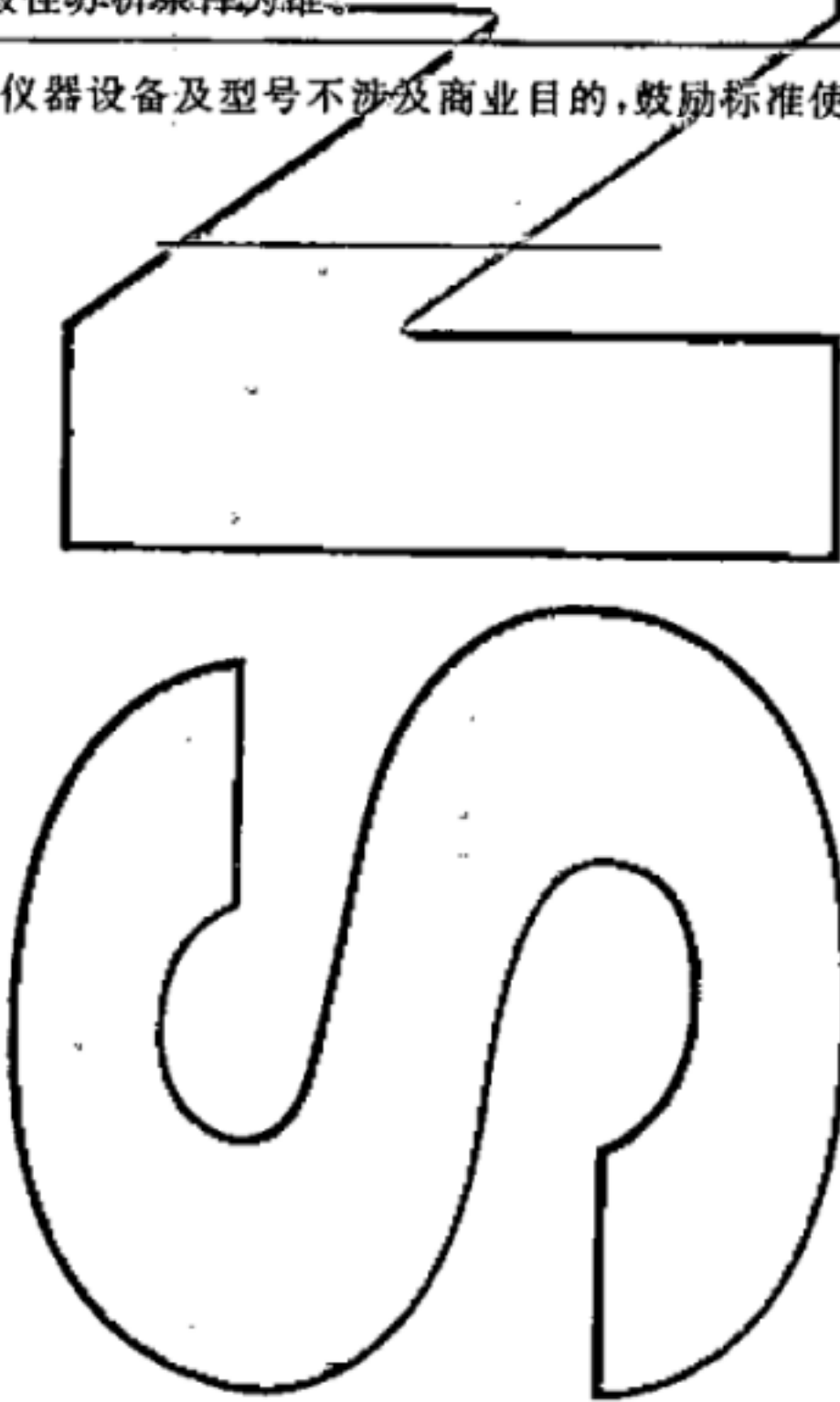
附录 A
(资料性附录)
仪器的工作条件

使用 VISTA-PRO 电感耦合等离子原子发射光谱仪的参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器的工作条件

发射功率 W	雾化压力 kPa	辅助气流量 L/min	冷却气流量	蠕动泵转速	积分时间	样品缓冲时间 s	冲洗时间 s
			L/min	r/min	s		
1 200	200	1.5	15.0	15	10	25	10
注：具体试验时，以各机器达到最佳分析条件为准。							

* 非商业性声明：本标准所采用仪器设备及型号不涉及商业目的，鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
金属铬中铝、锑、砷、铋、铜、铁、
铅、硅、锡杂质元素的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
SN/T 2619—2010

*

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

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

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2010年10月第一版 2010年10月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号:155066·2-21125 定价 16.00 元



SN/T 2619-2010