

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3345—2012

废不锈钢中铬、镍、钒、钼、铜、锰、钛、 铝、镁、锌、钙含量的测定 电感耦合 等离子体原子发射光谱法

Determination of the elements of
chromium, nickel, vanadium, molybdenum, copper, manganese, titanium,
aluminium, magnesium, zinc and calcium in stainless steel waste and scrap—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2012-12-12 发布

2013-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
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：中华人民共和国珠海出入境检验检疫局。
本标准主要起草人：陈朝方、李忠、伍利兵、陈小清、徐泽、彭彬、廖佳、曹乃斌。

废不锈钢中铬、镍、钒、钼、铜、锰、钛、
铝、镁、锌、钙含量的测定 电感耦合
等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定废不锈钢中铬、镍、钒、钼、铜、锰、钛、铝、镁、锌、钙含量的试验方法。

本标准适用于废不锈钢板(带)中铬、镍、钒、钼、铜、锰、钛、铝、镁、锌、钙含量的测定。测定范围见表 1。

本标准规定的铝为酸溶铝。

表 1 11 种元素测定范围

元素	含量范围(质量分数) %	元素	含量范围(质量分数) %
Cr	5.00~25.00	Ti	0.05~1.00
Ni	0.50~25.00	Al	0.05~1.00
V	0.05~1.00	Mg	0.05~1.00
Mo	0.05~4.00	Zn	0.05~1.00
Cu	0.05~5.00	Ca	0.05~1.00
Mn	0.50~15.00		

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 6682 分析实验室用水规格和实验方法
- GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法
- JJG 015 电感耦合等离子体原子发射光谱仪计量检定规程
- SN/T 1733.7 非正品钢材检验鉴定规程 第 7 部分:不锈钢板(带)

3 方法提要

试样以硝酸-盐酸加热溶解并稀释至确定的容积后,以钇为内标,将试样溶液喷入等离子体焰中,并以此做光源,在等离子体光谱仪相应元素波长处,测量其光强度,从标准曲线上确定其含量内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用优质纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 高纯铁粉:铁含量>99.98%。
- 4.2 高纯金属锰:锰含量>99.98%。
- 4.3 高纯金属铬:铬含量>99.98%。
- 4.4 高纯金属镍:镍含量>99.98%。
- 4.5 三氧化二钇:含量>99.99%。
- 4.6 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.7 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 4.8 盐酸溶液(1+1)。
- 4.9 硝酸溶液(1+1)。
- 4.10 盐酸、硝酸混合酸:盐酸+硝酸+水(3+1+4)。
- 4.11 铁基体溶液:称取 1.000 0 g 高纯铁粉(4.1)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.8),盖上表面皿,低温溶解,冷却至室温。用少量水冲洗表面皿,移入 100 mL 容量瓶中,以去离子水稀至刻度,混匀备用。此溶液为 1 mL 含 10 mg 铁。
- 4.12 锰溶液:称取 1.000 0 g 高纯金属锰(4.2)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.8),盖上表面皿,低温溶解,冷却至室温。用少量水冲洗表面皿,移入 100 mL 容量瓶中,以去离子水稀至刻度,混匀备用。此溶液为 1 mL 含 10 mg 锰。
- 4.13 铬溶液:称取 1.000 0 g 高纯金属铬(4.3)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.8),20 mL 硝酸(4.9)盖上表面皿,低温溶解,冷却至室温。用少量水冲洗表面皿,移入 100 mL 容量瓶中,以去离子水稀至刻度,混匀备用。此溶液为 1 mL 含 10 mg 锰。
- 4.14 镍溶液:称取 1.000 0 g 高纯金属镍(4.4)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.8),盖上表面皿,低温溶解,冷却至室温。用少量水冲洗表面皿,移入 100 mL 容量瓶中,以去离子水稀至刻度,混匀备用。此溶液为 1 mL 含 10 mg 镍。
- 4.15 钇标准溶液,称取 1.269 9 g 三氧化二钇(4.5)于烧杯中,加入 50 mL 盐酸(4.8),温和加热溶解。冷却到常温后移入 1 000 mL 的容量瓶中,用去离子水稀释到刻度,此溶液为 1 mL 含 1 mg 钇。
- 4.16 单元素标准溶液:除铬、锰、镍外其余 8 种单元素标准溶液可向国家认可的销售标准物质单位购买,其质量浓度为 1 000 mg/L(或 500 mg/L)。
- 4.17 标准系列溶液:分别取 10 mL 铁基体溶液(4.11)于七个 100 mL 容量瓶中,加入各元素标准溶液,使各元素浓度达到表 2 要求,加入 2.0mL 钇标准溶液(4.15),以水稀释至刻度。

表 2 11 种元素的标准系列溶液浓度 单位为微克每毫升

编号	分析元素												
	Cr	Ni	V	Mo	Cu	Mn	Ti	Al	Mg	Zn	Ca	Fe	Y
N ₀	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1 000	20.0
N ₁	50.0	5.0	0.50	0.50	0.50	5.0	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	1 000	20.0
N ₂	100.0	10.0	1.0	1.0	1.0	10.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1 000	20.0
N ₃	150.0	50.0	3.0	5.0	5.0	30.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	1 000	20.0
N ₄	180.0	100.0	5.0	10.0	10.0	50.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	1 000	20.0
N ₅	200.0	150.0	8.0	20.0	30.0	100.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	1 000	20.0
N ₆	250.0	250.0	10.0	40.0	50.0	150.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	1 000	20.0

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:仪器工作条件参见 A. 1,待测元素和内标元素钇的分析谱线

参见 A.2,仪器的检出限按照 JJG 015 电感耦合等离子体原子发射光谱仪计量检定规程进行测定,结果参见 A.3。

5.2 电子天平,感量为 0.000 1 g。

6 分析步骤

6.1 试样

按 SN/T 1733.7 要求进行抽样。
按 GB/T 20066 进行样品制备。

6.2 测定

6.2.1 试料的处理

称取试样(6.1)0.25 g 作为试料,精确至 0.000 1 g。将试料置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸、硝酸混合酸(4.10),加热溶解。待试料充分溶解后,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用移液管加入 5.0 mL 钇标准溶液(4.15),用水稀释至刻度,混匀,待测。称取两份试料进行平行测定,结果取其平均值。称取 0.25 g 高纯铁(4.1),精确至 0.000 1 g,随同试料做空白试验。

6.2.2 内标工作曲线的制作

用电感耦合等离子体原子发射光谱仪,按顺序测定标准系列溶液 $N_0 \sim N_6$ 光谱强度及内标元素光谱强度,用计算机以元素光谱强度与内标元素光谱强度比值为因变量,以元素的浓度($\mu\text{g/mL}$)为自变量进行线性回归,绘制工作曲线。计算出截距(a),斜率(b)和线性相关系数(r), r 应该 ≥ 0.999 。

6.2.3 试液的测定

测定空白溶液和试液(6.4.1)中各待测元素的光谱强度及内标元素光谱强度,从工作曲线上计算出各相应组分的浓度。

7 结果计算

按式(1)计算试样中各元素的含量,以质量分数表示:

$$X = \frac{(c_x - c_0) \times 10^{-6} \times V}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——各被测元素的含量(质量分数),%;
- c_x ——从工作曲线上查得的试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 ——从工作曲线上查得的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 ——试料溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

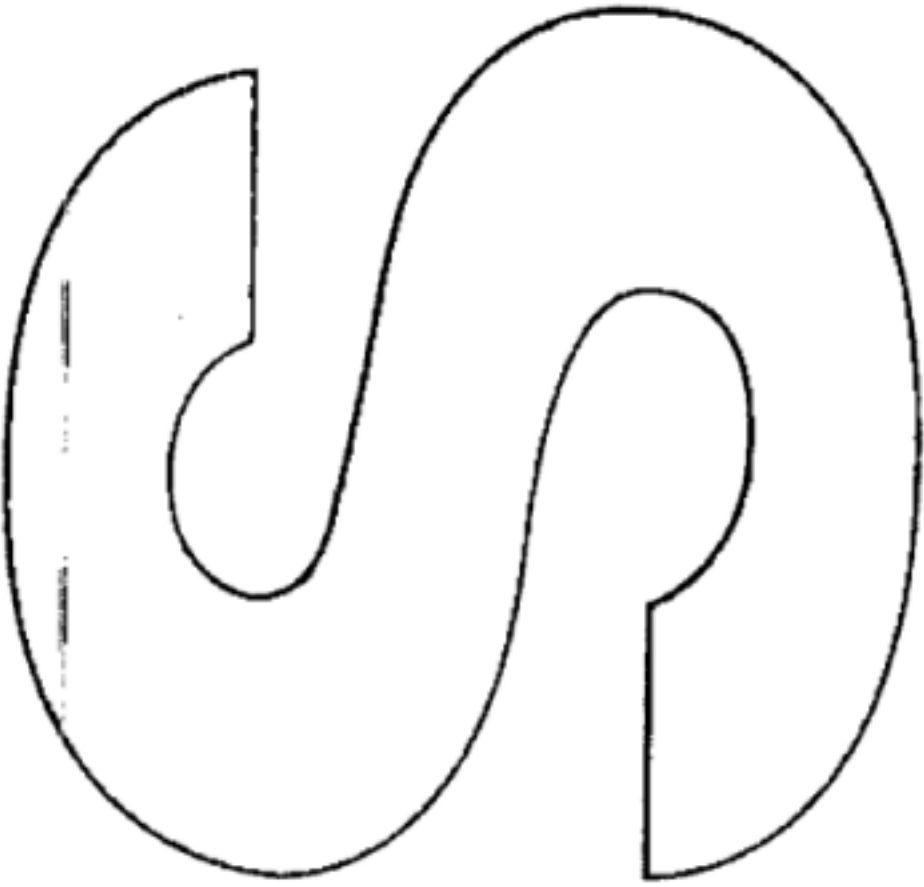
取 2 次平行测定的算术平均值为试样的最终结果,结果保留小数点后两位。

8 精密度

由 8 个实验室对 7 个水平的试样进行精密度试验,结果见表 3。

表 3 精密度

元素	水平范围(质量分数) %	重复性限 r	再现性限 R
Mn	0.50~15.00	$S_r = -0.004\ 3 + 0.013\ 9m$	$S_R = 0.015\ 0 + 0.025\ 1m$
Ni	0.50~25.00	$S_r = -0.030\ 3 + 0.008\ 9m$	$S_R = -0.252\ 0 + 0.031\ 9m$
Cr	5.00~25.00	$S_r = -0.029\ 3 + 0.008\ 5m$	$S_R = 0.054\ 0 + 0.027\ 0m$
Cu	0.05~5.00	$S_r = -0.004\ 9 + 0.014\ 1m$	$S_R = 0.020 + 0.031\ 6m$
V	0.05~1.00	$S_r = 0.000\ 8 + 0.012\ 4m$	$S_R = 0.002\ 0 + 0.051\ 6m$
Ti	0.05~1.00	$S_r = 0.002\ 0 + 0.011\ 1m$	$S_R = 0.005\ 0 + 0.032\ 6m$
Al	0.05~1.00	$S_r = -0.006\ 8 + 0.008\ 3m$	$S_R = 0.001\ 0 + 0.040\ 5m$
Mg	0.05~1.00	$S_r = 0.014\ 9 + 0.004\ 7m$	$S_R = 0.047\ 0 + 0.010\ 2m$
Ca	0.05~1.00	$S_r = -0.004\ 8 + 0.018\ 4m$	$S_R = 0.075\ 0 + 0.027\ 3m$
Zn	0.05~1.00	$S_r = 0.016\ 1 + 0.005\ 8m$	$S_R = 0.071\ 0 + 0.026\ 8m$
Mo	0.05~4.00	$S_r = 0.013\ 10 + 0.006\ 4m$	$\lg S_R = -1.308 + 0.302\ 9\ \lg m$



附录 A
(资料性附录)
测试方法参数及仪器检出限

A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出电感耦合等离子体原子发射光谱仪(5.1)的通用分析参数。下列给出的参数证明是可行的。

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作条件

高频功率发生器	入射功率/W	1 150
	工作频率/MHz	27.12
气路系统	冷却气/(L/min)	16
	辅助气/(L/min)	0.5
	雾化器压力/psi	26
	蠕动泵转速/(r/min)	100
数据处理系统	积分时间(短波部分)/s	10
	积分时间(长波部分)/s	5

A.2 分析谱线波长的选择

按标准方法建立工作曲线,然后对与样品含量相近的标准样品进行分析,分析谱线选取线性好,背景低,干扰小,测试标准样品准确度高的谱线,下列给出的谱线证明是可行的。

表 A.2 11种元素分析谱线的波长
单位为纳米(nm)

元素	Cr	Ni	V	Mo	Cu	Mn	Ti	Al	Mg	Zn	Ca	Y
波长	202.558	345.847	311.071	281.615	327.396	280.106	337.280	396.152	285.166	202.548	184.006	224.306 320.332

A.3 仪器的检出限

按标准方法建立工作曲线,将空白溶液重复测定 10 次,计算空白溶液标准偏差,检出限为 3 倍空白溶液标准偏差(见 JJG 015)。本标准测定十一种元素仪器的检出限见附录 A.3。

表 A.3 11 种元素的仪器检出限

元素	Cr	Ni	V	Mo	Cu	Mn	Ti	Al	Mg	Zn	Ca
检出限 μg/mL	1.31	0.12	0.01	0.09	0.02	0.24	0.01	0.02	0.01	0.01	0.02

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

废不锈钢中铬、镍、钒、钼、铜、锰、钛、
铝、镁、锌、钙含量的测定 电感耦合
等离子体原子发射光谱法

SN/T 3345—2012

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

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 14 千字

2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-25343 定价 16.00 元



SN/T 3345-2012