



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4757—2017

出口钒铁中硅、铝、锰、磷、铜、镍、铬、 钛的测定 电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Determination of silicon, aluminium, manganese, phosphorus, copper, nickel, chromium, titanium content in ferrovanadium for export—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2017-05-12 发布

2017-12-01 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：中华人民共和国四川出入境检验检疫局、攀钢集团攀枝花钢铁有限公司、攀枝花学院。

本标准主要起草人：任小青、谢峰、田从学、杨新能、徐本平、冯宗平、周开著、李秀峰。

出口钒铁中硅、铝、锰、磷、铜、镍、铬、
钛的测定 电感耦合等离子体
原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了出口钒铁中硅、铝、锰、磷、铜、镍、铬、钛含量的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。

本标准适用于出口钒铁中硅、铝、锰、磷、铜、镍、铬、钛含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素测定含量范围 %(质量分数)

测定元素	含量范围	测定元素	含量范围
Si	0.10~5.00	Cu	0.010~0.20
Al	0.10~5.00	Ni	0.010~0.40
Mn	0.010~1.20	Cr	0.010~1.20
P	0.010~0.20	Ti	0.010~1.00

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法
- JJG 768 发射光谱仪检定规程

3 方法提要

试料用硝酸、盐酸溶解,过滤,滤液作为主液保存,残渣经碱熔、酸浸,所得溶液与主液合并定容。将待测试液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定,计算出待测元素的含量。

4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级及以上。

- 4.1 五氧化二钒,含量≥99.99%。
- 4.2 铁粉,铁含量≥99.99%。
- 4.3 无水碳酸钠。
- 4.4 硼酸。
- 4.5 硝酸,ρ 约 1.42 g/mL。
- 4.6 盐酸,ρ 约 1.19 g/mL。

4.7 硅、铝、锰、磷、铜、镍、铬、钛标准溶液,1 mg/mL。可用有证标准物质,也可按照 GB/T 602 配制。

4.8 混合熔剂,2 份无水碳酸钠(4.3)和 1 份硼酸(4.4)研细后混匀。

4.9 硝酸溶液,(1+1,体积比)。

4.10 盐酸溶液,(1+1,体积比)。

5 仪器和材料

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,仪器的性能应符合 JJG 768 的规定。

5.2 马弗炉,带温度控制装置,能保持温度 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度可调并可通风。

5.3 分析天平,感量 0.1 mg。

5.4 铂坩埚,30 mL。

5.5 容量瓶,200 mL。

5.6 滤纸,慢速定量滤纸。

6 试样

试样应通过 0.180 mm 的筛孔,置于干燥器中保存。

7 分析步骤

7.1 空白试验

随同试样空白试验。

7.2 测定

7.2.1 试液的制备

7.2.1.1 称取 0.50 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 150 mL 锥形瓶中,用约 10 mL 水冲洗瓶壁并分散试样,加入 20 mL 硝酸溶液(4.9)低温加热溶解,用水冲洗锥形瓶,使溶液体积保持在 25 mL 左右,当液面冒大气泡后取下,加 10 mL 盐酸溶液(4.10),低温加热 2 min~3 min,取下。

7.2.1.2 用少量水冲洗酸溶解后的锥形瓶壁,趁热用滤纸(5.6)过滤,滤液收集于 200 mL 容量瓶,热水冲洗残渣和滤纸 3 次~5 次至中性,将滤液作主液保存。

7.2.1.3 将残渣连同滤纸置于铂坩埚(5.4)中,在马弗炉(5.2)中低温干燥、灰化处理,冷却后,加 0.3 g 混合熔剂(4.8)与残渣混合,在马弗炉中于 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 熔融 15 min,取出冷却后,加入 10 mL 盐酸溶液(4.10)低温加热浸取,浸取溶液合并到盛有主液的 200 mL 容量瓶内,用水定容。

7.2.2 校准曲线溶液的制备

7.2.2.1 基体溶液的制备

分析 FeV50 合金时,称取 0.446 3 g 五氧化二钒(4.1)、0.25 g 铁粉(4.2),各 6 份;

分析 FeV80 合金时,称取 0.714 0 g 五氧化二钒(4.1)、0.10 g 铁粉(4.2),各 6 份。

称取的 6 份基体试剂,分别置于 200 mL 锥形瓶中,以约 10 mL 水冲洗瓶壁并分散试样,加入 10 mL 盐酸溶液(4.10)低温加热溶解,同时用水冲洗锥形瓶,使溶液体积保持在 50 mL 左右,溶解完毕,取下。再按 7.2.1.2~7.2.1.3 进行基体溶液的制备(不定容)。

7.2.2.2 校准曲线系列溶液的制备

于 6 个盛有基体溶液(7.2.2.1)的 200 mL 容量瓶中,根据表 2 规定的校准曲线系列溶液的浓度,加入相应的单元素标准溶液(4.10)逐级稀释制备标准溶液,用水定容。

表 2 校准曲线系列溶液浓度 单位为微克每毫升

序号	元素							
	Al	Si	P	Mn	Ni	Cr	Cu	Ti
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	2.5	125.0	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
3	10.0	75.0	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
4	25.0	25.0	5.0	10.0	5.0	10.0	5.0	7.5
5	75.0	10.0	7.5	15.0	7.5	15.0	7.5	12.5
6	125.0	2.5	10.0	30.0	10.0	30.0	10.0	25.0

7.2.3 仪器的准备和确认

开启等离子体光谱仪及其附属设备,点燃等离子体,进行测量前至少稳定运行 30 min。

设定电感耦合等离子体原子发射光谱法仪工作条件,设置待测元素分析谱线等检测参数,推荐使用的仪器参考工作条件和分析谱线参见附录 A。

7.2.4 校准曲线的绘制

仪器稳定后,在确定的仪器工作条件下,分别依次测量校准曲线系列溶液中各元素在分析线处的光谱强度。以光谱强度为横坐标,待测元素的浓度为纵坐标绘制校准曲线。

7.2.5 测定

在与 7.2.4 相同条件下,将空白试液(7.1)和待测试液(7.2.1.3)依次导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,分别测定各待测元素的光谱强度。

8 结果计算

根据试液的光谱强度值从校准曲线的回归方程中分别计算各元素的浓度值,按式(1)计算被测元素的含量,以质量分数(%)表示:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- X_i ——各被测元素的含量;
 - c_i ——试液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - c_{i0} ——空白试液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - V ——被测试液的体积,单位为毫升(mL);
 - m ——试样质量,单位为克(g)。

取两次独立测定结果的算术平均值作为最终结果,计算结果保留到小数点后两位;当结果小于

0.01%时,保留到小数点后三位。

9 精密度

由 10 个实验室对 6 个水平的试样进行方法精密度试验,结果见表 3。

表 3 精密度 %(质量分数)

元素	水平线性范围	重复性限 r	再现性限 P
Al	0.10~5.00	$\lg r=0.694\ 5\ \lg m-1.431$	$\lg R=0.746\ 8\ \lg m-0.963\ 8$
Si	0.10~5.00	$\lg r=0.749\ 0\ \lg m-1.536$	$\lg R=0.533\ 7\ \lg m-1.031$
Mn	0.010~1.20	$r=0.026\ 7\ m+0.007\ 0$	$R=0.033\ m+0.025$
P	0.010~0.20	$r=0.050\ 7\ m+0.001\ 6$	$R=0.153\ m+0.003\ 3$
Cu	0.010~0.20	$r=0.037\ 6\ m+0.000\ 7$	$R=0.093\ 2\ m+0.002\ 9$
Ni	0.010~0.40	$r=0.016\ 3\ m+0.001\ 9$	$R=0.051\ 0\ m+0.004\ 0$
Cr	0.010~1.20	$r=0.007\ 1\ m+0.009\ 3$	$R=0.018\ 0\ m+0.014\ 1$
Ti	0.010~1.00	$r=0.026\ 8\ m+0.003\ 3$	$R=0.079\ 3\ m+0.003\ 8$
注： m 为测定结果的平均值。			

附录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作条件参数¹⁾

表 A.1 仪器最佳工作参数

辅气流量/ (L/min)	观测高度/ mm	积分时间/s		RF 功率/W	冲洗泵速/ (r/min)	分析泵速/ (r/min)	雾化器压力/ MPa
		短波	长波				
1.5	12	7	5	1 150	75	50	0.22

表 A.2 建议谱线

元 素	波长/nm
Si	251.611
P	178.284
Al	396.152
Mn	257.610
Cu	324.754
Ni	231.604
Cr	267.716
Ti	334.941

1) 非商业性声明:附录 A 所留参数是在 ICAP-6300 电感耦合等离子体原子发射光谱仪上完成的。此处列出试验用仪器型号是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者常试采用不同厂家或型号的仪器。