



中华人民共和国国家标准

GB/T 39138.3—2020

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法 第3部分：铬、铁、硅、硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of gold nickel chromium iron silicon boron
alloys—Part 3: Determination of chromium, iron, silicon and boron contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 39138《金镍铬铁硅硼合金化学分析方法》分为 3 个部分：

——第 1 部分：金含量的测定 硫酸亚铁电位滴定法；

——第 2 部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第 3 部分：铬、铁、硅、硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 39138 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：贵研铂业股份有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、长春黄金研究院有限公司、广东省工业分析检测中心、北京有色金属与稀土应用研究所。

本部分主要起草人：金娅秋、贾贵发、陈登权、赵文虎、朱武勋、付仕梅、郁丰善、刘雷雷、宋义运、侯川、蓝丽、龙秀甲、芦新根、苏广东、李小玲、陈晓东、延凤泊、许海燕。

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法

第3部分:铬、铁、硅、硼含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 39138 的本部分规定了金镍铬铁硅硼合金中铬、铁、硅、硼含量的测定方法。

本部分适用于金镍铬铁硅硼合金中铬、铁、硅、硼含量的测定。测定范围:Cr:4.00%~7.00%; Fe、Si、B:1.00%~5.00%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解,测定硅时用盐酸、硝酸和氢氟酸溶解。于盐酸介质中,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定试液中铬、铁、硼和硅元素的质量分数。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 氢氟酸($\rho=1.12$ g/mL),优级纯。

3.4 硼酸溶液(50 g/L)。

3.5 铬标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铬(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.1),1 mL 硝酸(3.2),盖上表面皿,低温加热溶解完全。冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 铬。

3.6 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁粉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.1),盖上表面皿,低温加热溶解完全,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 铁。

3.7 硅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 单质硅(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于聚四氟乙烯消化罐中,加入 2 g 氢氧化钾,放入烘箱中,于 150 $^{\circ}\text{C}$ 下溶解 16 h,取出,冷却,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 硅。

3.8 硼标准贮存溶液:称取 0.572 0 g 在 40 $^{\circ}\text{C}$ ~45 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h 的光谱纯硼酸(H_3BO_3),置于 100 mL 石英烧杯中,用水溶解完全后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 硼。

3.9 铬、铁、硼混合标准溶液:分别移取 10.00 mL 铬、铁、硼标准贮存溶液(3.5、3.6、3.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铬、铁、硼。

3.10 硅标准溶液:移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 塑料容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

3.11 氩气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器

- 4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:在仪器最佳工作条件下,用 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的铜标准溶液测量 10 次,其光强度的相对标准偏差不超过 2.5%。
- 4.2 各元素推荐分析谱线:各元素分析谱线见表 1。

表 1 各元素推荐分析谱线

| 元素 | Fe | B | Cr | Si |
|-------|---------|---------|---------|---------|
| 波长/nm | 259.939 | 249.772 | 283.563 | 251.611 |

5 试样

试样粒度应不大于 0.095 mm。

6 试验步骤

6.1 试料

称取试样 0.10 g,精确至 0.000 1 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 测定铬、铁、硼的试料溶解:将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,以少许水润湿,加入 20 mL 盐酸(3.1)、10 mL 硝酸(3.2)盖上表皿,低温加热溶解至不溶渣为白色。取下,冷却至室温,将试液及不溶渣移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。

移取 10.00 mL 上述试液于 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 测定硅的试料溶解:将试料(6.1)置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,以少许水润湿,加入 20 mL 盐酸(3.1)、10 mL 硝酸(3.2)盖上杯盖,低温加热溶解至少量不溶渣,滴加 5 滴氢氟酸(3.3),继续低温加热溶解完全。取下,冷却至室温,用 30 mL 硼酸溶液(3.4)冲洗杯盖及杯壁,摇匀,移入 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度。混匀。

移取 10.00 mL 上述试液于 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,在选定的仪器工作条件下,当工作曲线线性相关系数 $r \geq 0.999\ 5$ 时,测量试液及随同试料空白中待测元素的谱线强度,从工作曲线上查出待测元素的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 铬、铁、硼混合标准溶液

(3.9) 或硅标准溶液(3.10)于两组 100 mL 容量瓶中,保持 10%的盐酸介质,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 在推荐的仪器工作条件下,依次测定系列标准溶液和样品溶液中的铬、铁、硼和硅的谱线强度值,计算机自动绘制工作曲线并计算出铬、铁、硼和硅的质量分数。

7 试验数据处理

待测元素含量以待测元素的质量分数 w_X 计,按式(1)计算:

$$w_X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_3 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X ——待测元素铬、铁、硼、硅;
- ρ_1 ——试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_3 ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料质量,单位为克(g);
- V_2 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 1 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

| | | | | |
|----|-------------|------|------|------|
| Cr | $w_{Cr}/\%$ | 4.04 | 5.65 | 6.99 |
| | $r/\%$ | 0.18 | 0.25 | 0.29 |
| B | $w_B/\%$ | 1.02 | 2.18 | 5.02 |
| | $r/\%$ | 0.06 | 0.13 | 0.17 |
| Fe | $w_{Fe}/\%$ | 1.01 | 2.35 | 5.01 |
| | $r/\%$ | 0.10 | 0.11 | 0.16 |
| Si | $w_{Si}/\%$ | 1.01 | 3.20 | 5.04 |
| | $r/\%$ | 0.10 | 0.17 | 0.24 |

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列相对允许差。

表 3 允许差

| 元素 | 质量分数/% | 允许差/% |
|------|----------|-------|
| Cr | 4.0~7.0 | 0.30 |
| B、Fe | 1.0~5.0 | 0.20 |
| Si | 1.0~3.0 | 0.20 |
| | ≥3.0~5.0 | 0.30 |

9 试验报告

试验报告至少应包括以下几个方面的内容：

- 试样；
- 本标准编号(包括发布或出版年号)；
- 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。


