



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3910—2014

海绵钛、钛及钛合金中锰、铬、镍、铝、 钼、锡、钒、铜的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of manganese, chromium, nickel, aluminum, molybdenum, tin,
vanadium, copper in sponge titanium, titanium and titanium alloys—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2014-04-09 发布

2014-11-09 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家标准化管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国贵州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：冉菲、赵明、李春萍、罗霖、罗天林、周富强、袁旭。

海绵钛、钛及钛合金中锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、铜的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了海绵钛、钛及钛合金中锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、铜元素的电感耦合等离子体发射光谱的测定方法。

本标准适用于海绵钛、钛及钛合金中锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、铜元素含量的测定,各元素的测定下限分别为 Mn 0.825 mg/kg, Cr 1.65 mg/kg, Ni 1.65 mg/kg, Al 3.3 mg/kg, Mo 3.3 mg/kg, Sn 24 mg/kg, V 24 mg/kg, Cu 3.3 mg/kg,各元素的测定范围见表1。

表1 各元素测定范围(质量分数)

元素	测定范围/%	元素	测定范围/%
Mn	0.001~3.00	Mo	0.001~12.00
Cr	0.001~8.00	Sn	0.01~12.00
Ni	0.001~2.00	V	0.001~15.00
Al	0.001~8.00	Cu	0.001~5.00

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制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料用盐酸和氢氟酸或硫酸和氢氟酸溶解,用电感耦合等离子体发射光谱仪测定溶液中分析元素的发射光谱强度,外标法定量。

4 试剂

除非另有说明,所用试剂均为优级纯,实验室用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1 高纯钛[$w(\text{Ti}) \geq 99.99\%$]。

4.2 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.3 氢氟酸($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

4.4 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

4.5 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 氢氟酸(1+1)。

4.8 硫酸(1+1)。

4.9 硫酸(5+95)。

4.10 标准储备溶液: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 $1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ (或 $500\text{ }\mu\text{g/mL}$)。

4.11 混合标准溶液:根据待测元素的含量稀释标准储备溶液(4.10)配制混合标准系列溶液,加入适量盐酸(4.2),用水稀释至刻度,使酸度控制在 2%。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量为 0.1 mg 。

5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。采用盐酸和氢氟酸溶解样品时必须使用耐氢氟酸进样系统。

6 试样处理

6.1 盐酸和氢氟酸溶解试样

称取试样 0.2 g (精确至 0.1 mg),置于 200 mL 聚乙烯烧杯或聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.6)和 2 mL 氢氟酸(4.7),待试样完全溶解后,加入 2 mL 硝酸(4.5),转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。

称取两份试样进行平行测定,结果取其算术平均值。

6.2 硫酸和氢氟酸溶解试样

称取试样 0.2 g (精确至 0.1 mg),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硫酸(4.8)和 2 mL 氢氟酸(4.7),低温加热分解试样。如果溶解不完全,可加入少量氢氟酸(4.7)继续加热至分解完全。加入 2 mL 硝酸(4.5),加热至冒白烟约 5 min ,冷却至室温,用少量水冲洗杯壁,加热至冒浓白烟 $2\text{ min}\sim 3\text{ min}$ 。冷却至室温,加水约 20 mL ,加热溶解盐类,冷却至室温,转移到 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。

称取两份试样进行平行测定,结果取其算术平均值。

6.3 空白试验

称取与试样相同量的高纯钛(4.1),随同试样做空白试验。

6.4 仪器工作条件

选择适当的仪器工作条件或参照附录 A。

6.5 标准溶液的制备

6.5.1 适用于盐酸和氢氟酸溶解试样

称取与试样相同质量的高纯钛(4.1)于一组 200 mL 聚乙烯烧杯或聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.6)和 2 mL 氢氟酸(4.7),待试样完全溶解后,加入 2 mL 硝酸(4.5),转移到 100 mL 容量瓶中,加入待测元素标准溶液(4.10)或(4.11),用水稀释至刻度,摇匀。系列标准溶液浓度见表 2。

6.5.2 适用于硫酸和氢氟酸溶解试样

称取与试样相同质量的高纯钛(4.1)于一组 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硫酸(4.8)和 2 mL 氢氟酸(4.7),低温加热分解试样。如果溶解不完全,可加入少量氢氟酸(4.7)继续加热至分解完全。加入 2 mL 硝酸(4.5),加热至冒白烟约 5 min,冷却至室温,用少量水冲洗杯壁,加热至冒浓白烟 2 min~3 min。冷却至室温,加水约 20 mL,加热溶解盐类,冷却至室温,转移到 100 mL 容量瓶中,加入待测元素标准溶液(4.10)或(4.11),用水稀释至刻度,摇匀。系列标准溶液浓度见表 2。

表 2 系列标准工作溶液

单位为微克每毫升

元素	系列标准工作溶液					
Mn	0	0.5	1	10	30	60
Cr	0	0.5	1	10	50	100
Ni	0	0.5	1	10	20	40
Al	0	0.5	1	10	50	150
Mo	0	0.5	1	10	50	100
Sn	0	0.5	1	10	50	100
V	0	0.5	1	10	50	100
Cu	0	0.5	1	10	50	100
注:系列标准工作溶液中元素的具体浓度可根据仪器的灵敏度及样品中被测元素的实际含量作适当调整。						

6.6 工作曲线

测定空白溶液的发射净强度后,按顺序由低到高分别测定系列混合标准工作溶液中各元素的发射净强度,根据发射净强度和对应的元素浓度绘制工作曲线。

7 测定

分别测定待测试液中各被测元素的发射净强度,从相应工作曲线上计算出各被测元素的含量,若测定结果超出工作曲线范围,以硫酸(4.9)稀释后再进行测定(适用于硫酸-氢氟酸溶解试样)。

8 结果的计算

测定结果按式(1)计算:

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

式中:

ω ——被测元素的质量分数, %;

c_x ——自工作曲线上查得的试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——自工作曲线上查得的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 ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至两位小数。当结果小于 0.1% 时,结果表示到小数点后三位。

SN/T 3910—2014

9 精密度

精密度见表 3。

表 3 精密度

元素	含量范围/%	重复性限 r	再现性限 R
Mn	0.008~1.75	$r=0.001\ 7+0.011m$	$R=0.001\ 4+0.048m$
Cr	0.058~8.05	$r=0.002\ 4+0.013m$	$R=0.011+0.024m$
Ni	0.002~0.78	$r=0.001\ 8+0.016m$	$R=0.001\ 9+0.039m$
Al	0.047~6.71	$r=0.000\ 81+0.021m$	$R=0.001\ 2+0.031m$
Mo	0.057~11.49	$r=0.001\ 5+0.012m$	$R=0.000\ 28+0.045m$
Sn	0.051~11.10	$r=0.001\ 8+0.016m$	$R=0.002\ 2+0.050m$
V	0.058~15.55	$r=0.001\ 4+0.014m$	$R=0.003\ 4+0.027m$
Cu	0.003~2.35	$r=0.001\ 0+0.020m$	$R=0.001\ 0+0.042m$
注： m ——两次测定结果的平均值(%)。			

附 录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件

表 A.1 仪器参考工作条件

项 目	工作参数
观测方式	水平
功率/W	1 150
雾化器压力/MPa	0.2
辅助气流量/(L/min)	0.5
冲洗泵速/(r/min)	50
分析泵速/(r/min)	50
泵稳定时间/s	5
长波积分时间/s	7
短波积分时间/s	5
待测元素分析波长/nm	Mn 257.610, Cr 283.563, Ni 231.604, Al 167.079 或 396.152, Mo 292.030, Sn 242.949, V 292.464, Cu 224.700 或 327.396。 备注:测定海绵钛及纯钛时, Al 的谱线选 167.049 nm, Cu 的 谱线选 224.700 nm

注: 非商业性声明: 表 A.1 所列参数是在美国热电公司 iCAP6300 上完成, 此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考, 并不涉及商业目的, 鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。