



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3806—2014

---

## 进出口碳钢、合金钢中铌、硼、钨、锆 含量的测定 电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Determination of niobium, boron, wolfram and zirconium content in carbon steel and alloy steel for import and export—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2014-01-13 发布

2014-08-01 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：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局、中华人民共和国沈阳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：芦春梅、韩大川、侯彤岩、李墨浠、胡婷婷、陈光宇。

# 进出口碳钢、合金钢中铌、硼、钨、锆 含量的测定 电感耦合等离子体 原子发射光谱法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 适用范围

本标准规定了进出口碳钢、合金钢中铌、硼、钨和锆的 ICP-AES 测定方法。

本标准适用于进出口碳钢、合金钢中铌、硼、钨和锆含量的测定，各元素的测定范围见表 1。

表 1 各元素的测定范围

测定元素	测定范围/%
Nb	0.002 50~1.00
B	0.003 59~0.20
W	0.020 7~2.00
Zr	0.000 996~0.50

## 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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20066 钢和铁化学成分测定用试样的取样和制样方法

## 3 方法提要

试样采用高温压力微波酸消解处理，处理后的溶液用水稀释定容，直接进行 ICP-AES 测定。

## 4 试剂和材料

除另有规定外，水为 GB/T 6682—2008 规定的二级水，在分析中仅使用确认为优级纯或经过蒸酸系统处理过的化学试剂。

4.1 高纯铁（铁含量 $\geq 99.98\%$ ）。

4.2 盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）。

4.3 氢氟酸（ $\rho = 1.13 \text{ g/mL}$ ）。

4.4 盐酸（1+1）溶液：取适量盐酸（4.2）和水按体积比 1：1 进行混匀。

4.5 铁基体溶液：称取 5.000 g 高纯铁（4.1）于 250 mL 石英烧杯中，加入 50 mL 盐酸溶液（4.4），盖上表

面皿,低温溶解,冷却至室温。移入 1 000 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。此溶液为 1 mL 含 5.0 mg/铁。

4.6 4 种单元素标准储备液:铌、硼、钨和锆均为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ ,或直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标液。

4.7 按表 2 配制 N0~N5 标准系列溶液,用 Fe 基体溶液(4.5)定容。在配制过程中,为防止 W 的析出,氢氟酸的浓度应保持在 0.5%。

表 2 标准系列溶液

单位为毫克每升

系列	元素			
	Nb	B	W	Zr
N0	0.00	0.00	0.00	0.00
N1	0.50	0.50	100.00	0.50
N2	2.50	2.50	50.00	2.50
N3	5.00	5.00	10.00	5.00
N4	25.00	10.00	2.50	25.00
N5	50.00	—	0.50	—

4.8 高纯氩气(纯度大于 99.9%)。

## 5 仪器

5.1 电感耦合等离子原子发射光谱仪(建议配有耐氢氟酸系统)。仪器参数及使用条件参见附录 A。

5.2 高温压力微波消解炉。配耐高温压力密封消解罐,其微波消解样品的功率温度控制程序参见附录 B。

5.3 酸蒸馏纯化系统。

5.4 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.5 超纯水仪。

## 6 试样制备与保存

按 GB/T 20066 的标准规程制备试样,备用。

## 7 测定步骤

### 7.1 试样的处理

称取按步骤 6 处理好的试样 0.2 g(准确至 0.1 mg),置于高温压力密封消解罐(5.2)中,加入 5.0 mL 盐酸(4.2)、0.5 mL 氢氟酸(4.3)、1.0 mL 蒸馏水,摇匀,将密封消解罐拧紧,放入高温压力微波消解炉中。参照附录 B 的程序进行微波消解。冷却至室温,取出,打开消解罐,将消解后的溶液直接转移到 50 mL 塑料容量瓶中,用水冲洗消解罐 3 次~5 次,合并至母液中,用蒸馏水定容至刻度,作为待测液。试样溶液如有碳化物沉淀,应过滤后测定滤液。

### 7.2 空白试验

随同试样做空白试验。

7.3 校准曲线的制作

按顺序测定标准系列溶液 N0~N5(4.7)光谱强度,用计算机以净光强度为因变量,以元素的浓度(mg/L)为自变量进行线性回归,绘制工作曲线。

7.4 谱线强度的测定

按实验要求及仪器操作指南规定的要求,设置选定相应型号仪器的最佳分析条件,并调节仪器至最佳工作状态,测定空白溶液(7.2)和试样溶液(7.1)中各待测元素的光谱强度,从工作曲线上计算出各相应组分的浓度。

8 结果计算和表述

8.1 用工作曲线,按式(1)计算试样中各元素的含量,以百分数  $X_i$  表示:

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

式中:

- $X_i$  —— 被测元素的含量,%;
- $c_0$  —— 空白溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_i$  —— 试样溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  —— 被测试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m$  —— 试样质量,单位为克(g)。

8.2 取两次独立测定结果的算术平均值作为最终结果,结果保留 3 位有效数字。

9 精密度

方法精密度见表 3。

表 3 方法的精密度 %

测定元素	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Nb	$1.5 \times 10^{-3}$	$7.3 \times 10^{-3}$
B	$2.2 \times 10^{-4}$	$1.1 \times 10^{-3}$
W	$2.4 \times 10^{-3}$	$1.5 \times 10^{-2}$
Zr	$2.2 \times 10^{-3}$	$5.6 \times 10^{-3}$

SN/T 3806—2014

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

仪器主要工作条件:

- a) 射频功率:1 200 W;
- b) 焰距高度:15 mm;
- c) 冷却气流速:14 L/min;
- d) 燃烧气流速:1.2 L/min;
- e) 载气流速:1.0 L/min;
- f) 吹扫气流速:3.5 L/min。

---

非商业性声明:附录 A 所列参数是在 SHIMANDZU ICPS-1000 IV 型电感耦合等离子体发射光谱仪上完成的,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采用不同厂家或型号的仪器。

附 录 B  
(资料性附录)

微波消解样品的功率温度控制程序

微波消解样品的功率温度控制程序见表 B.1。

表 B.1 微波消解样品的功率温度控制程序

步骤	设定温度/℃	升/降温速率/(℃/min)	温度保持时间/min
1	20~150	10	0
2	150~180	3	0
3	180	0	15
4	50	10	2

非商业性声明：附录 B 所列参数是在 CEM 型微波消解仪上完成的，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采用不同厂家或型号的仪器。