



中华人民共和国国家标准

GB/T 24916—2010

GB/T 24916—2010

表面处理溶液 金属元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Surface treatment solution—Determination of metal element contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
表面处理溶液 金属元素含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 24916—2010

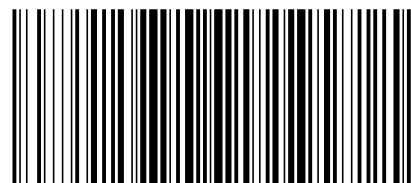
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-40460 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 24916—2010

2010-08-09 发布

2010-12-31 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

7.3 测定

7.3.1 谱线校准

校准待测元素的分析谱线。

7.3.2 测定

7.3.2.1 仪器通电预热,光室温度稳定后,先通氩气 30 min 后点火,燃烧 15 min~30 min 后进行检测。

7.3.2.2 打开计算机的仪器分析控制界面,新建标准加入法,选择表 4 中相应的分析谱线,输入推荐的仪器工作条件中的各项参数值(见 6.3),再依次输入表 5 标准加入元素浓度系列中各被测元素的数值。

7.3.2.3 进行等离子体光谱测定,每个试料至少连续测定 3 次。

7.3.2.4 在测定过程中,应对被测元素每条分析谱线的波峰位置、背景干扰作必要的修正。

7.3.2.5 待测溶液中各元素的再次测定

根据测定出的元素含量值和标准加入法原理,对表 3 和表 5 中相应的数值进行调整,重新进行分析试液的制备(7.2)。将调整后的表 5 中各被测元素的数值重新依次输入计算机,然后进行再次测定。

8 结果计算

8.1 计算

按下式计算试料中被测元素的含量:

$$\rho_B = \frac{(\rho_{BS} - \rho_{BS0}) \times 100 \times 10^{-3}}{V_1 \times \frac{V_2}{250}} = \frac{25 \times (\rho_{BS} - \rho_{BS0})}{V_1 \times V_2}$$

式中:

ρ_B ——试料原液中被测元素的含量,单位为克每升(g/L);

ρ_{BS} ——分析试液中被测元素的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_{BS0} ——空白溶液中被测元素的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_1 ——试料原液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

8.2 精密度

元素含量小于 0.000 1 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过算术平均值的 40%。

元素含量在 0.000 1 g/L~0.01 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过算术平均值的 20%。

元素含量在 0.01 g/L~1.00 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过超过算术平均值的 15%。

元素含量在 1.00 g/L~5.00 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过超过算术平均值的 10%。

元素含量大于 5.00 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过算术平均值的 20%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料;
- 参考本标准所用的方法;
- 试验结果及表示;

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 准备工作	2
5.1 标准溶液的配制	2
5.2 标准加入法标准工作溶液系列的配制	3
6 分析条件	5
7 分析步骤	5
7.1 空白试验	5
7.2 分析试液的前处理和制备	5
7.3 测定	8
8 结果计算	8
8.1 计算	8
8.2 精密度	8
9 试验报告	8
10 注意事项	9

7.2.2 镀镍分析试液的前处理和制备

7.2.2.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,15 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为前处理试液。

7.2.2.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.3 超滤液分析试液的前处理和制备

7.2.3.1 前处理

吸取 10.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为前处理试液。

7.2.3.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.4 磷化溶液分析试液的前处理和制备

7.2.4.1 前处理

吸取 10.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为前处理试液。

7.2.4.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.5 氟硼酸盐镀铅分析试液的前处理和制备

7.2.5.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.5.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中。分别加入 2.00 mL 氯化锂溶液(4.29),以下处理同 7.2.1.2。

7.2.6 钾盐镀锌分析试液的前处理和制备

7.2.6.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,15 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 2 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min。取下稍冷,加 50 mL 水,过滤于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.6.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 氯化锂溶液(4.29),以下处理同 7.2.1.2。

前 言

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:重庆长安汽车股份有限公司。

本标准主要起草人:黄显铭、张健杨、李启华、杨雪梅、樊朝英、朱军。