

根据读出试验溶液的强度值从校准曲线中分别计算各自的浓度值。

注 1: 如果发现存在光谱干扰,应按 B.6.2 规定进行修正。

注 2: 使用统计程序(如最小二乘法)得出校准曲线,计算机控制的光谱仪一般都有此程序,相关系数应大于 0.999。

B.6.2 光谱干扰的修正

建议使用合成标准溶液作为对光谱干扰的修正方法,程序如下:

使用二元(镍、铁加溶样酸和分析物)合成溶液系列对分析物元素“*i*”绘制校准曲线。只要校准溶液的制备是独立二元的,可以使用该溶液。

使用分析物的校准曲线,用测量二元(镍、铁加溶样酸)和干扰元素“*j*”合成溶液系列的强度来测定分析物“*i*”的可能干扰元素“*j*”的表现含量。

干扰元素的实际含量(X_j)和干扰元素的表现含量(X_{ij})两者之间的关系用最小二乘法按式(B.1)计算。

$$X_{ij} = I_{ij} \times X_j + b \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

I_{ij} ——分析物“*i*”中元素“*j*”的光谱干扰系数;

b ——常数(非常小)。

I_{ij} 值是通过各个干扰元素对 *i* 元素的分别干扰测定来确定的。

有干扰元素修正时,每一元素含量,应按式(B.2)计算,用质量分数表示:

$$X_i = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V}{m \times 10^6} \times 100 - \sum W_j I_{ij} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

X_i ——元素(分析物)含量(质量分数),(%);

m ——试料质量,单位为克(g);

ρ_1 ——试样溶液中分析物的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白试验溶液中分析物的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

W_j ——试样溶液中干扰元素的质量分数(%);

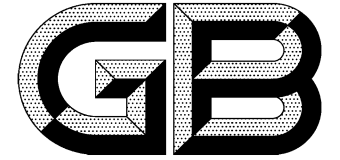
I_{ij} ——干扰元素(*j*)对试样分析物(*i*)的光谱干扰系数,相当于干扰元素 1%时分析物的质量分数(%);

V ——校正和试验溶液的最终体积(标准中为 100 mL),单位为毫升(mL)。

光谱干扰的过度修正是不可取的。允许最大的修正值大约为验证中分析物含量重复性误差的 10 倍。如果大于此数,该修正不适用。

注 1: 如果没有元素干扰,公式(B.2)中的干扰元素的质量分数 W_j 项等于零。

GB/T 25049—2010



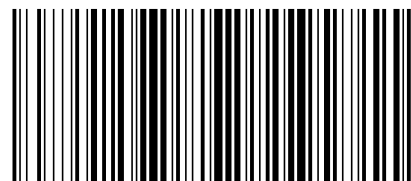
中华人民共和国国家标准

GB/T 25049—2010

镍 铁

Ferronickel

(ISO 6501:1988, Ferronickel—Specification and delivery requirements, MOD)



GB/T 25049—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40557

定价: 16.00 元

2010-09-02 发布

2011-06-01 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

B.5.3 试液的制备**B.5.3.1 分析试液的制备**

将称有试料(B.5.1)的容器中加入 25 mL 水,再加入 10 mL 硝酸(B.3.2)、5 mL 盐酸(B.3.1),低温加热至完全溶解,稍冷,转移于 100 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

B.5.3.2 标准校准溶液的制备

为了符合试样与校准溶液之间相类似的要求,分别称取数份与分析试料中镍铁含量相近的纯镍(B.3.5)和纯铁(B.3.6)于 150 mL 三角瓶中,按 B.5.3.1 操作。在最终稀释到 100 mL 之前,按表 B.3 加入标准溶液浓度所需的标准溶液。

注:如果镍含量在 20%~50%的镍铁分析,可采用 0.175 g 纯镍 0.325 g 纯铁(相当于试料 35%镍含量的镍铁)。

另外,为了符合试验的一致性,制备校准溶液和试料时应同样同批操作,并使用同一瓶试剂,以使它们的试剂差别减小到最小。

建议的校准曲线的标准溶液浓度见表 B.3。

表 B.3 建议的校准曲线的溶液浓度

标准溶液序号		STD 1	STD 2	STD 3	STD 4	STD 5	STD 6
As	样品的质量分数/%	0	0.005	0.01	0.05	0.10	0.20
	加入标液(3.4.1)体积/mL	—	—	—	2.50	5.00	10.00
	加入标液(3.4.2)体积/mL	0	2.50	5.00	—	—	—
Sn	样品的质量分数/%	0	0.005	0.01	0.05	0.10	0.20
	加入标液(3.4.3)体积/mL	—	—	—	2.50	5.00	10.00
	加入标液(3.4.4)体积/mL	0	2.50	5.00	—	—	—
Sb	样品的质量分数/%	0	0.005	0.01	0.03	0.05	0.10
	加入标液(3.4.5)体积/mL	—	—	—	1.50	2.50	5.00
	加入标液(3.4.6)体积/mL	0	2.50	5.00	—	—	—
Bi	样品的质量分数/%	0	0.005	0.01	0.03	0.05	0.10
	加入标液(3.4.7)体积/mL	—	—	—	1.50	2.50	5.00
	加入标液(3.4.8)体积/mL	0	2.50	5.00	—	—	—
Pb	样品的质量分数/%	0	0.005	0.01	0.03	0.05	0.10
	加入标液(3.4.9)体积/mL	—	—	—	1.50	2.50	5.00
	加入标液(3.4.10)体积/mL	0	2.50	5.00	—	—	—

B.5.4 测定**B.5.4.1 校正溶液**

先使用零校正溶液,并按照浓度增大的顺序吸入校准溶液,在每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测定 2 次,取两次读数平均值。

B.5.4.2 试验溶液

测定完校正溶液后,立即进行试验溶液的测量,然后是有证标准样品溶液的测量。然后再次吸入试验溶液和标准样品。每次测定之间吸入去离子水,试验溶液和标准样品至少重复进行两次。

B.6 结果计算**B.6.1 校准曲线**

从校准溶液测出的强度值对其元素的相应浓度绘制校准曲线。

中华人民共和国
国家标准
镍 铁
GB/T 25049—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 0.75 字数 17 千字

2010 年 11 月第一版 2010 年 11 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40557 定价 16.00 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

B.3.4.5 铈标准溶液, 100 μg/mL。

称取 0.100 0 g 金属铈(质量分数大于 99.9%), 精确至 0.000 1 g。溶解于 20 mL 盐酸中, 转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用稀盐酸(1+9)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

B.3.4.6 铈标准溶液, 10 μg/mL。

移取 10 mL 铈的标准溶液(B.3.4.5)至 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+19)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铈。

B.3.4.7 铋标准储备溶液, 100 μg/mL。

称取 0.100 0 g 纯金属铋(质量分数大于 99.9%), 精确至 0.000 1 g。置于 100 mL 烧杯中, 慢慢加入 20 mL 硝酸(1+1), 加热溶解, 取下稍冷, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用稀硝酸(1+4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铋。

B.3.4.8 铋标准溶液, 10 μg/mL。

移取 10.00 mL 铋标准溶液(B.3.4.7), 于 100 mL 容量瓶中, 用稀硝酸(2+98)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铋。

B.3.4.9 铅标准溶液, 100 μg/mL。

称取 0.100 0 g 纯金属铅溶解(质量分数大于 99.9%), 精确至 0.000 1 g。置于 100 mL 烧杯中, 慢慢加入 20 mL(1+1)硝酸, 煮沸, 赶尽氮氧化物, 冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg/mL 铅。

B.3.4.10 铅标准溶液, 10 μg/mL。

移取 10 mL 铅标准储备液(B.3.4.9)至 100 mL 容量瓶中, 用稀硝酸(2+98)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 μg/mL 铅。

B.3.5 高纯度镍, 待测元素含量低于 0.001%(质量分数)。**B.3.6 高纯度铁, 待测元素含量低于 0.001%(质量分数)。****B.4 仪器****B.4.1 单刻度移液管和单刻度容量瓶。****B.4.2 分析天平, 能够精确地称至 0.000 1 g。****B.4.3 电感耦合等离子发射光谱分析仪****B.4.3.1 一般要求**

可以使用任何型号的电感耦合等离子发射光谱分析仪, 在测定之前, 按照制造商的仪器使用说明书的建议和实验室定量分析操作来初始调节电感耦合等离子发射光谱分析仪, 并进行性能试验。仪器短期稳定性不超过 1.0% 和长期稳定性不超过 1.5%。

B.4.3.2 分析谱线

表 B.2 列出建议的分析谱线。在采用之前, 应仔细评价光谱干扰, 如果有干扰应进行光谱干扰校正。

表 B.2 建议的分析谱线

元素	As	Sn	Sb	Bi	Pb
分析线波长/nm	189.042, 193.496	189.989	206.838	179.193, 206.170	220.351, 405.781

B.5 分析步骤**B.5.1 试样量**

称 0.50 g 试样, 精确到 0.000 1 g, 置于 150 mL 锥形瓶中。

B.5.2 空白试样

随同试料做空白试验。

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 6501:1988《镍铁—交货技术条件》(英文版)。

本标准与 ISO 6501:1988 比较, 技术上的主要不同之处为:

——增加“2 规范性引用文件”;

——在表 1 中增加了关于砷、铋、铅、铈和锡含量的要求;

——“4.2.3 粒状镍铁”中增加“粒状镍铁的粒度检查按照 GB/T 13247 进行。”;

——将表 1 移至 4.1.1 条款中;

——将 ISO 标准中“交货信息”部分内容并入“6 包装、运输和储存、标志、质量证明书”部分;

——将 ISO 标准中“争议处理”部分移入附录 A;

——将 ISO 标准中“5.2 化学分析”部分以列表形式列出各元素的国家标准分析方法。

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本标准起草单位: 山西太钢不锈钢股份有限公司。

本标准主要起草人: 王立新、李志斌、范光伟、王贵平。