

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 24194—2009

GB/T 24194—2009

硅铁 铝、钙、锰、铬、钛、铜、磷和镍含量 的测定 电感耦合等离子体原子发射 光谱法

Ferrosilicon—Determination of aluminium, calcium, manganese, chromium,
titanium, copper, phosphorus and nickel content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
硅铁 铝、钙、锰、铬、钛、铜、磷和镍含量
的测定 电感耦合等离子体原子发射
光谱法

GB/T 24194—2009

*

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 24 千字
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38835 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 24194—2009

2009-07-08 发布

2010-04-01 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

附录 B
(规范性附录)

校准曲线的标准化(漂移校正)

校准曲线的定期检查和校正,按如下操作进行:

取两份校准溶液,各分析元素的含量分别是最低和最高的。

在绘制的校准曲线中,测定这两种校准溶液的光谱强度,按式(B.1)和式(B.2)计算校正系数 α 和 β 。

$$\alpha = \frac{I_{H0} - I_{L0}}{I_H - I_L} \dots\dots\dots (B.1)$$

$$\beta = I_{L0} - \alpha I_L \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

I_{H0} ——高含量校准溶液的初始测量强度;

I_{L0} ——低含量校准溶液的初始测量强度;

I_H ——高含量校准溶液在一定时间间隔后的测量强度;

I_L ——低含量校准溶液在一定时间间隔后的测量强度。

测定的试样溶液光谱强度应使用校正系数 α 和 β 校正,按式(B.3)计算如下:

$$I_C = \alpha \cdot I + \beta \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

I_C ——经校正后的强度值;

I ——测定强度值。

在下次校正前,同一批分析中应使用相同的 α 和 β 值。

注1: 标准化频率取决于仪器的特性。一般,30 min 或每隔 10~20 个试样,用相同的校准溶液校正校准曲线。

注2: 校正后的强度值(I_C)用来计算分析元素含量,该计算通常由计算机来完成。

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 是规范性附录,附录 C 是资料性附录。

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:武汉钢铁(集团)公司。

本标准起草人:张穗忠、陈士华、李洁、李杰、曹宏燕、余卫华、于录军、陆珂、卢文琪。

附录 A
(规范性附录)
电感耦合等离子体光谱仪性能试验

A.1 目的

本附录中给出的性能试验目的在于使用不同类型的仪器对等离子体光谱仪的性能进行适当的测定,允许不同的仪器使用不同的操作条件,但等离子体光谱仪最终能产生一致的结果。

整个性能试验步骤用三个基本参数考核:检测限(DL),背景等效浓度(BEC)和短期精密度(RSDN)。

注:对于试样溶液中元素浓度高于 $5\ 000\times DL$,RSDN 是唯一的需要评价的性能参数。

需要试验的元素列入表 A.1。

表 A.1 建议的检测限

元素	DL/($\mu\text{g}/\text{mL}$)
Al	0.05
Ca	0.05
Mn	0.05
Cr	0.025
Ti	0.025
Cu	0.025
P	0.025
Ni	0.025

A.2 定义

本标准应用以下定义。

A.2.1 检测限(DL):当元素产生最小浓度信号时,可以认为超出了任何带有一定规定等级的伪背景信号;另一方面,元素浓度产生信号是背景水平值标准偏差的三倍。

A.2.2 背景等效浓度(BEC):是产生与背景强度值相等的净强度相当于分析元素的浓度;是对给定波长灵敏度的度量。

A.2.3 短期精密度(RSD):在测定条件下所得仪器的一系列读数的相对标准偏差。

A.3 校准溶液

应制备三个铁($1\ 200\ \mu\text{g}/\text{mL}$),盐酸(5+95)和所有需要试验的元素浓度等级为 $0\times DL$ (空白), $10\times DL$ 和 $1\ 000\times DL$ 的校准溶液。

制备校准溶液的 DL 值可以是实验室值或是表 A.1 中给出的估计值。

A.4 程序

该程序用于每一试验元素的操作。

应按制造商的建议和实验室的定量分析的实践经验对等离子体光谱仪进行最初的调节。吸入空白液并取 10 次强度读数。对另外两种参比溶液重复此操作。

硅铁 铝、钙、锰、铬、钛、铜、磷和镍含量 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实践经验。本标准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 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铝、钙、锰、铬、钛、铜、磷和镍等元素含量的方法。

本标准适用于硅铁中铝、钙、锰、铬、钛、铜、磷和镍含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 元素及测定范围

分析元素	测定范围(质量分数)/%
Al	0.01~3.00
Ca	0.01~2.50
Mn	0.01~1.00
Cr	0.005~0.50
Ti	0.005~0.10
Cu	0.005~0.10
P	0.005~0.10
Ni	0.005~0.10

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648:1977)

3 原理

试料用硝酸、氢氟酸和盐酸分解,高氯酸冒烟驱尽硅和氟,盐酸溶解盐类,试液稀释至规定体积。用电感耦合等离子体发射光谱仪测量溶液中分析元素的发射光谱强度,或对钇的相对强度,根据用标准溶液制作的校准曲线计算出分析元素质量分数。

4 试剂

除另有说明外,在分析过程中只使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的实验室用水。

4.1 硝酸, ρ 约 $1.42\ \text{g}/\text{mL}$ 。