

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1650—2005

SN/T 1650—2005

金属硅中铁、铝、钙、镁、锰、锌、铜、 钛、铬、镍、钒含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of iron, aluminium, calcium, magnesium, manganese, zinc, copper,
titanium, chromium, nickel, vanadium in metal silicon—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
金属硅中铁、铝、钙、镁、锰、锌、铜、
钛、铬、镍、钒含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
SN/T 1650—2005

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548

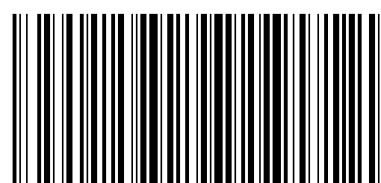
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2006年1月第一版 2006年1月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-16562 定价 8.00 元



SN/T 1650-2005

2005-09-30 发布

2006-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

附录 B
(规范性附录)
检出限的测定

按照仪器的操作规程预热仪器并调整仪器的各种条件和测量参数使仪器的性能满足 5.1.1 的要求。在表 B.1 所规定的各元素分析的谱线波长处测定校准曲线系列溶液中各元素在分析线处的光谱强度,分别以各元素光谱强度为应变变量,以各元素浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为自变量进行线性回归,计算出相关系数(r)应符合 5.1.1 中 b) 的规定。在同一条件下立即测定按照本标准规定的方法配制的空白溶液中各元素在相同分析线处的光谱强度,通过校准曲线得出各元素的浓度值,计算各元素 10 次数据的标准偏差 S_{0i} 。按式(B.1)计算各元素的检出限:

$$DL_i = 3 \times S_{0i} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

DL_i ——元素 i 的检出限,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

S_{0i} ——对空白溶液中元素 i 浓度进行 10 次测定的标准偏差,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

计算结果表示到两位有效数字。

各元素不同波长检出限结果见表 B.2。

表 B.1 用于本标准各元素分析的谱线波长

元素	波长/nm	元素	波长/nm
Fe	259.94 或 238.204	Cu	324.754 或 327.396 或 222.778
Al	308.215 或 394.401 或 396.152	Ti	334.94 或 337.28 或 338.376 或 323.452
Ca	317.933 或 184.006	Cr	284.325 或 283.563 或 267.716
Mg	279.553	Ni	227.021 或 231.604
Mn	257.61 或 260.569	V	292.464 或 310.23 或 311.071
Zn	202.548 或 213.856		

表 B.2 各元素检出限

元素	波长/nm	检出限/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	元素	波长/nm	检出限/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	元素	波长/nm	检出限/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$
Fe	259.94	0.002 4	Mn	257.61	0.000 30	Cr	283.563	0.009 0
	238.204	0.000 90		260.569	0.000 30		284.325	0.030
Al	308.215	0.042	Zn	202.548	0.001 2	Ni	231.604	0.002 1
	394.401	0.032		213.856	0.000 60		V	292.402
	396.15	0.020	Cu	324.754	0.003 0			310.23
Ca	184.006	0.018		327.396	0.006 9	311.071	0.002 8	
	317.933	0.021	Ti	338.376	0.001 5			
Mg	279.553	0.012		323.452	0.001 2			

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录,附录 B 为规范性附录。
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:中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。
本标准主要起草人:黄大亮、欧阳昌俊、胡晓静、赵恒英。
本标准为首次发布的出入境检验检疫行业标准。

V ——残渣溶解后定容体积,单位为毫升(mL);

w ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。

8 精密度

本精密度是由 11 个实验室对 6 个水平试样进行测定,数据统计后确定。具体精密度数据见表 3。

表 3 精密度

元素	水平范围 (质量分数)/%	重复性	再现性
Fe	0.18~0.51	$r=0.005\ 77+0.049\ 9m$	$R=0.047\ 1+0.021\ 2m$
Al	0.035~0.30	$r=0.000\ 99+0.067\ 6m$	$R=0.000\ 16+0.141m$
Ca	0.015~0.30	$r=0.002\ 39+0.036\ 7m$	$R=0.004\ 36+0.083\ 6m$
Mg	0.000\ 90~0.006\ 0	$r=0.000\ 507$	$R=0.000\ 762$
Mn	0.003\ 0~0.020	$r=-0.000\ 063+0.098m$	$R=0.000\ 004\ 7+0.125m$
Zn	0.000\ 60~0.001\ 7	$r=0.000\ 247$	$R=0.000\ 505$
Cu	0.001\ 0~0.007\ 0	$r=0.000\ 051+0.092m$	$R=0.000\ 038+0.156m$
Ti	0.010~0.045	$r=0.000\ 48+0.065\ 9m$	$R=0.000\ 33+0.129m$
Cr	0.001\ 5~0.020	$r=0.000\ 18+0.108m$	$R=0.000\ 26+0.183m$
Ni	0.001\ 0~0.016	$r=0.000\ 97+0.117m$	$R=0.000\ 19+0.228m$
V	0.000\ 50~0.016	$r=0.000\ 015+0.147m$	$R=0.000\ 054+0.175m$

注 1: m —两次测定数据的平均值(%)。
注 2: r —重复性。
注 3: R —再现性。

如果两个独立测试结果之间的差值,超过了表 3 中所列的重复性和再现性数值,则认为这两个测试结果是可疑的。

金属硅中铁、铝、钙、镁、锰、锌、铜、 钛、铬、镍、钒含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定金属硅中铁、铝、钙、镁、锰、锌、铜、钛、铬、镍、钒含量的方法。

本标准适用于金属硅中铁、铝、钙、镁、锰、锌、铜、钛、铬、镍、钒含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 本标准各元素测定范围

元素	测定范围 (质量分数)/%	元素	测定范围 (质量分数)/%	元素	测定范围 (质量分数)/%	元素	测定范围 (质量分数)/%
Fe	0.10~0.60	Mg	0.000\ 50~0.006\ 0	Cu	0.001\ 0~0.010	Ni	0.001\ 0~0.020
Al	0.030~0.30	Mn	0.003\ 0~0.020	Ti	0.005\ 0~0.040\ 0	V	0.000\ 30~0.020
Ca	0.010~0.30	Zn	0.000\ 60~0.002\ 0	Cr	0.001\ 0~0.030\ 0		

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

3 方法原理

试样用氢氟酸-硝酸溶解并挥发除硅,盐酸溶解浸取残留物并稀释至确定的体积,试液用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在相应的元素波长处读取光谱强度,在标准溶液作出的校准曲线上计算出各元素的含量。

4 试剂

警示:试验所用酸溶液为强腐蚀性溶液,操作时应戴乳胶手套!

4.1 试验所用水应符合 GB/T 6682 的规定。

4.2 盐酸(1+1):优级纯。

4.3 硝酸(1+1):优级纯。

4.4 氢氟酸(40%):优级纯。

4.5 硫酸(1+1):优级纯。

4.6 高氯酸(70%~72%):优级纯。

4.7 标准溶液

4.7.1 铁标准溶液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.7.2 铝标准溶液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。