



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4395—2014

钢 钼、铌和钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Steel—Determination of molybdenum, niobium and tungsten contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method
(ISO/TS 13899-1:2004 Steel—Determination of Mo, Nb and W contents in alloyed steel—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method—Part 1: Determination of Mo content, ISO 13899-2: 2005 Steel—Determination of Mo, Nb and W contents in alloyed steel—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method—Part 2: Determination of Nb content, ISO/TS 13899-3:2005 Steel—Determination of Mo, Nb and W contents in alloyed steel—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method—Part 3: Determination of W content, MOD)

2014-05-06 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准修改采用 ISO/TS 13899-1:2004(E)《钢 钼、铌和钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法,第 1 部分,钼含量的测定》、ISO 13899-2:2005(E)《钢 钼、铌和钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法,第 2 部分,铌含量的测定》和 ISO/TS 13899-3:2005(E)《钢 钼、铌和钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法,第 3 部分,钨含量的测定》。

本标准与 ISO/TS 13899. 1-2004(E)、ISO 13899. 2-2005(E)和 ISO/TS 13899. 3-2005(E)比较,主要技术内容作了如下修改:

——将 ISO/TS 13899. 1-2004(E)、ISO 13899. 2-2005(E)和 ISO/TS 13899. 3-2005(E)三部分合并为一个标准;

——测量范围由原来的“钼质量分数为 0.03%~8.5%,铌质量分数为 0.005%~5%,钨质量分数为 0.1%~20%”修改为“钼质量分数为 0.005%~8%,铌质量分数为 0.005%~5%,钨质量分数为 0.005%~19%”;

——称样量进行了修改,由原来的“Mo 称取 0.25g、Nb 质量分数为 0.005%~0.5%时,称取 0.5g;质量分数为 0.5%~5%时,称取 0.25g 和 W 质量分数为 0.1%~5%时,称取 0.5g;质量分数为 5%~20%时,称取 0.1g”修改为“Mo 和 Nb 质量分数为 0.005%~0.5%时,称取 0.5g;质量分数大于 0.5%时,称取 0.25g、W 质量分数为 0.005%~0.5%时,称取 0.50g;质量分数为 0.5%~5.0%时,称取 0.25g;质量分数大于 5.0%时,称取 0.10g”;

——试料溶解方法由原来的三种溶解方法统一为一种溶解方法,并加入酒石酸溶液;

——校准曲线由原来“先用高低两点建立校准曲线对试液进行半定量,再配制比半定量结果高 5%和低 5%的基体匹配的校准溶液”修改为“利用高纯铁基体匹配多点建立工作曲线,并根据被测元素含量的高低建立不同的校准曲线”。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC183)归口。

本标准起草单位:鞍钢股份有限公司、国家钢铁及制品质量监督检验中心、国家钢铁材料测试中心、冶金工业信息标准研究院、上海出入境检验检疫局、国家不锈钢制品质量监督检验中心、山西太钢不锈钢股份有限公司。

本标准主要起草人:于媛君、亢德华、罗倩华、王海丹、姚成虎、陈自斌。

钢 钼、铌和钨含量的测定 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 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钢中钼、铌和钨含量的测量方法。

本标准适用于质量分数为 0.005%~8%的钼含量、质量分数为 0.005%~5%的铌含量和质量分数为 0.005%~19%的钨含量的测定。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)—第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)—第 2 部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994, IDT)

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—2011,ISO 1042:1998,NEQ)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996, IDT)

3 原理

试料用盐酸、硝酸、氢氟酸分解,冒磷酸和高氯酸烟。如需要,加内标元素,稀释至一定体积。稀释的试液经雾化后引入电感耦合等离子体发射光谱仪。校准溶液与被测样品主体元素进行基体匹配。测量钼、铌和钨元素分析线的发射光谱强度或同时测量内标元素的发射光强度,由校准曲线计算各个分析元素的质量分数。

4 试剂

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 氢氟酸,40%, ρ 约 1.15g/mL。
- 4.2 盐酸, ρ 约 1.19g/mL。
- 4.3 硝酸, ρ 约 1.42g/mL。
- 4.4 磷酸, ρ 约 1.69g/mL,稀释为 1+1。
- 4.5 高氯酸, ρ 约 1.67g/mL,稀释为 1+1。
- 4.6 混合酸,100mL 磷酸(4.4)和 300mL 高氯酸(4.5)混合。
- 4.7 酒石酸溶液,20%。
- 4.8 钇标准溶液
- 4.8.1 钇储备溶液,1000 μ g/mL。

称取 1.2699g 三氧化二钇(质量分数大于 99.9%,预先经 1000℃灼烧 1h 后,置于干燥器中,冷却至