

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.8—2009

## 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

**Vanadium-Nitrogen alloy—Determination of silicon, manganese,  
phosphorus, aluminum content—Inductively coupled  
plasma atomic emission spectrometric method**

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 24583 的本部分的附录 A 为规范性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位：攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：成勇、颜启光、肖军、杨新能、陈自斌、杨洪春、唐建伟。

# 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定

## 电感耦合等离子体原子发射光谱法

**警告:**使用 GB/T 24583 本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 24583 的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅、锰、磷、铝含量。

本部分适用于钒氮合金中硅、锰、磷、铝含量的测定。测定范围(质量分数):硅:0.010%~1.00%;锰:0.010%~0.500%;磷:0.010%~0.500%;铝:0.010%~1.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24583 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

- GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规范和试验方法(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,neq ISO 1042-1983)
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管(GB/T 12807—1991,neq ISO 835-1981)
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,neq ISO 648-1977)

### 3 原理

以  $\text{HNO}_3$  加热溶解大部分试料,过滤,残渣和少量混合熔剂一起在马弗炉内熔融,再以盐酸浸取,与滤液合并后定容成试样溶液。电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定出试样溶液中待测元素被激发的特征谱线强度,并通过与其基体匹配的系列标准工作曲线,计算出待测元素在试样中的百分含量。

### 4 试剂和材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

- 4.1 五氧化二钒,纯度大于 99.95%。
- 4.2 混合熔剂,无水碳酸钾:硼酸=1:1,研细、混匀。
- 4.3 硝酸, $\rho$  约 1.42 g/mL。
- 4.4 盐酸, $\rho$  约 1.19 g/mL。
- 4.5 盐酸,1+1。
- 4.6 标准储备溶液。
  - 4.6.1 硅标准储备溶液

准确称取 1.069 7g 预先于 105 °C~110 °C 烘干 1 h 并在干燥器中冷却至室温的二氧化硅(纯度>99.95%),置于预先盛有 6 g 无水碳酸钾的铂坩埚(5.2)中,搅匀并覆盖少量无水碳酸钾,于 900 °C 马弗炉中熔融 15 min,取出冷却,置于 400 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用热水浸出熔块并使其溶解,用水洗净坩埚,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀,再移入 500 mL 塑料瓶中备用。此



溶液 1 mL 含 1.0 mg 硅。

#### 4.6.2 铝标准储备溶液

准确称取 0.500 0 g 金属铝(纯度>99.95%)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 盐酸(4.5)于低温电热板上加热至溶解完全,冷却后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铝。

#### 4.6.3 磷标准储备溶液

准确称取 2.196 8 g 预先于 105 °C~110 °C 烘干 2 h 并在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(纯度>99.95%),置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀,再移入 500 mL 塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 磷。

#### 4.6.4 锰标准储备溶液

准确称取 0.791 3 g 二氧化锰(纯度>99.95%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 盐酸(4.4)溶解完全,冷却后补加 25 mL 盐酸(4.4)并移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀,再移入 500 mL 塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锰。

#### 4.7 硅、锰、磷、铝混合标准工作溶液

分别移取硅、锰、磷、铝标准储备溶液(4.6.1~4.6.4)各 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度后摇匀。此溶液 1 mL 含硅、锰、磷、铝各 100.0 μg。

#### 4.8 氩气:纯度大于 99.9%。

### 5 仪器及设备

5.1 单标线移液管、分度移液管和单刻度容量瓶,应符合 GB/T 12808、GB/T 12807 和 GB/T 12806 的规定。

5.2 铂坩埚,30 mL。

#### 5.3 电感耦合等离子体光谱仪

可以使用任何型号的电感耦合等离子体光谱仪。只要该仪器满足表 1 所规定的检测限(DL)、背景等效浓度(BEC)、短期精度(RSD)的性能要求。试样溶液中元素浓度高于  $5\,000 \times DL$  时,只需要满足 RSD 这一性能参数要求。检测限(DL)、背景等效浓度(BEC)、短期精度(RSD)的性能试验,按照附录 A (规范性附录)的方法进行。

表 2 列出的为推荐的分析谱线,这些谱线不受基体元素明显干扰。本方法不对分析谱线作出限制性的规定,也可采用其他分析谱线。在采用这些分析谱线(包括推荐分析谱线)之前,必须仔细评价光谱干扰、背景和离子化,如果不能满足建议的性能参数,表明可能有干扰。

表 1 建议的性能参数

元 素	DL/(μg/mL)	BEC/(μg/mL)	RSD/%
Si	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Mn	≤0.05	≤0.5	≤1.0
P	≤0.05	≤0.5	≤1.0
Al	≤0.05	≤0.5	≤1.0

表 2 元素的分析波长

元 素	波长/nm
Si	198.899 或 251.612
Mn	259.373 或 293.930
P	178.287 4 或 213.618
Al	394.401 或 396.152

## 6 试样

按照 GB/T 4010 的规定采取和制备,试样粒度应小于 0.125 mm。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取试样 0.50 g,精确到 0.000 1 g。

### 7.2 测定次数

对同一样品,应至少独立测定 2 次。

### 7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.4 试料溶液的准备

将试料(7.1)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硝酸(4.3),加热反应并蒸发至近干,取下,以少量水冲洗瓶壁后冷却至室温,慢速滤纸过滤、用少量水洗涤残渣 3 次~5 次,滤液收集于 100 mL 容量瓶;滤纸及残渣置于铂坩埚(5.2)内灰化处理后加入 1 g 混合熔剂(4.2),在马弗炉内温度  $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  下熔融 20 min,取出冷却后加入 10 mL 盐酸(4.4)浸取,然后与上述收集的滤液合并定容于 100 mL 容量瓶内。

### 7.5 校准溶液的制备

称取 0.714 g 五氧化二钒(4.1)6 份,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 硝酸(4.3),加热反应并蒸发至近干,取下,以少量水冲洗瓶壁后冷却至室温,慢速滤纸过滤、用少量水洗涤残渣 3 次,滤液收集于 100 mL 容量瓶;滤纸及残渣置于铂坩埚(5.2)内灰化处理后加入 1 g 混合熔剂(4.2),在马弗炉内温度  $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  下熔融 20 min,取出冷却后加入 10 mL 盐酸(4.4)浸取,分别对应地转移到上述收集滤液的容量瓶内作为样品基体打底。

然后分别加入硅、锰、磷、铝混合标准溶液(4.7):0 mL、0.5 mL、2.5 mL、5.0 mL、25.0 mL、50.0 mL,以水稀释至刻度摇匀。相当于试样中硅、锰、磷、铝的质量分数为:0.0%、0.01%、0.05%、0.10%、0.50%、1.0%(或溶液中硅、锰、磷、铝的浓度为  $0.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.5\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $2.5\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $5.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $25.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $50.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ )。

### 7.6 光谱仪的调节

开启电感耦合等离子体光谱仪,预热 1 h 以上。

开启点火键,点火后确认仪器运行参数在确认范围内,雾化系统及等离子火焰工作正常,稳定 15 min 以上。

按照仪器操作说明对仪器工作条件进行优化,选择合适的分析条件。

进行校准曲线的绘制并检查其相关系数等指标。

### 7.7 测量

#### 7.7.1 校准溶液

先使用零校准溶液,并按顺序吸入校准溶液,在每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量 2 次,取两个读数的平均值。

注:最初校准建立后,再次分析时,可使用两点再校正程序进行常规分析,校正溶液应和试料溶液同时制备。

#### 7.7.2 试料溶液

校准溶液测量后,立即测量试料溶液(7.4),每次测量之间吸入去离子水。试验溶液至少应重复进行 2 次,取两个读数的平均值。

## 8 分析结果的计算和表示

### 8.1 分析结果的计算(校准曲线法)

从校准溶液测出的光谱强度值对其元素的相应浓度绘制校准曲线。



根据试验溶液的光谱强度值从校准曲线中分别计算各自的浓度值。按式(1)计算待测元素含量  $w$  (质量分数),数值以%表示。

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m$ ——试料质量,单位为克(g);

$\rho_1$ ——试样溶液中待测元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\rho_0$ ——空白试验溶液中待测元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V$ ——校正和试验溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

注:使用统计程序(例如,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。

8.2 分析结果的表示

同一试样 2 次测定结果的差值如不大于允许差,则取其算术平均值作为分析结果,否则进行第 3 次测定。3 次测定结果的极差如不大于 1.2 倍允许差,则取 3 次测定结果的算术平均值作为分析结果,否则进行第 4 次测定。4 次测定结果的极差如不大于 1.3 倍允许差,则取 4 次测定结果的算术平均值作为分析结果;4 次测定结果的极差如大于 1.3 倍允许差,则取 4 次测定结果的中值作为分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数。

9 允许差

同一试样的 2 次测定结果的差值应不大于表 3 所列的允许差。

表 3 允许差 %

元 素	含量(质量分数)	允 许 差
Si	0.010~0.050	0.006
	>0.050~0.100	0.010
	>0.100~0.500	0.030
	>0.500~1.00	0.045
Mn	0.010~0.025	0.002 5
	>0.025~0.050	0.010
	>0.050~0.100	0.015
	>0.100~0.500	0.030
P	0.010~0.03	0.003
	>0.03~0.100	0.006
	>0.100~0.200	0.010
	>0.200~0.500	0.020
Al	0.010~0.050	0.008
	>0.050~0.100	0.015
	>0.100~0.500	0.025
	>0.500~1.00	0.035

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料；
- b) 遵守本部分规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

**附录 A**  
(规范性附录)  
**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(RSD)。

注:对于试样溶液中元素浓度高于 $5\ 000\times DL$ ,RSD 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/( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
Si	$\leq 0.05$
Mn	$\leq 0.05$
P	$\leq 0.05$
Al	$\leq 0.05$

**A.2 定义**

本附录采用以下定义。

**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 3 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 背景等效浓度和检测限**

制备 3 份溶液,含待测元素浓度分别为:0 浓度水平,10 倍检测限,1 000 倍检测限。这些溶液含有与待测样品相似浓度的酸、基体元素。

制备参比溶液的检测限可以是实验室值或是表 A.1 中给出的估计值。

应按制造商的建议和实验室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。

按式(A.1)计算分析曲线的斜率。

$$M = C_2 / (I_2 - I_b) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$C_2$ ——10 倍检测限溶液的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$I_2$ ——10 倍检测限溶液 10 次原始强度读数的平均值;

$I_b$ ——空白溶液 10 次强度读数的平均值。

按式(A.2)计算检测限(DL),单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

$$DL = 3S_b M \quad \dots\dots\dots (A.2)$$



式中：

$S_b$ ——10次空白强度读数的标准偏差。

按式(A.3)计算背景等效浓度(BEC),单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

$$\text{BEC} = M \times I_b \quad \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

按式(A.4)计算1 000倍检测限溶液的净平均强度( $IN_3$ )。

$$IN_3 = I_3 - I_b \quad \dots\dots\dots(\text{A.4})$$

式中：

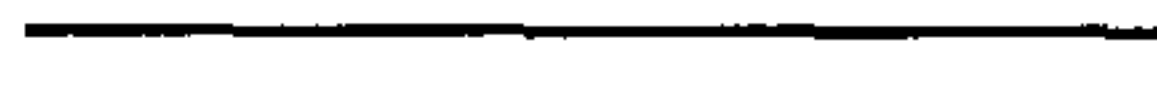
$I_3$ ——1 000倍检测限溶液10次原始强度读数的平均值。

按式(A.5)计算1 000倍检测限溶液的净强度相对标准偏差(RSD)。

$$\text{RSD} = \frac{\sqrt{(S_3^2 + S_b^2)}}{IN_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

式中：

$S_3$ ——1 000倍检测限溶液的10次强度读数的标准偏差。



中华人民共和国  
国家标准  
钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
GB/T 24583.8—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](http://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 13 千字  
2010年1月第一版 2010年1月第一次印刷

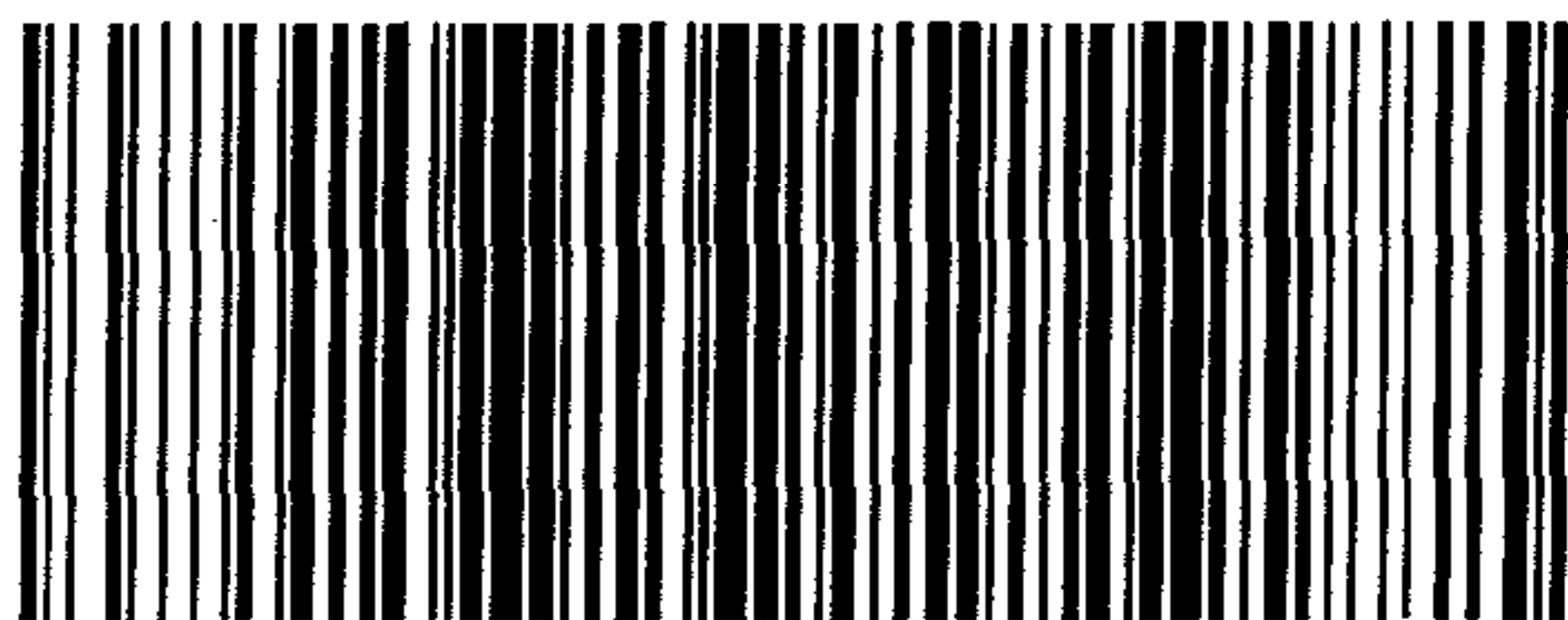
\*

书号: 155066·1-39405

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 24583.8—2009