



中华人民共和国国家标准

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**

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

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,或对钪的相对强度,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 g/mL。

4.2 氢氟酸, ρ 约 1.15 g/mL。

4.3 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。

4.4 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。

4.5 盐酸, 1+3。

4.6 标准贮备溶液

4.6.1 铝标准贮备溶液

4.6.1.1 铝标准贮备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 1.000 0 g 金属铝(>99.95%)于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加 30 mL 盐酸(1+1), 低温加热溶解, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

注: 亦可采用以下方法配制铝标准贮备溶液: 称取 1.000 g 金属铝(>99.95%)于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 30 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L), 低温加热溶解, 加入 100 mL 水, 滴加盐酸(1+1)酸化并过量 10 mL, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.1.2 铝标准贮备溶液, 50.00 μ g/mL。

分取 25.00 mL 铝标准贮备溶液(4.6.1.1)于 500 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 盐酸(4.4), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.2 钙标准贮备溶液

4.6.2.1 钙标准贮备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 2.497 3 g 预先于 105 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 干燥并于干燥器中冷却至室温的碳酸钙(>99.99%)于 250 mL 烧杯中, 加 20 mL 水, 混匀。盖上表皿, 小心滴加盐酸(1+1)至碳酸钙溶解, 再加 20 mL 盐酸(1+1), 煮沸除去二氧化碳, 冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.2.2 钙标准贮备溶液, 50.00 μ g/mL。

分取 25.00 mL 钙标准贮备溶液(4.6.2.1)于 500 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 盐酸(4.4), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.3 锰标准贮备溶液

4.6.3.1 锰标准贮备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 1.000 0 g 电解锰(>99.95%)于 250 mL 烧杯中, 加 30 mL 硝酸(1+1), 加热溶解, 煮沸驱尽氮氧化物, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

注: 电解锰预先用硫酸(5+95)处理, 溶解表面的氧化物, 用水洗净, 再以无水乙醇或无水乙醚洗涤, 自然干燥后使用。

4.6.3.2 锰标准贮备溶液, 50.00 μ g/mL。

分取 25.00 mL 锰标准贮备溶液(4.6.3.1)于 500 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 盐酸(4.4), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.4 铬标准贮备溶液

4.6.4.1 铬标准贮备溶液, 1.00 mg/mL。

称取 2.829 0 g 预先经 150 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 干燥并冷却至室温的重铬酸钾(>99.95%)于 250 mL 烧杯中, 加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.4.2 铬标准贮备溶液, 50.00 μ g/mL。

分取 25.00 mL 铬标准贮备溶液(4.6.4.1)于 500 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 盐酸(4.4), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.6.5 钛标准贮备溶液

4.6.5.1 钛标准贮备溶液, 0.50 mg/mL。

称取 0.500 0 g 金属钛(或海绵钛, >99.9%)于 100 mL 铂皿中, 加 10 mL 氢氟酸和 20 mL 硫酸(1+1)溶解, 加热蒸发至冒硫酸烟, 用水冲洗铂皿, 继续加热至冒硫酸烟使氟驱尽。冷却至室温, 加约

50 mL 水溶解盐类,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)洗净铂皿,洗液合并于容量瓶中,并用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。

4.6.5.2 钛标准贮备溶液,50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

分取 50.00 mL 钛标准贮备溶液(4.6.5.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.6.6 铜标准贮备溶液

4.6.6.1 铜标准贮备溶液,0.50 mg/mL。

称取 0.500 0 g 金属铜(>99.95%)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+1),低温溶解,加热煮沸,除去氮氧化物,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:必要时用硝酸预先除去金属铜表面的氧化物或碱式盐。

4.6.6.2 铜标准贮备溶液,50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

分取 50.00 mL 铜标准贮备溶液(4.6.6.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.6.7 磷标准贮备溶液

4.6.7.1 磷标准贮备溶液,0.50 mg/mL。

称取 2.196 8 g 预先经 105 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量并冷却至室温的磷酸二氢钾(>99.95%),用适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.6.7.2 磷标准贮备溶液,50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

分取 50.00 mL 磷标准贮备溶液(4.6.7.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.6.8 镍标准贮备溶液

4.6.8.1 镍标准贮备溶液,0.50 mg/mL。

称取 0.500 0 g 金属镍(>99.95%)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解,煮沸驱尽氮氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.6.8.2 镍标准贮备溶液,50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

分取 50.00 mL 镍标准贮备溶液(4.6.8.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.6.9 钇标准贮备溶液,200.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取 0.254 0 g 预先于 750 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 灼烧 30 min 并冷却至室温的氧化钇(>99.95%)于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.6.10 钛、铜、磷、镍混合标准贮备溶液,50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

分别移取 50.00 mL 钛、铜、磷、镍标准贮备溶液(0.50 mg/mL)于 500 mL 容量瓶中,加入 40 mL 盐酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

4.7 纯铁(>99.98%或分析元素含量已知)。

5 仪器

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

5.2 电感耦合等离子体(ICP)光谱仪

电感耦合等离子体(ICP)光谱仪应满足表 2 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 的方法进行。

表 3 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 2 推荐的性能参数

元 素	DL/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	BEC/($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD/%
Al	≤ 0.05	≤ 0.5	≤ 1.0
Ca	≤ 0.05	≤ 0.5	≤ 1.0
Mn	≤ 0.05	≤ 0.5	≤ 1.0
Cr	≤ 0.025	≤ 0.25	≤ 1.0
Ti	≤ 0.025	≤ 0.25	≤ 1.0
Cu	≤ 0.025	≤ 0.25	≤ 1.0
P	≤ 0.025	≤ 0.25	≤ 1.0
Ni	≤ 0.025	≤ 0.25	≤ 1.0

表 3 推荐的分析谱线

分析元素	波长/nm	可能的干扰谱线/nm
Al	394.401	
	396.152	
Ca	393.366	
	317.933	
Mn	257.610	
	279.827	
Cr	357.869	
	283.563	
Ti	334.941	Cr 334.932
	336.121	Ni 336.156
Cu	324.754	
	223.008	Ti 223.022
P	178.287	
	213.618	Cu 213.598
Ni	231.604	
	221.647	
Y	224.306	
	324.228	
	371.030	

6 试样

用于分析的实验室试样,按照 GB/T 4010 的要求制备成粒度小于 $125\ \mu\text{m}$ 的样品。

7 分析步骤

7.1 测定次数

每个试样至少进行 2 次独立分析。

7.2 试料量

称取 $0.500\ 0\ \text{g}$ (精确至 $0.000\ 2\ \text{g}$)试样。

7.3 空白试验

随同试料平行分析一个空白试验。

注：空白试验应使用适量纯铁(4.7)代替试样。试样中铁量在±5%范围内变化,对待测元素的光谱强度无显著影响。称取 0.12 g 纯铁,相当于试样含 24%的铁(硅量约 70%~75%左右)。根据试样的含铁量(或含硅量),可调整纯铁的称取量。例如,当硅量为 65%,可称取 0.15 g 纯铁(硅量约 65%~70%)。

7.4 测定

7.4.1 试料溶液的制备

将试料置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用少量水湿润,加 10 mL 硝酸(4.1),用塑料管小心滴加约 5 mL 氢氟酸(4.2),至激烈反应停止,加入 5 mL 盐酸(4.4),缓慢加热至试料溶解完全。加约 8 mL 高氯酸(4.3),低温加热至冒高氯酸烟,用水冲洗杯壁,继续低温加热冒烟至剩约 2 mL~3 mL 溶液。稍冷,加 20 mL 盐酸(4.5),加热溶解盐类,冷却至室温。将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。如用内标法测量,在稀释之前,加入 5.00 mL 钇标准溶液(4.6.9)。

注：高氯酸冒烟时应保持较低的温度(参考的温度为控制电炉表面温度 200 °C 左右),不能冒浓白烟,否则会造成铬的损失。

7.4.2 校准溶液的制备

用相当于试料中铁量的纯铁(4.7)代替试料,按照 7.4.1 操作,在最终稀释到 100 mL 以前,加入各分析元素的标准溶液(4.6)。

注 1: 铁含量在 20%~30% 硅铁的分析,可采用 0.12 g 纯铁代替试料(相当于试样含 24%的铁量,约 75%左右的硅量)。

注 2: 应考虑校准溶液所带人的其他元素或物质(如钾、硫酸等)对测量元素和内标元素的测量是否有影响,如果有影响,应在试样溶液和校准溶液中加入这些元素或物质至与这些元素或物质浓度最高的一个标准溶液相一致。

校准溶液为绘制分析元素校准曲线所需要的标准溶液,其浓度范围要覆盖所分析元素的浓度范围,每一校准曲线需要由 5 点(含 5 点)以上校准溶液组成,并成合适梯次。

为使校准溶液的离子浓度基本一致,某一校准溶液中各分析元素不应都是最高或最低的。

如果由于浓度过高使得校准曲线呈非线性,使用次灵敏线或者适当稀释试样溶液和校准溶液。

附录 C 为建议的校准曲线的溶液浓度。

注 3: 虽然 ICP 光谱测量线性范围较宽,当分析元素含量跨度较大时,仍建议高含量范围和低含量范围分段绘制校准曲线,这样有利于低含量元素的测量。

注 4: 如果只需要测量铝、钙、锰、铬、钛、铜、磷和镍等元素中的某一个或几个元素,可只配制需要测量的元素的混合校准溶液。

7.4.3 光谱仪的调节

开启 ICP 光谱仪,预热 1 h 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。

准备工作曲线绘制、测量及统计计算等软件。

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,稳定数分钟。

7.4.4 测量

7.4.4.1 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,校正溶液应和试验溶液同时制备。此种情况下的结果计算,按附录 B 规定进行。

7.4.4.2 试验溶液

校准溶液测量后,立即测量试验溶液,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。

8 结果计算

8.1 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)计算分析元素含量 w_{Me} 。

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

式中：

m ——试料质量,单位为克(g);

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

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

V ——校正和试验溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

注1: 如果发现存在光谱干扰,应按 8.2 规定进行修正。

注2: 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,相关系数大于 0.999。

注3: 如果使用校准曲线漂移校正程序后立即进行试样的分析,可以按附录 B 的规定操作。

8.2 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:

采用铁和分析元素“ i ”配制系列溶液对分析元素“ i ”绘制校准曲线。

采用分析元素“ i ”的校准曲线,用铁加干扰元素“ j ”配制系列溶液,采用分析元素“ i ”的校准曲线来测定干扰元素“ j ”对分析元素“ i ”的表观含量。

干扰元素“ j ”的实际含量(w_j)和干扰元素“ j ”对分析元素“ i ”的表观含量(w_{ij})两者之间的关系用最小二乘法计算。

$$w_{ij} = I_{ij} \cdot w_j + b \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

I_{ij} ——元素“ j ”对分析元素“ i ”中的光谱干扰系数;

b ——常数。

进行干扰元素修正时,每一元素含量,按式(3)计算,用质量分数表示。

$$w_i = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V}{m \times 10^6} \times 100 - \sum w_j I_{ij} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

m ——试料质量,单位为克(g);

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

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

w_j ——试样中干扰元素的质量分数,%;

I_{ij} ——干扰元素“ j ”对分析元素“ i ”的光谱干扰系数,相当于干扰元素 1% 时分析元素的质量分数,%;

V ——校正和试验溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

注: 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分析元素分析值标准偏差的 10 倍。如果修正值大于此数,该修正不适用于电感耦合等离子体原子发射光谱分析。

9 允许差

实验室内 2 次独立分析的结果应不大于表 4 所示允许差。

表 4 允许差

%(质量分数)

元素	范围	允许差	元素	范围	允许差
Al	0.01~0.025	0.003 0	Ca	0.01~0.025	0.003 0
	>0.025~0.05	0.005 0		>0.025~0.05	0.005 0
	>0.05~0.10	0.008 0		>0.05~0.10	0.008 0
	>0.10~0.25	0.010		>0.10~0.25	0.010
	>0.25~0.50	0.020		>0.25~0.50	0.020
	>0.50~1.00	0.030		>0.50~1.00	0.030
	>1.00~2.00	0.060		>1.00~1.50	0.045
	>2.00~3.00	0.15		>1.50~2.50	0.060
Mn	0.005~0.025	0.002 0	Cr	0.005~0.01	0.0020
	>0.025~0.05	0.004 0		>0.01~0.025	0.0030
	>0.05~0.10	0.008 0		>0.025~0.050	0.0040
	>0.10~0.25	0.010		>0.050~0.10	0.010
	>0.25~0.50	0.020		>0.10~0.25	0.015
	>0.50~1.00	0.030		>0.25~0.50	0.020
P	0.005~0.01	0.001 5	Cu	0.005~0.01	0.001 5
	>0.01~0.03	0.002 5		>0.01~0.03	0.002 5
	>0.03~0.05	0.003 0		>0.03~0.05	0.003 0
	>0.05~0.10	0.005 0		>0.05~0.10	0.005 0
Ni	0.005~0.01	0.001 5	Ti	0.005~0.01	0.001 5
	>0.01~0.03	0.002 5		>0.01~0.03	0.002 5
	>0.03~0.05	0.003 0		>0.03~0.05	0.003 0
	>0.05~0.10	0.005 0		>0.05~0.10	0.005 0

10 分析结果的表示

分析结果为 2 次独立分析结果的平均值,分析结果保留小数点后 2 位有效数字。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 实验室的名称和地址;
- b) 试验报告的签发日期;
- c) 本标准的标准号;
- d) 识别试样必要的细节;
- e) 分析结果;
- f) 结果的编号;
- g) 在测定过程中注意到的任何特性和本标准中没有规定的可能对试样和认证标准物质的结果产生影响的任何操作。

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。

使用式(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:

M ——分析曲线的斜率;

C_2 ——第二个参比溶液的浓度,比检测限高一级;

I_2 ——第二个参比溶液 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。

使用式(A.2)计算 DL:

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

式中:

DL——检测限,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

S_b ——是 10 次空白强度读数的标准偏差。

使用式(A.3)计算 BEC:

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

式中:

BEC——背景等效浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

从原始平均强度(I_3)与空白平均强度 I_b 的差值按式(A.4)计算参比溶液 3 的净平均强度(IN_3)。

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

式中 IN_3 是溶液 3(DL 的 1 000 倍)的净平均强度。

RSD 是元素浓度为 $1\,000 \times \text{DL}$ 参比溶液 3 的估计值。

按式(A.5)计算参比溶液 3($1\,000 \times \text{DL}$)的净强度相对标准偏差。

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

式中 S_3 是参比溶液 3 的 10 次强度读数的标准偏差。

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。

附 录 C
(资料性附录)
建议的校准曲线的溶液浓度

表 C.1 建议的校准曲线的溶液浓度

元素	1		2		3		4	
	浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	含量/ %	浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	含量/ %	浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	含量/ %	浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	含量/ %
Al	200.00	4.00	150.00	3.00	100.00	2.00	75.00	1.50
Ca	0.25	0.005 0	3.75	0.075	15.00	0.300	25.00	0.50
Mn	0.00	0	0.25	0.005	0.50	0.010	1.25	0.025
Cr	0.00	0	0.25	0.005	0.50	0.010	1.25	0.025
Ti	0.00	0	0.25	0.005	0.50	0.010	1.25	0.025
Cu	0.00	0	0.25	0.005	0.50	0.010	1.25	0.025
P	0.00	0	0.25	0.005	0.50	0.010	1.25	0.025
Ni	0.00	0	0.25	0.005	0.50	0.010	1.25	0.025
	5		6		7		8	
Al	50.00	1.00	37.50	0.750	25.00	0.50	15.00	0.30
Ca	35.00	0.70	50.00	1.00	5.00	0.10	0.50	0.010
Mn	2.50	0.050	3.75	0.075	5.00	0.10	15.00	0.30
Cr	2.50	0.050	3.75	0.075	5.00	0.10	15.00	0.30
Ti	2.50	0.050	3.75	0.075	5.00	0.10	7.50	0.15
Cu	2.50	0.050	3.75	0.075	5.00	0.10	7.50	0.15
P	2.50	0.050	3.75	0.075	5.00	0.10	7.50	0.15
Ni	2.50	0.050	3.75	0.075	5.00	0.10	7.50	0.15
	9		10		11		12	
Al	5.00	0.10	3.75	0.075	2.50	0.050	1.25	0.025
Ca	1.50	0.030	2.50	0.050	75.00	1.50	100.00	2.00
Mn	25.00	0.50	35.00	0.70	50.00	1.00	75.00	1.50
Cr	25.00	0.50	35.00	0.70	0	0	0	0
Ti	0	0	0	0	0	0	0	0
Cu	0	0	0	0	0	0	0	0
P	0	0	0	0	0	0	0	0
Ni	0	0	0	0	0	0	0	0
	13							
Al	0.50	0.010						
Ca	150.00	3.00						
Mn	0	0						
Cr	0	0						
Ti	0	0						
Cu	0	0						
P	0	0						
Ni	0	0						

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

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

打印日期: 2009年11月27日