

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3343—2012

### 不锈钢中锰、磷、硅、铬、镍、铜、钼和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of manganese, phosphorus, silicon, chromium, nickel, copper, molybdenum, and titanium in Stainless steel—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施



中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局

发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王国新、许玉宇、王慧、刘烽、吴广宇、朱嘉宇。

# 不锈钢中锰、磷、硅、铬、镍、铜、钼和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

## 1 范围

本标准规定了不锈钢中锰、磷、硅、铬、镍、铜、钼和钛元素的电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定方法。

本标准适用于碳含量不大于0.20%的不锈钢中锰、磷、硅、铬、镍、铜、钼和钛元素含量的测定。测定范围见表1。

本标准测定的硅为酸溶硅。

表1 测定元素含量范围

元素	含量范围(质量分数) %	元素	含量范围(质量分数) %
Mn	0.01~10	Ni	0.01~30
P	0.003~0.25	Cu	0.01~5
Si	0.01~2	Mo	0.01~5
Cr	0.02~30	Ti	0.01~1

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

## 3 方法提要

试样用盐酸-硝酸混合酸溶解,冷却后加入钇内标元素,稀释至确定体积,将试样溶液导入等离子体原子发射光谱仪中于相应元素波长处测量其发射强度,计算待测元素分析线发射强度与内标线发射强度的比值,根据标准曲线确定待测元素的含量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 高纯铁(铁含量 $>99.98\%$ )。
- 4.2 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。
- 4.3 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 丙酮。
- 4.6 稀王水:硝酸、盐酸和水以1+3+6体积比稀释。
- 4.7 铁基体溶液(10 000 mg/L)

称取1 g高纯铁(4.1)(精确至0.01 g)于250 mL烧杯中,加入40 mL盐酸(4.2),盖上表面皿,低温溶解,冷却至室温。用少量水冲洗表面皿,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。

- 4.8 锰、磷、硅、铬、镍、铜、钼、钛和钇单元素标准储备溶液(1 000 mg/L或500 mg/L),可直接购买市售国家有证标准物质或按GB/T 602进行配制。
- 4.9 钇内标溶液(100 mg/L):用移液管准确移取适量钇标准储备溶液(4.8)至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

## 5 仪器与设备

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。仪器应能提供稳定的等离子体炬焰。仪器的工作条件及各元素的分析线波长参见附录A。
- 5.2 分析天平:精度为0.1 mg。
- 5.3 电热板。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品处理

称取0.1 g(精确至0.1 mg)按GB/T 20066制取的分析试样于100 mL烧杯中,加入10 mL稀王水(4.6),置于电热板上加热溶解。待试料充分溶解后冷至室温,转移至100 mL容量瓶中并加入10 mL 100 mg/L的钇内标溶液(4.9),用水稀释至刻度,混匀,待测。

### 6.2 空白试验

称取0.1 g(精确至0.1 mg)高纯铁(4.1),随同试料进行空白试验。

### 6.3 标准溶液系列的配制

移取一定量的标准储备溶液(4.8),经逐级稀释,配制成不同浓度的系列混合标准溶液。同时移取相同量的铁基体溶液(4.7)和钇内标溶液(4.9),使系列混合标准溶液中均含有相同浓度的铁基体和钇内标溶液,配制结果参见附录B。

### 6.4 测定

参见附录A的仪器工作条件测定标准溶液系列,根据各元素的发射强度与钇内标的发射强度比值和对应元素的浓度绘制标准曲线。标准曲线的线性相关系数应不小于0.999。采用相同的仪器工作条件测定空白溶液和试料溶液,根据标准曲线确定其中被测元素的浓度。

## 7 分析结果的计算

各元素含量以质量分数计,按式(1)计算。

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$X$  ——各元素含量(质量分数),%;

$c_i$  ——试料中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$c_0$  ——试料空白的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  ——试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果取两次平行试验的平均值,磷元素保留到小数点后三位,其他元素保留到小数点后两位。

## 8 精密度

由 9 个实验室对 6 个水平的试样进行了精密度试验,结果见表 2。

表 2 精密度 %

元素	水平范围	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Mn	0.57~4.76	$r=0.030\ 2m+0.003\ 9$	$R=0.070\ 3m+0.000\ 3$
P	0.013~0.031	$r=0.072\ 5m$	$R=0.003\ 1$
Si	0.23~0.67	$r=0.028\ 6m+0.008\ 4$	$R=0.098\ 6m+0.000\ 8$
Cr	4.04~25.90	$r=0.007\ 6m+0.112$	$\lg R=0.585\lg m-0.973$
Ni	4.54~22.43	$r=0.309\ 1$	$R=0.037\ 0m+0.114\ 8$
Cu	0.03~0.20	$r=0.068\ 9m+0.000\ 3$	$R=0.118\ 4m-0.001\ 1$
Mo	0.00~3.09	$r=0.039\ 8m+0.003\ 4$	$R=0.056\ 6m+0.011\ 8$
Ti	0.00~0.35	$r=0.057\ 4m+0.000\ 3$	$R=0.150\ 1m+0.001\ 4$

附录 A  
 (资料性附录)  
 推荐仪器工作条件

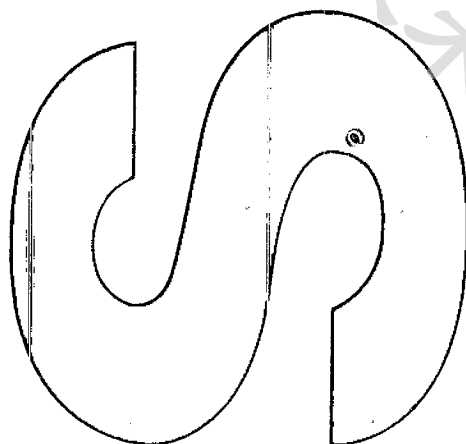
表 A.1 仪器工作条件

射频功率 W	观测高度 mm	雾化气压力 MPa	辅助气流量 L/min	冷却气流量 L/min	泵速 r/min
1 150	12.0	0.2	0.5	15	50

表 A.2 分析谱线波长

单位为纳米(nm)

Mn	P	Si	Cr	Ni	Cu	Mo	Ti	Y
257.610	178.284	251.611	357.869	231.604	327.396	202.030	337.280	371.030



**附录 B**  
(规范性附录)  
**混合标准溶液系列**

表 B.1 混合标准溶液系列

单位为毫克每升(mg/L)

元素	Mn	P	Si	Cr	Ni	Cu	Mo	Ti	Fe	Y
S <sub>0</sub>	0	0	0	0	0	0	0	0	700	10
S <sub>1</sub>	10	—	—	1	300	—	—	10	700	10
S <sub>2</sub>	20	0.01	—	10	200	0.1	0.1	5	700	10
S <sub>3</sub>	50	0.05	0.1	50	150	1	10	1	700	10
S <sub>4</sub>	100	0.1	1	100	100	5	20	0.1	700	10
S <sub>5</sub>	1	0.5	5	150	50	10	50	—	700	10
S <sub>6</sub>	—	1	10	200	10	20	5	—	700	10
S <sub>7</sub>	—	2.5	20	300	1	50	1	—	700	10

