

ICS 77.100

CCS H 11

YB

# 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4174.1—20XX

代替 YB/T 4174.1-2008

## 硅钙合金分析方法 第1部分：铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Analytical methods for silicon-calcium alloys—Part 1: Determination of aluminum content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(报批稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 YB/T 4174.1-2008《硅钙合金 铝含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》。与 YB/T 4174.1-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了规范性引用文件（见第2章）；
- b) 增加了混合熔剂、碳酸钙（见 5.1、5.2）；
- c) 删除了钙基体溶液（见 2008 年版的 4.9）；
- d) 试验器皿增加了聚四氟乙烯烧杯（见 5.12）；
- e) 修改了校准曲线溶液的配制（见 7.4，2008 年版的 8.6）；
- f) 增加了结果的表示（见 9.2）；
- g) 增加了规范性附录 B。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国生铁及铁合金标准化技术委员会（SAC/TC318）归口。

本文件起草单位：首钢股份公司迁安钢铁公司、广东韶钢松山股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本文件主要起草人：孙茂林、李保海、张广治、王贵玉、张希静、庞振兴、周邦连、闫丽、顾红琴、徐佳、刘正华、金伟、钟寿军、杜士毅、孙娟、邢文清、刘佳、阚秀艳、彭萍萍、刘连成、卢春生、张晨。

本文件于 2008 年首次发布，本次为第一次修订。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

# 硅钙合金分析方法 第1部分：铝含量的测定

## 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未提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

本文件规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅钙合金中铝含量的方法。

本文件适用于硅钙合金中铝含量的测定，测定范围(质量分数)：0.10%~5.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试料用硝酸、氢氟酸分解，经过高氯酸冒烟，用盐酸溶解盐类，过滤残渣灼烧后用混合熔剂熔融，盐酸浸出熔融物与主液合并，并导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在所推荐的波长处，测定铝元素的发射光强度，以此计算铝的质量分数。

### 5 试剂与材料

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 混合熔剂，取两份无水碳酸钠与一份硼酸研磨，混匀。

5.2 碳酸钙，纯度 99.9%。

5.3 硝酸， $\rho$  约 1.42 g/mL。

5.4 氢氟酸， $\rho$  约 1.15 g/mL。

5.5 高氯酸， $\rho$  约 1.67 g/mL。

5.6 盐酸， $\rho$  约 1.19 g/mL。

5.7 硝酸，1+1。

5.8 盐酸，1+4。

5.9 盐酸，1+99。

5.10 氢氧化钠溶液(200 g/L)，称取20g氢氧化钠用水溶解后稀释至100 mL。

5.11 铁基体溶液, 4 mg/mL。

称取0.40 g纯铁粉(纯度99.98%), 置于100 mL烧杯中, 加入15 mL硝酸(5.7), 低温加热至完全溶解后移入100 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

亦可直接使用市售有证铁标准溶液。

5.12 铝标准溶液, 1 mg/mL。

称取1.000 g金属铝(质量分数大于99.99%), 置于500mL聚四氟乙烯烧杯中, 加氢氧化钠溶液30 mL(5.10)在水浴中加热至完全溶解。加水100 mL, 立即滴加盐酸(5.8)至溶液呈酸性并过量25 mL, 冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液1 mL含1 mg铝。

亦可直接使用市售有证铝标准溶液。

## 6 仪器与设备

分析中, 除使用通常的实验室仪器、设备外, 还使用电感耦合等离子原子发射光谱仪, 配备溶液雾化进样系统。仪器经优化后应满足以下条件:

### 6.1 一般要求

按制造商的建议和实验室定量分析操作来初始调节电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 6.2 光谱仪的最小实际分辨率

计算分析线的带宽, 带宽须小于0.030 nm。

### 6.3 分析线及仪器参数

不规定分析线及仪器参数, 推荐采用分析线A1396.152 nm。

### 6.4 检出限(DL)、背景等效浓度(BEC)和短时精密度(RSDN)

按照附录A的定义及公式计算检出限、背景等效浓度及短时精密度。

### 6.5 校正曲线的线性

曲线通过相关系数来检验, 相关系数应大于0.999。

## 7 取制样

按照GB/T 4010的规定进行试样的采取和制备, 试样应全部通过0.125 mm筛孔。

## 8 分析步骤

### 8.1 测定次数

对同一试样, 至少独立测定2次。

### 8.2 试料

称取0.200 g试样, 精确至0.0001 g。

### 8.3 空白试验

对同试料进行空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶。

#### 8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

#### 8.5 测定溶液的制备

将试料(8.2)置于铂金皿或聚四氟乙烯烧杯中加入5 mL硝酸(5.3)，逐滴加入5 mL氢氟酸(5.4)至溶液反应停止，加入5 mL高氯酸(5.5)，加热至冒高氯酸烟近干，取下冷却。用少量水冲洗杯壁，加入10 mL盐酸(5.6)，加热溶解可溶性盐类，冷却至室温。用慢速定量滤纸过滤溶液，用热稀盐酸(5.9)冲洗杯壁及滤纸5~6次，将滤液(主液)盛于250 mL烧杯内。将残渣与滤纸置于铂坩埚内，低温干燥、碳化，在950℃下进行灰化灼烧，冷却后，加1.0 g混合熔剂(5.1)与残渣混合，再覆盖0.5 g混合熔剂(5.1)，在高温炉中于1000℃下熔融10 min。取出坩埚冷却，擦净坩埚外壁，将坩埚放入装有50 mL盐酸(5.8)的烧杯中浸出熔体并溶解，将此溶液与主液合并，冷却至室温，将试液移至200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

#### 8.6 校准曲线溶液的配制

8.6.1 移取0, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 5.00 mL, 10.00 mL铝标准溶液(5.12)于一组200 mL容量瓶中。

8.6.2 分别称取6份0.1500 g碳酸钙(5.2)，加1.0 g混合熔剂(5.1)混合，再覆盖0.5 g混合熔剂(5.1)，在高温炉中于1000℃下熔融10 min。取出坩埚冷却，擦净坩埚外壁，将坩埚放入装有50 mL盐酸(5.8)的烧杯中浸出熔体并溶解，分别转移至8.6.1的200 mL容量瓶中，加入5 mL铁基体溶液(5.11)，加入10 mL盐酸(5.6)，用水稀释至刻度，混匀。

#### 8.7 测定

8.7.1 启动电感耦合等离子体原子发射光谱仪，设置参数使仪器最优化。

8.7.2 于分析线波长处，测量校准曲线溶液(8.6)的光谱强度，以铝浓度为横坐标，铝的光谱强度为纵坐标，绘制校准曲线。将测定溶液(8.5)与校准曲线溶液(8.6)同时进行测定，从校准曲线上得到相应的铝含量。

### 9 分析结果的表示

#### 9.1 结果的计算

按式(1)计算铝的质量分数 $\omega(Al)$ ，以质量百分数(%)表示：

$$\omega(Al) = \frac{(C - C_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C$ —从校准曲线上得到分析溶液中铝的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$C_0$ —从校准曲线上得到空白溶液中铝的浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V$ —试料溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$m$ —试料的质量，单位为克(g)。

#### 9.2 结果的表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于实验室内允许差，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于实验室内允许差，则按照附录 B 的规定追加测量次数并确定分析结果。

数值修约按GB/T 8170的规定执行，所得结果保留至小数点后2位。

## 10 允许差

分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差

% (质量分数)

铝含量	允许差
0.10~0.50	0.05
>0.50~2.00	0.10
>2.00~5.00	0.15

## 11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 样品标识、实验室名称和试验日期；
- b) 引用文件的编号；
- c) 结果与表示形式；
- d) 测定中发现的异常现象；
- e) 在测定过程中注意到的任何异常特性和本文件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)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪性能试验

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电感耦合等离子体原子发射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,但电感耦合等离子体原子发射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)。对于试样溶液中元素浓度高于 $5000 \times DL$ ,RSD是唯一需要评价的性能参数。

铝元素建议的检测限见表 A.1。

表 A.1 建议的检测限

元 素	DL μg/mL
铝	≤0.05

A.2 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 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, 1000 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。

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

式中:

M——分析曲线的斜率;

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

$I_2$ ——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( $\mu\text{g/mL}$ )。

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

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):

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

式中：

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

按式(A.4)从原始平均强度( $I_3$ )与空白平均强度 $I_b$ 的差值来计算1000倍检测限溶液的净平均强度( $IN_3$ )，如下：

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

式中：

$I_3$ ——1000倍检测限溶液10次原始强度读数的平均值。

按式(A.5)计算1000倍检测限溶液的净强度相对标准偏差。

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

式中：

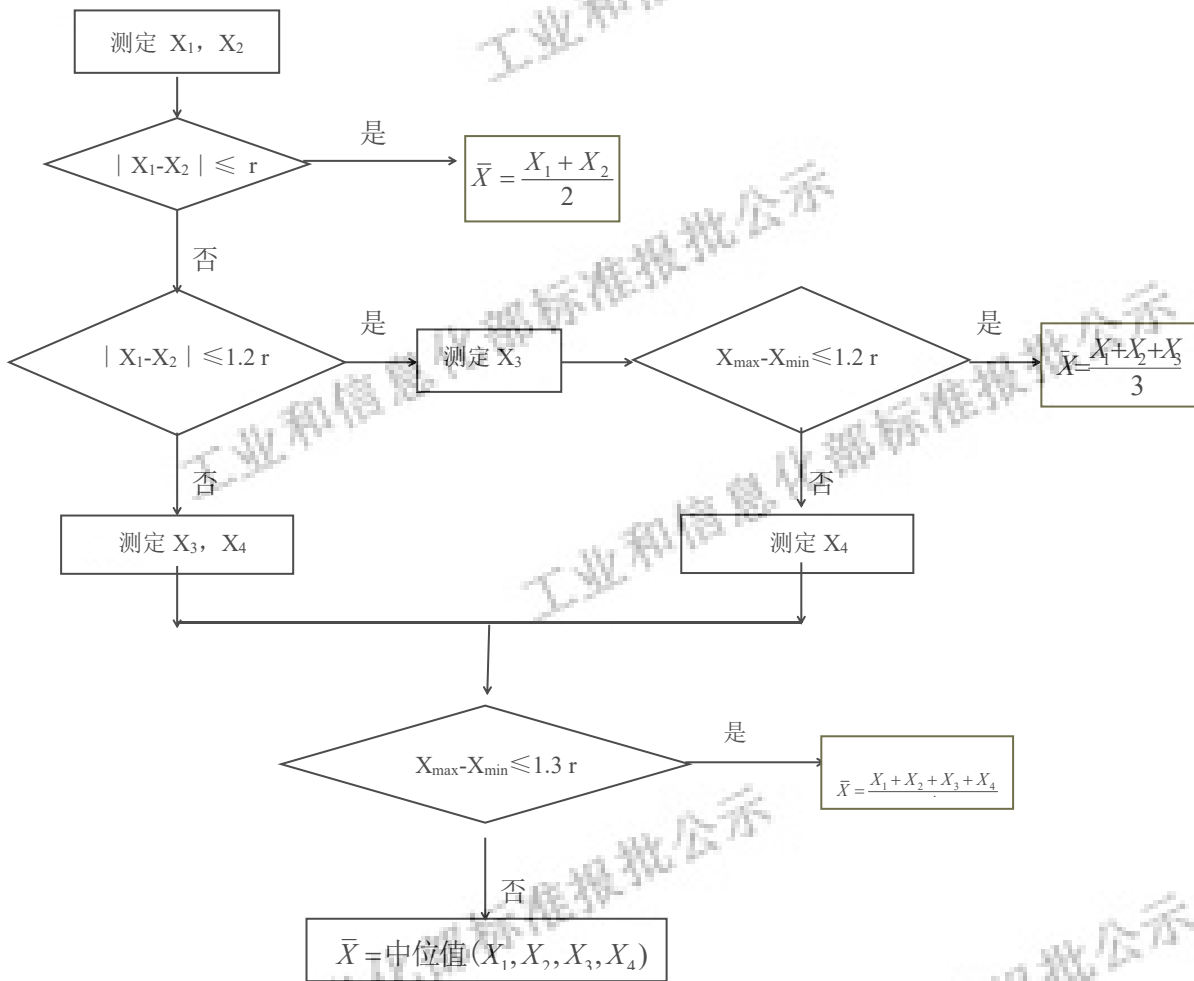
$S_3$ ——1000倍检测限溶液的10次强度读数的标准偏差；

$RSDN_{\min}$ ——元素浓度为 $1000 \times DL$ 溶液的估计值。

附录 B  
(规范性)

试验分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图见图 B.1。



注：r 为实验室内允许差。

图B.1 试样分析结果接受程序流程图