



**ASTM E415-21**

**碳素钢和低合金钢火花源原子发射光谱  
分析标准试验方法<sup>1</sup>**

**Standard Test Method for Analysis of Carbon and  
Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission  
Spectrometry**

**中文版**

ASTM 美国材料试验协会

## 免责声明

本书的官方版本为英文，本书涵盖的内容仅为可用的最佳译文或工作副本。不为由翻译不准确或遗漏而导致的直接或间接损失承担责任。如有任何争议，一切以原文为准。

特殊资料，不能退货，请多谅解。

**内部资料 仅供参考**

本国际标准是根据国际公认的标准化原则制定的。该标准化原则在世界贸易组织技术性贸易壁垒 (TBT) 委员会发布的《国际标准, 指南及建议制定原则》中的决议予以确立。



标号: E415-21

## 碳素钢和低合金钢火花源原子发射光谱 分析标准试验方法<sup>1</sup>

本标准是以固定代号E415 发行的; 其后的数字表示原文本正式通过的年号; 在有修订的情况下, 为最后一次的修订年号。括号中数字为最后一次重新确认的年号。年号右上角有(e)的, 表示自最后一次修订或确认之后编辑上有所改动。

### 1. 范围

1.1 本试验方法包括了通过火花源原子发射光谱法来同时测定碳素钢和低合金中的20种合金和残余元素, 各元素质量分数范围如下所示(注1)。

元素	浓度范围, %	
	适用范围, 质量分数% <sup>A</sup>	定量范围, 质量分数% <sup>B</sup>
铝	0~0.093	0.006~0.093
铈	0~0.027	0.006~0.027
砷	0~0.1	0.003~0.1
硼	0~0.007	0.0004~0.007
钙	0~0.003	0.002~0.003
碳	0~1.1	0.02~1.1
铬	0~8.2	0.007~8.14
钴	0~0.20	0.006~0.20
铜	0~0.5	0.006~0.5
铅 <sup>C</sup>	0~0.2	0.002~0.2
锰	0~2.0	0.03~2.0
钼	0~1.3	0.007~1.3
镍	0~5.0	0.006~5.0
铌	0~0.12	0.003~0.12
氮	0~0.015	0.01~0.055
磷	0~0.085	0.006~0.085
硅	0~1.54	0.02~1.54
硫	0~0.055	0.001~0.055

<sup>1</sup> 本试验方法由 ASTM 金属、矿石和相关材料化学分析 E01 委员会所管辖, 并由铁、钢和铁合金 E01.01 分委员会直接负责。

现版本 2021 年 10 月 1 日批准, 2021 年 11 月出版。最早出版的为 1971 年批准。前一版本于 2017 年批准其为 E415-17。DOI:10.1520/E0415-21。

锡	0~0.061	0.005~0.061
钛	0~0.2	0.001~0.2
钒	0~0.3	0.003~0.3
锆	0~0.05	0.01~0.05

<sup>A</sup> 适用范围依照指南E17653, 结果报告依照规程E1950。

<sup>B</sup> 定量范围依照规程E1601。

<sup>C</sup> 新增元素, 参见15.4和表3。

注1—列出的元素的质量分数范围已经通过标准物质的协同测试<sup>2</sup>进行了确定。

**1.2** 本试验方法包括了直径大小足够盖住和密封火花架开口的镗孔的试样分析方法。根据光度计试样架的设计情况, 试样的厚度可有很大不同, 但已发现介于10mm 和38mm之间的某一厚度是最适合的。

**1.3** 本方法包括了钢铁冶炼过程中的常规控制分析以及已加工材料的分析。适用于铸态和锻轧样品的分析。当标准样品与试样具有相同的冶金条件和成分时, 可获得较好的测试效果。然而, 对于本标准的所有应用, 这是不需要的。

**1.4** 本标准并没有完全列举所有的安全声明, 如果有必要, 根据实际使用情况进行斟酌。使用本规范前, 使用者有责任制定符合安全、健康和环保要求的条例和规范, 并明确该规范的使用范围。

**1.5** 本国际标准是根据国际公认的标准化原则制定的。该标准化原则在世界贸易组织技术性贸易壁垒 (TBT) 委员会发布的《国际标准, 指南及建议制定原则》中的决议予以确立。

## 2. 引用文件

### 2.1 ASTM 标准:<sup>3</sup>

E29 使用试验数据中的有效数字以确保规范一致性的标准规程

E135 金属、矿石及相关材料的分析化学的有关标准术语

E305 确定和控制原子发射光谱化学分析曲线的规程

E350 碳素钢、低合金钢、硅电炉钢、铁锭和熟铁的化学分析的试验方法

E406 光谱化学分析中大气的监测规程

E691 开展实验室之间研究以确定试验方法精密度的标准规程

E1019 用燃烧和熔融法测定钢与铁、镍及钴合金中碳、硫、氮和氧含量的试验方法

<sup>2</sup> 支持数据已经归档在 ASTM 国际总部, 通过申请研究报告 RR:E01-1122.可获得这些支持术语。发邮件给 [service@astm.org](mailto:service@astm.org) 联系 ASTM 客户服务部门。

<sup>3</sup> 对于参照的 ASTM 标准, 请查看 ASTM 网站 [www.astm.org](http://www.astm.org), 或联系 ASTM 客户中心, 邮件: [service@astm.org](mailto:service@astm.org)。对于 ASTM 标准卷册的信息, 参看 ASTM 网站的标准文件摘录页。

E1329 光谱化学分析中控制图表的验证和使用规程（2019年撤回）<sup>4</sup>

E1601 评估一种分析方法的实验室间研究的实施规程

E1763 化学分析方法的实验室间试验结果的解释和使用标准指南(2015年撤回)<sup>4</sup>

E1806 钢铁抽样确定化学成分的标准惯例

E1950 对化学分析方法得出的分析结果进行报告的标准惯例

E2972 金属，矿石和其它相关材料用室内标准材料的生产，试验和数值评估指南

## 2.2 其他ASTM文件：<sup>5</sup>

ASTM MNL 7 数据的说明和控制图的分析

## 3. 术语

3.1 定义——本标准中使用的术语定义请参照术语E135。

## 4. 方法概述

4.1 在圆盘试样的平坦、磨光的表面与圆锥形的电极之间产生电容放电。放电会在选定的铁谱线强度预定的积分时间或在预定时间停止，记录分析线的相对辐射能。砷、硼、碳、氮、磷、硫和锡的最敏感线位于真空紫外线区域。该区域内空气对辐射的吸收通过分光计排气或使用一种真空紫外线（VUV）透明气体和使用氩气冲洗火花箱来克服。

## 5. 重要性和使用意义

5.1 该金属和合金光谱分析方法主要用于测试符合成分规范的材料。人们认为本分析方法的使用者应为能熟练而安全地进行实验室常规试验的分析师。分析将会有适当仪器装备的实验室内进行。

## 6. 仪器

6.1 取样装置：

6.1.1 有关液体和固体钢铁取样装置和操作规程，请参照规程E1806。

6.2 激发源，其电参数能为样品提供电火花，具体细节见11.1。

6.3 火花室，使用氩气自动冲洗。火花室应直接装在分光计上，并且应有一个可固定试样和棒状下电极的火花架。

<sup>4</sup> 可从 [www.astm.org](http://www.astm.org) 网站上参考历史标准的审批版本。

<sup>5</sup> ASTM 系列手册，ASTM 国际标准，第 8 版，2010。

**6.3.1** 遵照制造厂的建议来清洗火花源激发室（在持续操作过程中，清洗通常每24h进行一次）。遵照制造厂的建议来清洗入射透镜和入射窗（控制样品数据或其它基准样本强度数据可以典型地指明何时有必要进行清洗）。

**6.4** 光谱线——表1列出了可用于碳钢和低合金钢的光谱线和内标。对所列元素中的每一种元素，分光计必须能够测量至少所列光谱线中的其中一条。可使用除了表1内所列之外的光谱线，前提是假如可从实验上表明可获得等效精度和准确度。

**6.5** 测量系统，分光计，能将光强度转变成可测量的光信号。测量可包含以下配置的其中之一：

**6.5.1** 一个光电倍增管（PMT）阵列具有多个电压调节器，电容器（电容器内储存了每个光电倍增管的输出），一个电压测量系统（为直接或间接指示电容器上的电压），和必要的开关装置（以提供要求的操作顺序）。

**6.5.2** 一个半导体探测器阵列（CCD或CMOS），像素选择电子器件以重置像素，同时将各个的电压传输到探测器阵列的一个或多个输出端口，同时一个电压测量系统以显示前述输出端口的电压。

**6.5.3** 一种使用光电倍增管和半导体阵列的混合集成电路设计。

**6.6** 光程——如果仪器使用一种VUV透明气体来操作，检查制造商推荐气体的纯度。可能有必要使用一个气体净化系统，该气体净化系统包含一个循环泵和一个净化器以保持O<sub>2</sub> (g) 残余量<500 ng/g，同时H<sub>2</sub>O (g) 残余量l <1 μg/g，同时清除了氮气和烃类化合物杂质。如果该仪器使用一个真空泵，应能保持真空为3.33 Pa (25 μm Hg)或更低。

:注2—置换率≥0.23 m<sup>3</sup>/min (8 ft<sup>3</sup>/min) 的泵通常是足够的。

**6.7** 气体系统，包括氩气压力和流量调节装置。自动时序控制部分，能改变氩气给定时间段给定流速下的气流量。流量可手动或自动设置，氩气系统应依照操作规程E406。

## 7. 试剂和材料

**7.1** 对电极——对电极可为银棒或钨棒或其他材料，前提条件是这些材料能试验证明可获得等效的精密度和偏差。棒的直径为1.5mm~6.5mm（取决于仪器的设计）并且一般顶角加工成90°或120°。

**7.1.1** 黑色沉积物会在电极的顶端堆积，位于试样间的黑色沉积物应给予清除（一般用钢丝刷）。如果没有清除，沉积物可降低光谱辐射的总体强度或在试样间传递微量的污染物。仪器间电极上可接受的激发次数有所不同并且应在每个实验室内确定。

注3—据报道，在有必要更换对电极前，可在钨棒电极上进行数千次的激发。

7.2 惰性气体，氩气，依照规程E406。

## 8. 参考物质

8.1 有证参考物质(CRMs)——这些物质可从国家标准与技术协会(NIST)和其他来源获得并且覆盖了所有或部分在1.1中列出的质量系数范围。他们被用来校准分光计来分析测试元素或验证试验方法效果。不推荐使用CRM来作为控制样品，或用于确立化学测量过程的重复性。

注4—由NIST制造的有证参考物质的商标标记带名称“标准参考物质”。

8.2 参考物质(RM)——这些物质可从多个供应商处获得，或可在室内获得。参考物质通常用于控制程序(控制样品)和分光计的漂移校正(校准)，它们可用于校准。这些参考物质应是均匀的，同时包含适合于预期用途的合适质量分数的每一种元素。您自身参考物质的生产参考指南E2972。

8.3 几个方面可能影响CRM和RM的选择和使用。

8.3.1 样品和参考物质可显示不同的冶金结构，特别是具有不同的尺寸，组成成分，和夹杂物分布。不均匀的夹杂物分布可在夹杂物内可找到的元素测量的重复性变得恶化。在强度积分之前，在预激发期间步骤期间可清除一些夹杂物，这导致较低结果。可使用典型样品来测定各次测量的重复性，以获得与实际样品性能相一致的评估值。

8.3.2 对某些元素，不能获得冶金结构与典型样品类似的参考材料。因此，校准可以有偏见的。建议验证使用按试验方法E350和E1019分析的典型样品所得的结果的有效性。

## 9. 试样和标准样品的制备

9.1 试样和标准样品的制备方式必须相同。从较大样品部分切割的试样尺寸和厚度不需足以用来准备试样并且与分光计支架适当配合。厚度为10 mm~38-mm 的试样通常最为实用。

9.2 确保试样在测量区内无空洞或凹痕(见注5)。先用50~80号粒度的砂带或磨料盘(干法或湿法)研磨表面。如果采用湿法研磨，最后使用干砂带或磨料盘研磨。最后的研磨可能需要较细粒度的研磨介质(例如，120粒度)，但不是必要的。

注5—试样不要有孔隙因为孔隙会导致不适当的“扩散型”而非想要的“集中型”放电。试样表面应保持洁净因为试样是电子发射体，油性和脏污的表面会阻止电子发射。

9.2.1 标准样品和试样在相同区域被再次激发前，需在干燥的砂带机上重新抛光。

## 10. 仪器的准备

注6—本试验方法中给出的仪器适用于大多数分光计；然而，某些设置或调整可能需要修改，并且可能需要附加的仪器准备步骤。规定仪器准备的小细节不在ASTM 试验方法范围内，仪器准备不仅对每个制造厂不同，而且对相同制造厂的不同设备也是不同的。有关特定分光计操作的描述和更多细节，请参照制造厂的手册。

**10.1** 对分光计变成，以使用内标线和表1中列出的每个元素的一条分析线。根据质量分数范围和每个分光计软件的具体情况，一个规定的元素（例如，镍）可使用多条分析线。

**10.2** 检查分光计入射狭缝的位置来确保峰值辐射进入分光计室，该检查应首先进行并且视需要随时进行来维持入射狭缝的适当对齐。遵照制造厂推荐的方法。实验室将根据仪器性能来确定对准定位的频次。

**10.3** 出射狭缝定位和对准通常由制造厂在分光计装配的时完成。在正常情况下，是不需要进一步对出射狭缝进行对准的（注7）。

注7—根据以下因素来确定出射狭位置的定位或检查频次和方式。分光计类型、遇到的各种分析问题以及使用频次。每个实验室都应制定适当的检查程序。

## 11. 激发和曝光

### 11.1 电参数：

**11.1.1** 激发参数通常由分光计制造商确定。以下范围为历史性指南并且更新型仪器可能与此不同。

#### 触发电容器放电

电容量, $\mu\text{F}$	10~15
电感, $\mu\text{H}$	50~70
电阻值, $\Omega$	3~5
电位, V	940~1000
电流A,r-f	0.3~0.8
放电次数	60

**11.1.2** 当参数值确定时，小心地维持他们。电源电压变化应 $\leq\pm 5\%$ ，最好保持在 $\pm 2\%$ 以内。

**11.1.3** 启动电路——发生器电路参数应能均匀地触发电容放电，以下设定为历史性指南并且新型仪器可能与此不同：

容量, $\mu\text{F}$	0.0025
电感, $\mu\text{H}$	残余
电阻, $\Omega$	2.5
峰值电压, V	18000



表1 内标线和分析线

元素	波长, $\lambda$ , nm	谱线等级 <sup>A</sup>	可能干扰 <sup>B</sup>
铝	396.15	I	Mo
	394.40	I	V, Mn, Mo, Ni
	308.22	I	V, Mn
镨	217.6	I	Ni, Nb, Mn, W
砷	189.04	I	V, Cr
	197.20	I	Mo, W
	193.76	I	Mn
硼	345.13	II	
	182.64	I	S, Mn, Mo
	182.59	I	W, Mn, Cu
钙	393.37	II	
	396.85	II	Nb
碳	165.81	I	Cr
	193.09	I	Al
铬	312.26	II	V
	313.21	II	
	425.44	I	
钴	298.92	II	Mn, V, Ni, Nb, Mo
	267.72	II	Mn, Mo, W
	345.35	I	Cr, Mo
铜	228.62	II	Ni, Cr
	258.03	II	Fe, Mn, W
	212.3	II	Si
铁 (IS)	324.75	I	Mn, Nb
	327.40	I	Nb
	224.26	II	W, Ni
	213.60	II	Mo, Cr
	510.55	I	W
	136.14	II	
	157.40	II	
	172.24	II	
	174.28	II	
	179.34	I	
	182.88	II	
	205.13	I	
	216.20	I	
	217.81	I	
	218.65	II	
	226.76	II	
	235.12	II	
	239.15	I	
	277.21	I	
	281.33	I	
	285.18	I	
	296.69	II	
	297.05	I	
	299.95	I	
	300.81	I	
	303.74	I	
	304.76	I	
	305.91	I	
	316.79	I	
	517.16	I	
321.33	II		
487.21	I		
458.38	II		
413.70	I		
410.75	I		
383.63	I		
363.83	I		
339.93	I		
328.68	I		
308.37	I		
282.33	I		
249.59	I		

表 1 (续)

元素	波长, $\lambda$ , nm	谱线等级 <sup>A</sup>	可能干扰 <sup>B</sup>
	226.76	II	
	218.65	II	
	216.20	I	
	193.53	II	
	190.48	I	
	187.75	II	
	149.65	II	
	271.44	II	
	273.07	II	Co
	492.39	I	
铅	405.75	I	Mn
锰	293.31	II	Cr, Mo, Ni
	255.86	II	Zr
	263.82	II	Al, W
钼	379.83	II	Mn
	202.03	II	
	277.54	I	Cu, V, Co, Mn
	281.61	II	Mn
	386.41	I	V, Cr
镍	471.44	I	
	227.73	II	
	341.48	I	
	352.45	I	
	231.60	II	Co, Ti
	227.02	II	Nb, W
	243.79	II	Co, Fe, Ni
铌	313.08	II	Ti, V
	319.50	II	Mo, Al, V
氮	149.26	I	Fe, Ti, Si, Mn, Cu, Ni 和氮化物形成元素, 例如 Ti
磷	178.29	I	Mo
硅	288.16	I	Mo, Cr, W
	251.61	I	Fe, V
	212.41	I	Mo, Ni, V, Cu, Nb
	390.55	I	Cr, Cu, W, Ti
硫	180.73	I	Mn
锡	147.52	II	
	189.99	II	Mn, Mo, Al
钛	308.80	I	Cu, Co
	337.28	II	Nb
钨	324.20	II	Nb
	400.88	I	
	202.99	II	Ti, V, Mn
	220.50	II	Co
钒	437.92	I	
	310.23	II	Fe, Mo, Nb, Ni
锆	468.78	I	
	349.62	II	
	343.82	II	W
	206.19	II	W

<sup>A</sup> 谱线等级栏内的罗马字I或II说明谱线是用数组分级的并且明确地分配给常态原子(I)或单电离原子(II)。

<sup>B</sup> 干涉取决于仪器的设计、谱线选择和激发条件并且列出的可疑元素需要特别选择的试样来证明可疑的干涉。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/968062142032006026>