



中华人民共和国国家标准

GB/T 32548—2016

钢铁 锡、锑、铈、铅和铋的测定 电感耦合等离子体质谱法

Steel and iron—Determination of tin, antimony, cerium, lead and bismuth—
Inductively coupled plasma mass spectrometric method

(ISO 16918-1:2009, Steel and Iron—Determination of nine elements
by the inductively coupled plasma mass spectrometric method—
Part 1: Determination of tin, antimony, cerium, lead and bismuth, MOD)

2016-02-24 发布

2016-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器	5
6 取制样	6
7 分析步骤	6
8 结果计算	11
9 试验报告	13
附录 A (资料性附录) 国际合作实验附加信息	14
附录 B (资料性附录) ICP-MS 测定锡、锑、铈、铅和铋的干扰	24

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 16918-1:2009《钢铁 电感耦合等离子体质谱法测定 9 种元素 第 1 部分：锡、锑、铈、铅和铋的测定》。

本标准与 ISO 16918-1:2009 相比，其主要技术性差异及其原因如下：

- 将参考文献中的 ISO 5725-1、ISO 5725-2 和 ISO 5725-3 列入“2 规范性引用文件”中，删除了参考文献部分，方便标准的使用；
- 按照 GB/T 20001.4 编写要求，调整试剂的顺序，删除了国际标准中“4.4 硝酸”，并将国际标准中“10 标准溶液配制”和“11 内标溶液配制”调整到本标准的“4 试剂”中，其中一些说明性的文字调整到“7 分析步骤”的注 1 中；
- 5.1 中增加了“单标线吸量管”，完善了标准的编写；
- 按照 GB/T 20001.4 编写要求，将国际标准中“6 测量性能要求”中的内容调整到本标准的“5 仪器”中；
- 将国际标准中“7 取制样”调整为本标准“6 取制样”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“9 步骤”调整为本标准“7 分析步骤”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“8 清洗”、“13 电感耦合等离子质谱准备”合并，调整为本标准“7.5 仪器准备”，符合 GB/T 20001.4 的编写要求，以便于使用；
- 将国际标准中“12 校准溶液制备”调整为本标准“7.4 校准溶液制备”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“14 电感耦合等离子质谱测量”调整为本标准“7.6 测量”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“15 绘制校准曲线”调整为本标准“7.7 绘制校准曲线”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“16 结果表示”调整为本标准“8 结果表示”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“17 试验报告”调整为本标准“9 试验报告”，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“PTFE 高压罐”改为“氟塑料高压罐”，表达更明确，符合标准编写要求；
- 删除国际标准中表 1～表 4，由于文字可清晰说明，后续表格序号顺排，完善了标准的编写；
- 删除国际标准第 12 章中 3 个悬置段，完善了标准的编写；
- 将国际标准中“10.2 铈标准溶液制备”具体化，使方法易于操作；
- 将国际标准中 12.1.2 的注变为正文，完善了标准的编写；
- 在附录 A 中增加各被测元素质量分数 w 与重复性限 r 、实验室内再现性限 R_w 、实验室间再现性限 R 的之间函数关系式，以方便标准的应用；
- 在本标准 7.3.1.2 和 7.3.2.2 试料溶解中：
 - 增加了样品中含碳量高于 1% 时的试料溶解方法，更符合我国的使用情况；
 - 在冒尽高氯酸烟后，增加了用稀王水加热溶解盐类的步骤，使方法更完善；
 - 在 7.3.2.2 增加了注，说明在样品含有钨、铋时，试料溶解的注意事项，使方法便于操作。
- 修正了附录 B 中 ^{117}Sn 和 ^{122}Sn 干扰同位素的错误。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位：钢铁研究总院、钢研纳克检测技术有限公司。

本标准主要起草人：刘正、罗倩华。

钢铁 锡、锑、铈、铅和铋的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定钢铁中痕量锡、锑、铈、铅和铋的分析方法。

本标准适用于以下质量分数($\mu\text{g/g}$)范围的痕量元素的测定:锡 $5 \mu\text{g/g} \sim 200 \mu\text{g/g}$, 锑 $1 \mu\text{g/g} \sim 200 \mu\text{g/g}$, 铈 $10 \mu\text{g/g} \sim 1\,000 \mu\text{g/g}$, 铅 $0.5 \mu\text{g/g} \sim 100 \mu\text{g/g}$, 铋 $0.3 \mu\text{g/g} \sim 30 \mu\text{g/g}$ 。

电感耦合等离子体质谱法测定痕量元素干扰列于附录 B。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 6379.3 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第3部分:标准测量方法精密度的中间度量(GB/T 6379.3—2012, ISO 5725-3:1994, IDT)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—2011, ISO 1042:1998, NEQ)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991, eqv ISO 648:1977)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006, ISO 14284:1996, IDT)

3 原理

试料用微波消解系统或电热板溶解于盐酸、硝酸和氢氟酸的混合酸中。稀释后样品溶液经蠕动泵导入电感耦合等离子质谱仪。用电感耦合等离子质谱仪同时测量元素的质谱信号强度。

校准空白和校准溶液与钢铁中的主量元素以及湿法分解用酸进行基体匹配。使用内标补偿仪器漂移。

4 试剂

除非另有说明,分析过程中仅使用各待测元素质量分数均低于 0.000 1% 的高纯试剂或相当纯度的试剂。

4.1 高纯铁,各待测元素质量分数小于 0.000 1%。

4.2 超纯水,由水纯化系统制取,电阻率不小于 $18 \text{ M}\Omega/\text{cm}$ 。

4.3 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL 。