



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3515—2013

钢铁及合金 硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽 钨、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

Iron, steel and alloy—Determination of boron, titanium, zirconium, niobium,
tin, antimony, tantalum, tungsten and lead—
Inductively coupled plasma mass spectrometric

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵泉、张卓、徐静、萧达辉、周明辉、曹晓燕、翟翠萍、郑建国。

钢铁及合金 硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽
钨、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了测定钢铁及低合金中硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅含量的电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)方法。

本标准适用于钢铁及低合金中硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅的测定,各元素的检出限见表 1。

表 1 各元素的检出限 单位为毫克每千克 (mg/kg)

元素	B	Ti	Zr	Nb	Sn	Sb	Ta	W	Pb
检出限	0.5	2.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.5	5.0	0.1

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(包括所有的修改件)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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

采用密闭微波系统,用硝酸和氢氟酸消解样品,消解液经稀释定容,采用在线内标,导入电感耦合等离子体质谱仪中测定硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨和铅。

4 试剂和材料

除规定外均使用优级纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682—2008 中 4.2 规定的一级水。

- 4.1 硝酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.2 硝酸溶液(5+95)。
- 4.3 氢氟酸($\rho=1.13\text{ g/mL}$)。
- 4.4 硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅混合标准储备溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.5 内标: ^6Li 、 ^{45}Sc 、 ^{89}Y 、 ^{115}In 、 ^{159}Tb 、 ^{209}Bi 混合标准溶液,1 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.6 内标使用液:内标(4.5)稀释 100 倍得到 10 $\mu\text{g/L}$ 。
- 4.7 高纯氦气(纯度大于 99.999%)。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪:仪器参数及使用条件参见附录 A。

- 5.2 微波消解仪:仪器参数及使用条件参见附录 B。
- 5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 样品处理

称取样品 0.1 g(准确至 0.1 mg),置于微波消解罐中,加入 9 mL 水、3 mL 硝酸(4.1)和 3 mL 氢氟酸(4.3),放入微波消解仪中参照附录 B 的条件消解,取下消解罐,冷却,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。每个样品做两次平行测定,同时做试剂空白试验。

6.2 校准曲线

参照 GB/T 602 要求,准确吸取含硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅的混合标准储备溶液(4.4),用硝酸溶液(4.2)逐级稀释配制浓度为 0 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、200 μg/L、1 000 μg/L 的硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅混合标准系列溶液。

6.3 测定

打开 ICP-MS 仪器,参照附录 A 进行仪器条件参数的优化,选取:¹¹B(⁶Li)、⁴⁷Ti(⁴⁵Sc)、⁹⁰Zr(⁸⁹Y)、⁹³Nb(⁸⁹Y)、¹¹⁸Sn(¹¹⁵In)、¹²³Sb(¹¹⁵In)、¹⁸¹Ta(¹⁸²Tb)、¹⁸²W(¹⁸³Tb)、²⁰⁸Pb(²⁰⁹Bi) 括号内作为内标元素,待仪器稳定后,同时进入内标(4.6)和试液开始测定。若测定结果超出校准曲线范围,应将试液稀释。

6.4 结果计算

钢铁及低合金中硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽、钨、铅的含量以质量分数 X 计,单位以 mg/kg 表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f}{1\,000 \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c₁——分析试样的测试溶液中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
- c₀——试剂空白中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
- V——测定时的试液体积,单位为毫升(mL);
- f——试样溶液(试液)稀释倍数;
- m——试样的称样质量,单位为毫克(mg)。

测定元素含量小于 10 mg/kg,保留小数点后 1 位,测定元素含量大于或等于 10 mg/kg,保留 3 位有效数字。

7 精密度

由 5 个实验室对 4 个水平的试样进行精密度试验,结果见表 2。

表 2 精密度 单位为毫克每千克(mg/kg)

元素	水平范围	重复性限 r	再现性限 R
B	7.9~150	lgr=0.625lgm-0.403	R=0.162m+1.7

表 2 (续)

单位为毫克每千克(mg/kg)

元素	水平范围	重复性限 r	再现性限 R
Ti	30~520	$r=0.076\ 4m-2.688$	$R=0.120\ 1m+18.984$
Zr	5.3~180	$r=0.147m-1.156$	$R=0.151\ 8m+3.584$
Nb	310~1\ 130	$r=0.122m-21.966$	$R=0.221m-10.293$
Sn	61~230	$\lg r=0.786\lg m-0.673$	$R=0.611\ 1\lg m+0.011\ 1$
Sb	18~80	$r=0.059\ 9m+1.201$	$R=6.289$
Ta	4.4~14.6	$r=0.130\ 5m+1.204$	$R=0.308m+0.851\ 2$
W	1\ 230~16\ 600	$r=0.056m+25.939$	$\lg R=0.936\lg m+0.703$
Pb	5~80	$r=0.064\ 68m-0.352\ 8$	$R=0.211\ 7m+0.386\ 4$

附 录 A
(资料性附录)
ICP-MS 仪器参考工作条件

表 A.1 ICP-MS 仪器参考工作条件

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
射频功率	1 300 W	雾化器	耐氢氟酸雾化器
采样深度	8.0 mm	采样锥类型和直径	镍锥,0.8 mm
冷却气流量	15 L/min	截取锥类型和直径	镍锥,0.4 mm
辅助气流量	0.4 L/min	采集模式	全定量
载气流量	0.8 L/min	点数/质量	3
S/C 温度	2 ℃	重复次数	3
溶液提升速度	0.10 r/s	检测方式	自动

附 录 B
(资料性附录)
高压密闭微波消解仪工作条件

表 B.1 微波消解样品的温度控制程序

步骤	时间/ min	温度/ ℃
升温 1	15	210
恒温 2	45	210
降温 3	—	室温

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
钢铁及合金 硼、钛、锆、铌、锡、锑、钽
钨、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法
SN/T 3515—2013

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013年7月第一版 2013年7月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-25663 定价 16.00 元



SN/T 3515-2013