



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.11—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定 第 11 部分:电感耦合等离子体质谱法 测定铟和铊含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 11: Determination of indium and thallium contents by
inductively coupled plasma-mass spectrometric method

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20127《钢铁及合金 痕量元素的测定》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定银含量；
- 第 2 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷含量；
- 第 3 部分：电感耦合等离子体发射光谱法测定钙、镁和钡含量；
- 第 4 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定铜含量；
- 第 5 部分：萃取分离-罗丹明 B 光度法测定镉含量；
- 第 6 部分：没食子酸-示波极谱法测定锗含量；
- 第 7 部分：示波极谱法测定铅含量；
- 第 8 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定铋含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体发射光谱法测定钪含量；
- 第 10 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒含量；
- 第 11 部分：电感耦合等离子体质谱法测定铟和铊含量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定锌含量；
- 第 13 部分：碘化物萃取-苯基荧光酮光度法测定锡含量。

本部分为 GB/T 20127 的第 11 部分。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：钢铁研究总院。

本部分参加起草单位：抚顺钢铁公司、包头稀土研究院。

本部分主要起草人：胡净宇、王明海、刘正、周伟。

钢铁及合金 痕量元素的测定

第 11 部分:电感耦合等离子体质谱法

测定铟和铊含量

1 范围

本部分规定了用电感耦合等离子体质谱法测定铟和铊含量的方法。

本部分适用于高温合金中质量分数 0.000 010%~0.010% 铟含量、质量分数 0.000 010%~0.010% 铊含量的测定。

2 规范性引用标准

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

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 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

3 原理

试料经适宜比例的盐酸、硝酸溶解,添加铊作为内标元素以校正仪器的信号漂移并消除基体效应的影响,通过优化仪器获得最佳的测定条件,采用雾化进样,测定各同位素的信号强度(计数),以基体匹配的标准加入法绘制工作曲线。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。

4.2 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。

4.3 铟标准溶液,100.0 μ g/mL。

称取 0.100 0 g 纯铟(质量分数大于等于 99.9%),用 10 mL 盐酸(1+1)加热溶解,冷却,用氨水中性和至有明显氨味,并过量 10 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 100.0 μ g 铟。

4.4 铊标准溶液,100.0 μ g/mL。

称取 0.100 0 g 纯铊(质量分数大于等于 99.9%),用 20 mL 硝酸(4.2)溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 100.0 μ g 铊。

4.5 铊标准溶液,100.0 μ g/mL。

称取 0.100 0 g 纯铊(质量分数大于等于 99.9%),用 20 mL 硝酸(1+1)溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 40 mL 硝酸(4.2),以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 100.0 μ g 铊。

4.6 混和标准溶液,1.00 μ g/mL。

分别移取 10.00 mL 铟标准溶液(4.3)和铊标准溶液(4.4)于 1 000 mL 容量瓶中,加 50 mL 王水,

以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 1.00 μg 钨、1.00 μg 铈。

4.7 铈内标溶液, 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$

分别移取 10.00 mL 铈标准溶液(4.5)于 1 000 mL 容量瓶中,添加 50 mL 王水,以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 1.00 μg 铈。

5 仪器与设备

电感耦合等离子体质谱仪,配备雾化进样系统。仪器经优化后应满足:

- 测定 10.0 ng/mL 的钨标准溶液的灵敏度优于 5×10^4 cps;
- 连续测定 10.0 ng/mL 的钨标准溶液 10 次的相对标准偏差不超过 2%。

6 取制样

按 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.10 g 试料,精确至 0.1 mg。

7.2 空白试验

随同试料作空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料处理

将试料置于 50 mL 烧杯中,加入 5 mL 适宜比例的盐酸(4.1)与硝酸(4.2)的混和酸,加热溶解后,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,加入 1.00 mL 铈内标溶液(4.7),用水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 测量

按照仪器说明书使仪器最优化,待仪器稳定后,选择 In(115)和 Tl(205)质量数,并选择 Rh(103)作为内标元素,按照编制好的分析程序同时测量试液(7.3.1)中待测元素的信号强度,减去空白试验溶液(7.2)的强度即为净强度,由工作曲线查得待测元素的质量。

7.4 工作曲线的绘制

称取 0.100 0 g 与试样基体组分相近且待测元素含量相对较低的试样 6 份,分别置于 50 mL 烧杯中,加入 5 mL 适宜比例的盐酸(4.1)与硝酸(4.2)的混和酸,加热溶解后,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,加入 1.00 mL 铈内标溶液(4.7),分别加入 0、0.50、1.00、2.50、5.00、10.00 mL 混和标准溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀。测量标准溶液的强度,减去零浓度校准溶液的强度即为净强度。以待测元素的质量(μg)为横坐标,待测元素相应的净强度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 结果计算

待测元素的含量以质量分数 w_M 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_M = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的待测元素质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

本部分的精密度数据是在 2003 年由 4 个实验室对钼、铈等含量的 4 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379 的规定各实验室对钼、铈等含量的每个水平测定 6 次完成的。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A(资料性附录)。原始数据按照 GB/T 6379 进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 精密度

元素	含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
In	0.000 01~0.01	$r=1.642 \times 10^{-6} + 0.117\ 9m$	$R=4.355 \times 10^{-7} + 0.130\ 6m$
Tl	0.000 01~0.01	$\lg r = -1.336\ 7 + 0.777\ 3 \lg m$	$\lg R = -1.254\ 9 + 0.770\ 6 \lg m$

重复性限 r 、再现性限 R 按以上表 1 给出的方程求得。

式中: m 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 r ,大于重复性限 r 的情况以不超过 5%为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,大于再现性限 R 的情况以不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料;
- 参考本部分所用的方法;
- 试验结果及表示;
- 试验中观察到的异常现象;
- 任何本部分中未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

附 录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体质谱法测定铜和钨的精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	含量(质量分数)/%							
	Ti				In			
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
1	0.000023	0.00041	0.00074	0.00521	0.000087	0.00028	0.00110	0.00314
	0.000021	0.00039	0.00075	0.00516	0.000092	0.00029	0.00109	0.00304
	0.000022	0.00041	0.00069	0.00510	0.000091	0.00028	0.00105	0.00291
	0.000019	0.00040	0.00081	0.00521	0.000087	0.00028	0.00106	0.00297
	0.000020	0.00042	0.00077	0.00509	0.000090	0.00028	0.00110	0.00302
	0.000018	0.00044	0.00078	0.00528	0.000089	0.00028	0.00110	0.00299
2	0.000018	0.00043	0.00086	0.00520	0.000087	0.00028	0.00111	0.00305
	0.000020	0.00041	0.00085	0.00501	0.000087	0.00028	0.00109	0.00279
	0.000012	0.00042	0.00057	0.00481	0.000090	0.00028	0.00100	0.00280
	0.000012	0.00042	0.00052	0.00481	0.000089	0.00027	0.00100	0.00280
	0.000013	0.00041	0.00055	0.00477	0.000090	0.00027	0.00100	0.00281
	0.000012	0.00042	0.00059	0.0048	0.000090	0.00028	0.00099	0.00278
3	0.000013	0.00042	0.00053	0.00489	0.000091	0.00028	0.00100	0.00282
	0.000014	0.00041	0.00060	0.00486	0.000091	0.00028	0.00100	0.00281
	0.000014	0.00041	0.00056	0.00484	0.000092	0.00027	0.00099	0.00280
	0.000015	0.00043	0.00055	0.00486	0.000089	0.00027	0.00100	0.0029
	0.000019	0.00051	0.00076	0.00476	0.000085	0.00025	0.00105	0.00287
	0.000017	0.00051	0.00077	0.00429	0.000078	0.00026	0.00110	0.00279
4	0.000017	0.00052	0.00059	0.00434	0.000086	0.00026	0.00104	0.00302
	0.000019	0.00054	0.00061	0.00489	0.000091	0.00028	0.00101	0.00291
	0.000014	0.00046	0.00065	0.00453	0.000100	0.00027	0.00103	0.00312
	0.000025	0.00048	0.00072	0.00479	0.000087	0.00029	0.00095	0.00272
	0.000018	0.00046	0.00067	0.00495	0.000080	0.00026	0.00107	0.00274
	0.000019	0.00044	0.00056	0.00512	0.000090	0.0003	0.00120	0.00279