



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.81—2007

钢铁及合金 总铝和总硼含量的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法

Iron, steel and alloy—Determination of total aluminum and total boron contents—
Microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometric method

2007-09-11 发布

2008-02-01 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

前 言

GB/T 223 的本部分的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 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。

本部分主要起草单位：钢铁研究总院、首都师范大学。

本部分主要起草人：刘正、王明海、张翠敏、罗倩华、王艳泽、张华、陈玉红。

钢铁及合金 总铝和总硼含量的测定

微波消解-电感耦合等离子体质谱法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定钢铁及合金中的总铝和总硼含量。

本方法适用于钢铁及合金中总铝和总硼含量的测定,总铝测定质量分数范围:0.000 5%~0.10%;总硼测定质量分数范围:0.000 2%~0.10%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在 GB/T 223 的本部分中引用而构成本部分的条款。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 6379.1 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

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)

ISO 8655-2:2002 柱塞式容量仪器——柱塞取液器

3 原理

借助微波消解炉,试料以盐酸、硝酸和氢氟酸混合酸分解,试液导入电感耦合等离子体质谱仪。测量各元素同位素的质谱信号强度。校准空白和校准溶液以被测样品主体元素和样品分解酸进行基体匹配,以铍和铕为内标校正仪器灵敏度漂移和基体效应。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用认可的高纯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,铝、硼含量应小于 20 ng/mL。

4.2 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL,铝、硼含量应小于 20 ng/mL。

4.3 氢氟酸,1+1,铝、硼含量应小于 20 ng/mL,如大于 20 ng/mL,可采用等温扩散等方法提纯。等温扩散提纯方法可参见资料性附录 A。

4.4 铝标准溶液,1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 0.250 0 g 纯铝(质量分数不小于 99.9%),用 25 mL 盐酸(1+1)加热溶解,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液保存于聚乙烯瓶中。

此溶液 1 mL 含 1 000 μg 铝。

4.5 硼标准溶液,1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 0.572 0 g 在干燥器中预先干燥 24 h 后的硼酸(H_3BO_3 质量分数不小于 99.9%),用 30 mL 水