



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.3—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定 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

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 3: Determination of calcium, magnesium, barium content by inductively coupled
plasma atomic emission 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 光度法测定镓含量；
- 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铈含量；
- 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 3 部分。

本部分的附录 A 是规范性附录，附录 B 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：宝钢股份公司、中国科学院金属研究所、包头稀土研究院、北京航空材料研究院、中船重工七二五所。

本部分主要起草人：杨菊亭。

钢铁及合金 痕量元素的测定

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

1 范围

本部分规定了用电感耦合等离子体发射光谱法测定钙、镁、钡的方法。

本方法适用于高温合金中质量分数为 0.001%~0.01% 的钙、镁、钡的测定。

2 规范性引用文件

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

试料用盐酸和硝酸的混合酸溶解，并稀释至一定体积。加锶作内标。将雾化溶液引入电感耦合等离子体发射光谱仪，测定各个分析元素分析线的发射光强度，同时可以在 407.771 nm 处测定锶的发射光强度。

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 混酸，盐酸+硝酸，3+1。

4.4 盐酸，1+1。

4.5 内标溶液锶。

4.5.1 锶贮备液，1 000.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 2.415 3 g 硝酸锶 $[\text{Sr}(\text{NO}_3)_2]$ (质量分数 $>99.99\%$)，(预先置于干燥器中贮存 24 h 以上)，置于 500 mL 烧杯中，加水溶清，煮沸，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1 mL 含 1 000.0 μg 锶。

4.5.2 锶内标溶液 A，50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 10.00 mL 锶贮备液(4.5.1)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1 mL 含 50.0 μg 锶，用时现配。

4.5.3 锶内标溶液 B，0.500 $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 1.00 mL 锶内标溶液 A(4.5.2)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此溶液 1 mL 含 0.500 μg 锶，用时现配。

4.6 钙标准溶液，1 000.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 2.497 3 g 碳酸钙(CaCO_3)，(质量分数 $>99.99\%$)，(预先在 105℃ 烘 2 h 并在干燥器中冷却至