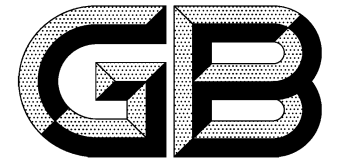


ICS 77.080.01
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 31927—2015

GB/T 31927—2015

钢板及钢带 锌基和铝基镀层中铅和镉 含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Zinc and aluminum based coatings on steel sheets and strips—
Determination of lead and cadmium contents—
Inductively coupled plasma mass spectrometric method

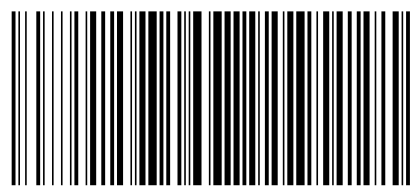
中华人民共和国
国家标准
钢板及钢带 锌基和铝基镀层中铅和镉
含量的测定 电感耦合等离子体质谱法
GB/T 31927—2015

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2015年10月第一版 2015年10月第一次印刷

*
书号: 155066·1-52572 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 31927—2015

2015-09-11 发布

2016-06-01 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

附 录 A
(资料性附录)
精密度试验原始数据

前 言

A.1 铅精密度试验原始数据见表 A.1。

表 A.1 铅精密度试验原始数据

实验室	Pb 质量分数/($\mu\text{g/g}$)			
	1 水平	2 水平	3 水平	4 水平
1	28.58	—	1 071.61	—
	28.90	—	1 012.21	—
2	29.64	446.74	966.56	1 765.74
	27.42	458.01	990.43	1 704.97
3	28.92	448.86	—	1 721.56
	28.66	447.96	—	1 807.86
4	25.80	454.00	—	—
	23.50	465.00	—	—
5	—	—	1 020.52	1 823.62
	—	—	962.25	1 940.12
6	27.16	466.24	981.56	1 880.30
	28.15	453.38	974.99	1 902.39
7	—	438.00	902.00	1 892.00
	—	429.00	881.00	1 866.00

A.2 镉精密度试验原始数据见表 A.2。

表 A.2 镉精密度试验原始数据

实验室	Cd 质量分数/($\mu\text{g/g}$)			
	1 水平	2 水平	3 水平	4 水平
1	10.47	479.60	992.97	1 824.14
	9.92	478.02	994.00	1 897.44
2	8.97	489.56	969.58	1 809.23
	9.01	476.81	1 011.88	1 854.83
3	7.12	483.40	1 065.99	1 930.89
	6.77	489.18	1 023.19	1 909.54
4	9.50	—	—	—
	9.90	—	—	—
5	—	—	1 004.36	1 847.28
	—	—	993.36	1 830.06
6	10.16	470.43	938.03	—
	10.13	475.79	953.70	—
7	—	467.00	—	1 784.00
	—	452.00	—	1 757.00

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准主要起草单位:鞍山钢铁集团公司。

本标准主要起草人:于媛君、亢德华、王海丹、王铁、顾继红、杨丽荣、李锋、徐承明。

表 2 制作校准曲线的标准溶液系列二

分析元素	标准溶液	加入标准溶液的体积/mL							元素浓度/($\mu\text{g/mL}$)
		0	0.20	0.50	1.00	2.00	4.00	5.00	
铅	4.8.2	0	0.20	0.50	1.00	2.00	4.00	5.00	0.020~0.50
镉	4.9.2	0	0.10	0.50	1.00	2.00	4.00	5.00	0.010~0.50

7.6 测量

按照仪器说明书使仪器最优化,待灵敏度、氧化物、双电荷、分辨率等各项指标达到测定要求后,选择 Pb(208)和 Cd(111)质量数,按照编制好的分析程序将空白溶液、标准系列溶液、试样待测液分别测定。根据试样待测液中各待测元素的信号强度,计算出试样待测液中各待测元素的含量。如果试样待测液的浓度超过校准曲线的范围,则用盐酸溶液(1+10)进行适当稀释后测定。

7.7 结果计算

试样中铅和镉含量,按式(1)计算,数值以微克每克($\mu\text{g/g}$)表示:

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times F}{m_1 - m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w —— 试样片镀层或涂层中铅、镉含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- c —— 试样溶液中铅、镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 —— 空白溶液中铅、镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V —— 试样待测液体积,单位为毫升(mL);
- F —— 试样待测液的稀释倍数;
- m_1 —— 镀层剥离前试样片的质量,单位为克(g);
- m_2 —— 镀层剥离后试样片的质量,单位为克(g)。

8 精密度

本标准的精密度数据是在 2013 年由 7 个实验室对铅、镉等含量的 4 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379.2 的规定各实验室对铅、镉含量的每个水平测定 2 次完成的。各实验室报出的原始数据(测定值)参见附录 A。原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析,精密度见表 3。

表 3 精密度

元素	含量/($\mu\text{g/g}$)	重复性限 r /($\mu\text{g/g}$)	再现性限 R /($\mu\text{g/g}$)
Pb	20.0~2 000.0	$r=0.370\ 8+0.023\ 95m$	$R=0.645\ 2+0.043\ 29m$
Cd	5.0~2 000.0	$r=0.087\ 69+0.016\ 72m$	$R=1.061\ 9+0.030\ 19m$

式中 m 是两个测定值的平均值,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)。

重复性限 r 、再现性限 R 按表 3 给出的方程求得。在重复性条件下,获得的两次独立测试结果之差的绝对值不大于重复性限 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之差的绝对值不大于再现性限,大于再现性限 R 的情况以不超过 5%为前提。

钢板及钢带 锌基和铝基镀层中铅和镉含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体质谱法测定铅和镉含量的方法。

本标准适用于钢板及钢带纯锌、锌铁、锌铝和铝锌合金镀层中铅和镉含量的测定,测定范围分别为 Pb:20.0 $\mu\text{g/g}$ ~2 000.0 $\mu\text{g/g}$,Cd:5.0 $\mu\text{g/g}$ ~2 000.0 $\mu\text{g/g}$ 。

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 6379.2 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 12806—2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 原理

将钢板及钢带的镀层采用化学方法剥离后,消解处理成待测试样溶液,经雾化系统由载气引入等离子体内,测定铅和镉的强度,在校准曲线上查出铅和镉的浓度,按公式换算出单位钢板及钢带镀层中铅和镉元素的质量分数。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级以上蒸馏水或纯度相当的水。

- 4.1 盐酸, ρ 1.19 g/mL。
- 4.2 硝酸, ρ 1.42 g/mL。
- 4.3 硝酸,1+1。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 氢氧化钠溶液,100 g/L。
- 4.6 过氧化氢溶液,30%。
- 4.7 剥离液,将 3.5 g 六次甲基四胺(分析纯)溶解于 250 mL 盐酸(见 4.1),用水稀释至 1 000 mL,混匀。