



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.8—2006

## 钢铁及合金 痕量元素的测定 第8部分:氢化物发生- 原子荧光光谱法测定锑含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—  
Part 8: Determination of antimony content by hydride generation-  
atomic fluorescence 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-示波极谱法测定锆含量；
- 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锑含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体光谱法测定钪含量；
- 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 8 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：北京航空材料研究院。

本部分主要起草人：王明海。

# 钢铁及合金 痕量元素的测定

## 第8部分:氢化物发生- 原子荧光光谱法测定锑含量

### 1 范围

本部分规定了用氢化物发生-原子荧光光谱法测定锑含量的方法。

本部分适用于高温合金中质量分数 0.000 05%~0.010% 的锑含量的测定。

### 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 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析法术语

GB/T 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密性)

### 3 原理

试样用盐酸、硝酸分解,加入柠檬酸抑制基体元素的干扰,加入硫脲-抗坏血酸溶液将锑(V)还原为锑(Ⅲ)。用硼氢化钾作为还原剂,还原生成锑化氢,由载气(氩气)带入石英原子化器中原子化,在特制锑空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,测量其原子荧光强度。

### 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 柠檬酸溶液,400 g/L。

4.4 硫脲-抗坏血酸溶液

分别称取 10 g 分析纯硫脲和 10 g 分析纯抗坏血酸,溶于 100 mL 水中,混匀,用时现配。

4.5 硼氢化钾溶液,20 g/L

称取 10 g 硼氢化钾,置于塑料烧杯中,溶于 500 mL 0.5 g/L 的氢氧化钾溶液中,用时现配。

4.6 载流溶液,5%盐酸

移取 25 mL 盐酸(4.1)稀释至 500 mL。

4.7 锑标准溶液

4.7.1 锑储备液,100.0 μg/mL

称取 0.100 0 g 锑(质量分数大于 99.99%),置于 100 mL 烧杯中。加 20 mL 王水,加热溶解,煮沸驱除氯的氧化物,取下,冷却到室温,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(1+1)稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 100.0 μg 锑。

4.7.2 锑标准溶液 A,10.0 μg/mL

移取 10.00 mL 锑储备液(4.7.1),置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+9)稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 10.0  $\mu\text{g}$  铈。

#### 4.7.3 铈标准溶液 B, 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 10.00 mL 铈标准溶液 A(4.7.2), 置于 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(1+9)稀释至刻度, 混匀。

此溶液 1 mL 含 1.00  $\mu\text{g}$  铈。

#### 4.7.4 铈标准溶液 C, 0.100 $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 10.00 mL 铈标准溶液 B(4.7.3), 置于 100 mL 容量瓶中, 用的盐酸(1+9)稀释至刻度, 混匀。

此溶液 1 mL 含 0.100  $\mu\text{g}$  铈。

### 5 仪器与设备

非色散原子荧光光谱仪, 配有氢化物发生器、流动注射进样装置、铈特制空心阴极灯。所用非色散原子荧光光谱仪应达到下列指标:

#### 5.1 稳定性

30 min 内零漂  $\leq 5\%$ , 瞬时噪声  $\text{RSD} \leq 3\%$ ;

#### 5.2 检出限 $\leq 0.5 \text{ ng}/\text{mL}$ ;

#### 5.3 工作曲线的线性

工作曲线在 0~0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$  范围内, 相关系数应  $\geq 0.995$ 。

### 6 制取样

按 GB/T 20066 或适当的国家标准制取样。

### 7 分析步骤

#### 7.1 试料量

按表 1 规定称取试料量, 精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量, 铈标准溶液编号

铈的质量分数/%	试料量/g	铈标准溶液
0.000 05~0.000 50	0.50	4.7.4
>0.000 50~0.005	0.50	4.7.3
>0.005~0.010	0.20	4.7.3

#### 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 100 mL 烧杯中, 加 10 mL 盐酸(4.1)及 1~3 mL 硝酸(4.2), 于低温电炉上加热溶解。待试样溶解后, 取下稍冷, 加 10 mL 柠檬酸溶液(4.3), 混匀, 高温加热煮沸赶尽氮氧化物, 取下冷却至室温, 转移至 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

##### 7.3.2 试料溶液的分取及试剂的加入

分取 10.00 mL 试液(7.3.1)置于 50 mL 容量瓶中, 加 20 mL 盐酸(4.1), 混匀。加 10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(4.4), 混匀。室温放置 30 min(室温小于 15℃时, 置于 30℃水浴中保温 20 min), 用水稀释至刻度, 混匀。

##### 7.3.3 荧光强度测量

开机后预热至少 20 min, 按照仪器说明书使仪器最优化, 设定灯电流、负高压, 使仪器满足 5.1~

5.3 性能要求, 适于测量。将试液和还原剂溶液导入氢化物发生器的反应池中, 载流溶液(4.6)和试液

交替导入,依次测量空白溶液及试样溶液中铈的原子荧光强度。试样溶液中铈的原子荧光强度减去空白溶液中铈的原子荧光强度即为净荧光强度,在校准曲线上查出铈的质量。

#### 7.4 校准曲线的绘制

##### 7.4.1 基体溶液的制备

按照表1,称取2倍的试料量置于100 mL烧杯中,加20 mL盐酸(4.1)及(2~6) mL硝酸(4.2),于低温电炉上加热溶解。待试样溶解后,取下稍冷,加20 mL柠檬酸溶液(4.3),混匀,高温加热煮沸赶尽氮氧化物,取下冷却至室温,转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

##### 7.4.2 校准曲线

按表1加入0.0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL铈标准溶液(4.7.3或4.7.4)于7个50 mL容量瓶中,分别加入10.00 mL基体溶液(7.4.1),分别加入20 mL盐酸(4.1),10 mL硫脲-抗坏血酸混合溶液(4.4),混匀。室温放置30 min(室温小于15℃时,置于30℃水浴中保温20 min),用水稀释至刻度,混匀。

按7.3.3款由低到高测定标准溶液中铈的原子荧光强度,分别减去零校准溶液中铈的原子荧光强度得净原子荧光强度。以铈加入量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,以净原子荧光强度为纵坐标绘制校准曲线。

#### 8 结果计算

铈含量以质量分数 $w_{\text{sb}}$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{sb}} = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V_1$ ——分取试液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V$ ——试液总体积的数值,单位为毫升(mL);

$m_1$ ——由工作曲线查得的铈的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

分析结果保留2位有效数字。

#### 9 精密度

本部分的精密度数据是在2003年由6个实验室对铈含量的5个水平进行共同试验所确定的。按照GB/T 6379的规定各实验室对铈含量的每个水平测定4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2。

表2 精密度

铈含量(质量分数)/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.000 05~0.01	$r=1.841\ 5 \times 10^{-6} + 0.230\ 5\ m$	$R=-3.599\ 5 \times 10^{-7} + 0.259\ 6\ m$

重复性限 $r$ 、再现性限 $R$ 按以上表2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:

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料；
- b) 参考本部分所用的方法；
- c) 试验结果及表示；
- d) 试验中观察到的异常现象；
- e) 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)

氢化物发生原子-荧光光谱法测定锑的原始数据表

表 A.1

实验室	锑含量(质量分数)/%				
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.000 054	0.000 15	0.001 68	0.006 31	0.009 71
	0.000 059	0.000 15	0.002 65	0.005 72	0.009 58
	0.000 061	0.000 17	0.002 57	0.005 94	0.009 47
	0.000 055	0.000 14	0.001 62	0.005 82	0.009 35
2	0.000 063	0.000 13	0.001 46	0.005 76	0.009 33
	0.000 056	0.000 13	0.001 47	0.005 89	0.009 30
	0.000 059	0.000 14	0.001 54	0.006 11	0.009 72
	0.000 052	0.000 15	0.001 63	0.005 89	0.009 84
3	0.000 055	0.000 11	0.002 41	0.005 52	0.009 72
	0.000 057	0.000 12	0.001 72	0.005 74	0.009 45
	0.000 049	0.000 16	0.001 55	0.005 92	0.009 67
	0.000 056	0.000 18	0.001 61	0.006 01	0.009 56
4	0.000 059	0.000 13	0.001 81	0.006 10	0.009 33
	0.000 053	0.000 14	0.001 42	0.006 12	0.009 81
	0.000 053	0.000 11	0.001 55	0.005 74	0.009 14
	0.000 057	0.000 12	0.001 67	0.005 91	0.009 22
5	0.000 056	0.000 12	0.001 63	0.005 70	0.009 24
	0.000 053	0.000 13	0.001 68	0.005 74	0.009 79
	0.000 058	0.000 14	0.001 53	0.005 38	0.009 44
	0.000 052	0.000 12	0.001 57	0.005 91	0.009 53
6	0.000 054	0.000 17	0.001 57	0.005 81	0.009 38
	0.000 060	0.000 13	0.001 61	0.006 04	0.009 73
	0.000 058	0.000 12	0.001 63	0.005 74	0.009 76
	0.000 056	0.000 15	0.001 57	0.005 60	0.009 49