



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.10—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定 第 10 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法 测定硒含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 10: Determination of selenium 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：罗丹明 B-甲苯-MIBK 萃取光度法测定镓含量；
- 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 10 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、刘庆斌、谢绍金。

钢铁及合金 痕量元素的测定

第 10 部分:氢化物发生-原子荧光光谱法

测定硒含量

1 范围

本部分规定了用氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒含量的方法。

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

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 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、硝酸分解。加入氟化氢溶液络合钨、钼、铌、钽等易水解元素,加入柠檬酸溶液抑制铁、镍、铬、钴等元素的干扰。用硼氢化钾作还原剂,还原生成硒化氢,由载气(氩气)带入石英原子化器中原子化,在特制硒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 硝酸,1+1,以硝酸(4.2)稀释。

4.4 氢溴酸, ρ 约 1.49 g/mL。

4.5 柠檬酸溶液,500 g/L,分析纯。

4.6 氟化铵溶液,200 g/L,分析纯。

4.7 还原剂

4.7.1 硼氢化钾溶液,5 g/L

称取 2.5 g 硼氢化钾,置于塑料烧杯中,溶于 500 mL 的氢氧化钾溶液(0.5 g/L)中,用时现配。

4.7.2 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 的氢氧化钾溶液(0.5 g/L)中,用时现配。

4.8 硒标准溶液

4.8.1 硒储备液,100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$

称取 0.100 0 g 高纯硒粉(质量分数 99.99 % 以上),置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(4.3),低温加热溶解后,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此储备液 1 mL 含 100.0 μg 硒。

4.8.2 硒标准溶液 A,10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$