



# 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。加入氯化氨溶液络合钨、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,  $\rho$  约 1.19 g/mL。

4.2 硝酸,  $\rho$  约 1.42 g/mL。

4.3 硝酸, 1+1, 以硝酸(4.2)稀释。

4.4 氢溴酸,  $\rho$  约 1.49 g/mL。

4.5 柠檬酸溶液, 500 g/L, 分析纯。

4.6 氯化铵溶液, 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  $\mu\text{g/mL}$

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  $\mu\text{g}$  硒。

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

移取 10.00 mL 硒储备液(4.8.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 10.00  $\mu\text{g}$  硒。

4.8.3 硒标准溶液 B, 1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 10.00 mL 硒标准溶液 A(4.8.2),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 1.00  $\mu\text{g}$  硒。

4.8.4 硒标准溶液 C, 0.100  $\mu\text{g}/\text{mL}$

移取 10.00 mL 硒标准溶液 B(4.8.3),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 0.100  $\mu\text{g}$  硒。

5 仪器与设备

非色散原子荧光光谱仪,备有氢化物发生器、流动注射进样装置、硒特制空心阴极灯。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 内的零漂 $\leq 5\%$ ,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 0~0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  范围内,相关系数应 $\geq 0.995$ 。

6 取制样

按 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

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,硒标准溶液编号

硒的质量分数/%	试料量/g	硒标准溶液编号
0.000 05~0.000 50	0.50	4.8.4
0.000 50~0.005 0	0.50	4.8.3
0.005 0~0.010	0.25	4.8.3

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

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 2 mL 硝酸(4.2),于低温电炉上加热溶解。待试料溶解完全后,取下稍冷,加 5 mL 柠檬酸溶液(4.5),混匀,高温加热煮沸(5~10) min,赶尽氮氧化物。取下,趁热加 5 mL 氟化铵溶液(4.6),摇动烧杯溶解水解析出物。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 试液的分取及试剂的加入

分取 10 mL 试液(7.3.1)于 50 mL 容量瓶中,加 25 mL 盐酸(4.1),5 mL 柠檬酸溶液(4.5),5 mL 氟化铵溶液(4.6),混匀,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要求,适于测量。将试液和还原剂溶液[注]导入氢化物发生器的反应池中,依次测量空白溶液及试样溶液中硒的原子荧光强度。试样溶液中硒的原子荧光强度减去空白溶液中硒的原子荧光强度即为净荧光强度,在校准曲线上查出硒的质量。

注:间断法为硼氢化钾溶液(4.7.1),断续流动法为硼氢化钾溶液(4.7.2)。

7.4 校准曲线的绘制

7.4.1 基体溶液的制备

按表1规定称取2倍的试料量,分别置于100 mL烧杯中,加20 mL盐酸(4.1)及4 mL硝酸(4.2),于低温电炉上加热溶解。待试料溶解完全后,加10 mL氟化氢溶液(4.6),加热蒸发至近干。取下稍冷,用少量水吹洗表面皿及杯壁,加入10 mL盐酸(4.1)及10 mL氢溴酸(4.4),混匀,加热蒸发至近干。用少量水吹洗表面皿及杯壁,再加入10 mL盐酸(4.1)及10 mL氢溴酸(4.4),混匀,加热蒸发至近干。用少量水吹洗表面皿及杯壁,加入10 mL盐酸(4.1),继续加热蒸发至近干,取下稍冷,加20 mL盐酸(4.1)及4 mL硝酸(4.2),加10 mL柠檬酸溶液(4.5),混匀,加热煮沸5~10 min,赶尽氮氧化物。取下,冷却至室温,移入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分别移取0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL硒标准溶液(4.8.3或4.8.4)于7个50 mL容量瓶中,分别加入10.00 mL基体溶液(7.4.1),加25 mL盐酸(4.1),5 mL柠檬酸溶液(4.5),5 mL氟化氢溶液(4.6),混匀,用水稀释至刻度,混匀。

按7.3.3款由低到高测定校准溶液中硒的原子荧光强度,分别减去零校准溶液硒的原子荧光强度为净原子荧光强度。以硒量(μg)为横坐标,净原子荧光强度为纵坐标绘制校准曲线。

8 结果计算

硒含量以质量分数  $w_{Se}$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

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);  
 $m_1$ ——由工作曲线查得的硒含量的数值,单位为微克(μg);  
 $m_0$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。  
 计算结果保留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个实验室对硒含量的5个水平进行共同试验所确定的。按照GB/T 6379的规定各实验室对硒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

硒含量(质量分数)/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.000 05~0.010	$r = 6.340 7 \times 10^{-6} + 0.199 0 m$	$R = 9.334 7 \times 10^{-6} + 0.200 2 m$

重复性限  $r$ 、再现性限  $R$  按以上表1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—荧光光谱法测定硒的精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	硒含量(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 24	0.001 1	0.005 5	0.009 33
	0.000 056	0.000 25	0.001 3	0.005 7	0.009 42
	0.000 052	0.000 28	0.001 1	0.005 3	0.009 38
	0.000 051	0.000 21	0.001 3	0.005 1	0.009 52
2	0.000 055	0.000 19	0.001 1	0.005 2	0.009 49
	0.000 06	0.000 23	0.001 4	0.005 3	0.009 27
	0.000 054	0.000 21	0.001 1	0.005 2	0.009 43
	0.000 053	0.000 18	0.001	0.005 4	0.009 2
3	0.000 057	0.000 23	0.001 4	0.005 6	0.009 27
	0.000 058	0.000 22	0.000 9	0.005 5	0.009 45
	0.000 061	0.000 24	0.001 2	0.005 1	0.009 41
	0.000 052	0.000 18	0.001 4	0.005 4	0.009 19
4	0.000 054	0.000 23	0.001	0.005 1	0.009 38
	0.000 053	0.000 28	0.001 2	0.005 3	0.009 41
	0.000 057	0.000 19	0.001 2	0.005 2	0.009 18
	0.000 053	0.000 21	0.001	0.005 3	0.009 26
5	0.000 049	0.000 18	0.001	0.005 2	0.009 47
	0.000 052	0.000 25	0.001 3	0.005 3	0.009 63
	0.000 056	0.000 24	0.000 9	0.005 5	0.009 52
	0.000 048	0.000 26	0.001 3	0.005 1	0.009 49
6	0.000 062	0.000 23	0.001 1	0.005 2	0.009 39
	0.000 06	0.000 27	0.001 2	0.005 4	0.009 29
	0.000 057	0.000 24	0.001 5	0.004 9	0.009 42
	0.000 055	0.000 25	0.001	0.004 6	0.009 47

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
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

GB/T 20127.10—2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.bzcbbs.com](http://www.bzcbbs.com)

电话：68523946 68517548

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 12 千字  
2006 年 8 月第一版 2006 年 8 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-27807 定价 10.00 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)68533533



GB/T 20127.10—2006