



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.2—2006

---

## 钢铁及合金 痕量元素的测定 第 2 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法 测定砷含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—  
Part 2: Determination of arsenic 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 2 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：刘庆斌、王明海、杨春晟。

# 钢铁及合金 痕量元素的测定

## 第 2 部分:氢化物发生-原子荧光光谱法

### 测定砷含量

#### 1 范围

本部分规定了用氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷含量的方法。

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

#### 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。加入硫酸磷酸混合酸冒烟,并络合钨、钼、铌、钽等易水解元素。加入硫脲-抗坏血酸混合溶液将砷(V)还原为砷(III),并抑制镍、钴、铜等元素的干扰。用硼氢化钾作还原剂,还原生成砷化氢,由载气(氩气)带入石英原子化器中原子化,在特制砷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 盐酸,1+4,以盐酸( $\rho$  约 1.19 g/mL)稀释。
- 4.3 硝酸, $\rho$  约 1.42 g/mL。
- 4.4 硫酸, $\rho$  约 1.84 g/mL。
- 4.5 磷酸, $\rho$  约 1.69 g/mL。
- 4.6 氢溴酸, $\rho$  约 1.49 g/mL。
- 4.7 硫酸磷酸混合酸(硫酸+磷酸+水),1+1+2。

于 300 mL 烧杯中加入 20 mL 水,边搅拌边加入 120 mL 硫酸(4.4)及 120 mL 磷酸(4.5),冷却至室温。边搅拌边加入 20 mL 氢溴酸(4.6),加热蒸发至冒硫酸白烟,取下,冷却至室温,重复上述操作 2~3 次。用少量水吹洗表面皿及杯壁,加热蒸发至冒硫酸白烟,重复吹水及冒烟操作 2~3 次。于 1 000 mL 烧杯中加入 200 mL 水,边搅拌边加入 200 mL 上述提纯的硫酸磷酸混合酸,冷却至室温,移入塑料瓶中备用。

- 4.8 硫脲-抗坏血酸混合溶液,分析纯。

分别称取 25 g 硫脲及 25 g 抗坏血酸,用 100 mL 盐酸(4.2)溶解并稀释至 500 mL,用时现配。

- 4.9 还原剂

- 4.9.1 硼氢化钾溶液 A,7 g/L。

称取 3.5 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。