



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.80—2007

钢铁及合金 铋和砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Iron, steel and alloy—Determination of trace bismuth and arsenic contents—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometric method

2007-09-11 发布

2008-02-01 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 223 的本部分的附录 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。

本部分主要起草人：王明海、刘正。

钢铁及合金 铋和砷含量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用氢化物发生-原子荧光光谱法测定钢铁及合金中铋和砷含量的方法。

本方法适用于钢铁及镍基合金中铋和砷含量的测定。铋测定质量分数范围:0.000 05%~0.01%;砷测定质量分数范围:0.000 05%~0.01%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 的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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

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 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996,IDT)

3 原理

试料用盐酸、硝酸溶解,加入硫代氨基脲抑制基体元素的干扰,用磷酸络合钨等易水解元素,用抗坏血酸溶液将砷(V)还原为砷(III)。用硼氢化钾作为还原剂,还原生成铋、砷的氢化物,由载气(氩气)带入石英原子化器中原子化,在专用铋、砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,测定其原子荧光强度。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为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 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL。

4.4 磷酸, ρ 约 1.69 g/mL。

4.5 氢溴酸, ρ 约 1.49 g/mL。

4.6 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(4.3)及 120 mL 磷酸(4.4),冷却至室温,边搅拌边加入 20 mL 氢溴酸(4.5),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。用少量水吹洗表皿及杯壁,加热蒸发至冒硫酸白烟,重复(2~3)次,除去残存的氢溴酸。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。