

ICS 77.040.30  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.1—2006

GB/T 20127.1—2006

## 钢铁及合金 痕量元素的测定 第 1 部分：石墨炉原子吸收光谱法 测定银含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—  
Part 1: Determination of silver content by graphite furnace  
atomic absorption spectrometric method

中华人民共和国  
国家标准  
钢铁及合金 痕量元素的测定  
第 1 部分：石墨炉原子吸收光谱法  
测定银含量

GB/T 20127.1—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.bzcb.com](http://www.bzcb.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 14 千字  
2006 年 8 月第一版 2006 年 8 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-27781 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 20127.1—2006

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

附录 B  
(资料性附录)

石墨炉原子吸收法测定银含量精密度试验原始数据

表 B.1

实验室	银含量(质量分数)/%		
	0.0001	0.0005	0.001
1	0.000120	0.000468	0.001037
	0.000108	0.000567	0.000902
	0.000117	0.000562	0.000906
	0.000116	0.000429	0.001010
2	0.000107	0.000443	0.000971
	0.000084	0.000429	0.000920
	0.000098	0.000429	0.000871
	0.000072	0.000425	0.000861
3	0.000088	0.000470	0.000970
	0.000092	0.000480	0.000980
	0.000092	0.000470	0.000970
	0.000100	0.000480	0.000990
4	0.000088	0.000480	0.000980
	0.000100	0.000510	0.000990
	0.000104	0.000530	0.001000
	0.000108	0.000550	0.001000
5	0.000087	0.000500	0.000890
	0.000093	0.000520	0.000850
	0.000098	0.000520	0.000910
	0.000100	0.000550	0.000950
6	0.000110	0.000550	0.000910
	0.000120	0.000560	0.000880
	0.000095	0.000510	0.000950
	0.000100	0.000520	0.000940
7	0.000121	0.000555	0.000873
	0.000105	0.000450	0.000963
	0.000113	0.000471	0.000870
	0.000110	0.000521	0.000902

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：电感耦合等离子体发射光谱法测定钙、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：电感耦合等离子体发射光谱法测定钨含量；
- 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 1 部分。

本部分的附录 A、附录 B 为资料性附录。

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：中国科学院金属研究所、山东省冶金科学研究院。

本部分主要起草人：罗倩华、刘正、陈玉红。

每份溶液测三次,使用背景校正方式。用峰高方式或峰面积方式记录吸光度读数。根据数值大小依次排列( $X1 < X2 < X3$ ),用 Dixon 方式检验最小值  $X1$  与最大值  $X3$  之间是否离群,即 $(X3 - X2)/(X3 - X1)$ 或 $(X2 - X1)/(X3 - X1)$

若比值低于 0.970,取三次测定的平均值。若比值高于 0.970,舍去离群值,取剩余两数的平均值。

在测量完高含量样品后运行空烧程序,检查仪器是否有记忆效应。若有必要,重新设置零点基线。

以试样溶液和空白试验溶液的吸光度差值,在银的校准曲线上查出银的浓度。

#### 7.3.3.4 校准曲线的绘制

每份校准溶液(溶液 S)重复三次测定,计算平均值。

以银浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标,以校准溶液吸光度平均值和零校准溶液吸光度的平均值的差值为纵坐标绘制校准曲线。

### 8 结果计算

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

$$w_{\text{Ag}} = \frac{\rho_{\text{Ag}} \times V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_{\text{Ag}}$ ——在校准曲线上查得试液中银的浓度的数值,单位为纳克/毫升( $\text{ng/mL}$ );

$V$ ——试液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克( $\text{g}$ )。

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 8 个实验室对银含量的 3 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379 的规定各实验室对银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 B(资料性附录)。原始数据按照 GB/T 6379 进行统计分析,精密度结果见表 3。

表 3 精密度

银含量(质量分数)/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.000 1	0.000 024	0.000 034
0.000 5	0.000 091	0.000 12
0.001	0.000 11	0.000 14

在以上表 3 给出的范围内,重复性限  $r$ 、再现性限  $R$  采用线性内插法求得。

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

实验报告应包括以下内容:

- 识别样品、实验室及分析数据所需的全部资料;
- 引用本部分所用得的方法;
- 结果及表达形式;
- 测量过程中观察到的异常现象;
- 任何本部分中未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

## 钢铁及合金 痕量元素的测定 第 1 部分:石墨炉原子吸收光谱法 测定银含量

### 1 范围

本部分规定了用石墨炉原子吸收光谱法测定银含量的方法。

本方法适用于高温合金中质量分数为 0.0001 %~0.001 %银含量的测定。

### 2 规范性引用标准

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术语

GB/T 15337 原子吸收光谱分析法通则

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

试料用适宜比例的盐酸和硝酸的混合酸溶解,蒸干,用硝酸溶解盐类。将溶液引入电热原子化器,使用背景校正,用原子吸收光谱仪于 328.1 nm 波长处测量银的吸光度。

### 4 试剂与材料

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 银标准溶液

4.3.1 银贮备溶液,1 000.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

称取 1.000 0 g 纯银(质量分数为大于 99.9%),于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 水,加 20 mL 硝酸(4.2),加热溶解,除去氮的氧化物。冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。贮存于黑色或深褐色瓶中。

此贮备溶液 1 mL 含 1 000.0  $\mu\text{g}$  银。

4.3.2 银标准溶液 A,100.0  $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.00 mL 银贮备溶液(4.3.1)置于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 100.0  $\mu\text{g}$  银。

4.3.3 银标准溶液 B,10.00  $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.00 mL 银标准溶液 A(4.3.2)置于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 10.00  $\mu\text{g}$  银。

4.3.4 银标准溶液 C,1.00  $\mu\text{g/mL}$ 。