



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.29—2008
代替 GB/T 223.29—1984

钢铁及合金 铅含量的测定 载体沉淀-二甲酚橙分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of lead content—
Carrier precipitation-xylene orange spectrophotometric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 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 的本部分代替 GB/T 223.29—1984《钢铁及合金化学分析方法 载体沉淀-二甲酚橙光度法测定铅量》。

本部分与 GB/T 223.29—1984 相比较,主要进行了以下修改:

——增加了分析中对试剂和水的说明内容及标准溶液的标题,规范了试剂的表述,并修改溶液浓度的表示方法;

——修改了称取试料量表示;

——修改结果计算式中量的表示。

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:中国钢研科技集团公司。

本部分主要起草人:闫冬霞、柯瑞华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 223.29—1984。

钢铁及合金 铅含量的测定

载体沉淀-二甲酚橙分光光度法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用载体沉淀-二甲酚橙分光光度法测定铅含量。

本部分适用于碳钢、合金钢、高温合金和精密合金中质量分数为 0.000 5%~0.25% 铅含量的测定。

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 20066 钢和铁 化学成分测定用试料的取样和制样方法

3 原理

在硫酸介质中,以锶为载体沉淀分离铅,用碳酸钾转化硫酸盐为碳酸盐,用盐酸溶解。在 pH 值为 (5.2~5.5) 时,铅与二甲酚橙生成橙红色络合物,测量其吸光度。

显色液中,钴含量小于 3 μg ,镍含量、铁含量、钼含量各小于 5 μg ,锡含量、锰含量各小于 10 μg ,钒含量、铝含量各小于 15 μg ,铬含量小于 20 μg ,钛含量小于 24 μg ,钨含量、铜含量、硅含量、砷含量各小于 30 μg ,锌含量小于 50 μg ,钙含量、镁含量各小于 300 μg ,钠含量小于 3 mg,钾含量小于 5 mg,对测定无影响。锑由于水解,使显色液发浑影响测定。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 4.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,优级纯。
- 4.2 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,优级纯,稀释为 1+1。
- 4.3 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,优级纯,稀释为 1+10。
- 4.4 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,优级纯,稀释为 5+95。
- 4.5 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL,优级纯。
- 4.6 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL,优级纯。
- 4.7 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL,优级纯,稀释为 1+100。
- 4.8 磷酸, ρ 约 1.70 g/mL,优级纯。
- 4.9 氨水, ρ 约 0.90 g/mL,优级纯。
- 4.10 氨水, ρ 约 0.90 g/mL,优级纯,稀释为 1+10。
- 4.11 氯化锶溶液,15 g/L。称取 3 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水中并稀释至 200 mL,混匀。
- 4.12 碳酸钾(优级纯)溶液,100 g/L。
- 4.13 碳酸钾(优级纯)溶液,10 g/L。

- 4.14 乙酸-乙酸钠缓冲溶液, pH 值=5.3。称取 116 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 10 mL 冰乙酸,稀释至 1 L,混匀,于 pH 计上调节 pH 值为 5.3。
- 4.15 百里酚蓝溶液, 1 g/L,用乙醇(1+4)配制。
- 4.16 抗坏血酸溶液, 10 g/L,用时配制。
- 4.17 亚铁氰化钾溶液, 1 g/L,用时配制。
- 4.18 氟化铵溶液, 5 g/L,存储于塑料瓶中。
- 4.19 二甲酚橙溶液, 0.5 g/L。
- 4.20 铅标准溶液
- 4.20.1 铅储备液, 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取 0.500 0 g 纯铅(质量分数大于 99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+1)溶解,煮沸驱除氮氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 铅。
- 4.20.2 铅标准溶液, 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。移取 20.00 mL 铅储备液 A(4.20.1),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 μg 铅。

5 仪器

分光光度计。

6 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的钢国家标准取制样。

7 操作步骤

7.1 试料量

按表 1 称取试料量,精确至 0.000 1 g。

表 1

铅的质量分数/%	试料量/g
0.000 5~0.001	2.000
>0.001~0.01	1.000
>0.01~0.05	0.500
>0.05~0.10	0.200
>0.10~0.25	0.100

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料置于 300 mL 石英或不含铅的烧杯中,根据称取试料量加入 15 mL~70 mL 适宜比例的盐酸(4.1)、硝酸(4.5)混合酸,缓慢加热溶解,取下稍冷,加入 10 mL 磷酸(4.8)、20 mL 硫酸(4.6),混匀。于电热板上加热至冒硫酸烟,取下冷却。

7.3.2 加水低温溶解盐类,稀释至体积约 150 mL,加热煮沸,在不断搅拌下,加入 10 mL 氯化锶溶液(4.11),煮沸 2 min~5 min,于低温电热板上保温 1 h 后,冷却至室温,冷却过程中注意搅拌几次。

7.3.3 用慢速滤纸过滤,用硫酸(4.7)洗涤烧杯及沉淀数次,水洗 2~3 次。打开滤纸将沉淀用水仔细冲入原烧杯中,充分洗净滤纸。加入 25 mL 碳酸钾溶液(4.12),加热至沸,微沸 1 min~2 min,于低温电热板上保温 30 min,冷却至室温。

7.3.4 用盐酸(4.1)中和并过量 1 mL,加热使沉淀溶解,用水稀释至体积约 100 mL,加 10 mL~15 mL 硫酸(4.6),煮沸 2 min~5 min,于低温电热板上保温 1 h,冷却至室温,冷却过程中注意搅拌几次。以下按 7.3.3 进行(如称取 0.100 0 g~0.200 0 g 时,可省去此款操作)。

7.3.5 用慢速滤纸过滤并将沉淀全部移入滤纸上,用擦棒擦净烧杯,用碳酸钾溶液(4.13)洗涤烧杯及沉淀数次,水洗(2~3)次。用8 mL~10 mL热盐酸(4.4)分5次溶解沉淀于25 mL容量瓶中,用水洗涤滤纸(3~4)次,总体积不超过15 mL(称取的试料中,含铅超过50 μg时,则需将溶液稀释至刻度,混匀,分取5 mL显色)。

7.3.6 加入1滴~2滴百里酚蓝溶液(4.15),用氨水(4.9)中和至黄色,用盐酸(4.3)中和至微红色,再用氨水(4.10)中和至黄色。加入1 mL抗坏血酸溶液(4.16)、1 mL亚铁氰化钾溶液(4.17)、3 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.14),用水稀释至约22 mL,混匀,加入1 mL氟化铵溶液(4.18)、1.0 mL二甲酚橙溶液(4.19),稀释至刻度,混匀。放置10 min,将部分溶液移入3 cm吸收皿(含量高时用2 cm吸收皿)中,以水为参比,于分光光度计波长580 nm处测量其吸光度,减去随同试料所做空白的吸光度。从校准曲线上查出相应的铅量。

7.4 工作曲线的绘制

移取0、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL铅标准溶液(4.20.2),分别置于7个25 mL容量瓶中,用水调节至体积约5 mL,以下按7.3.6款进行,测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度。以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 结果计算

铅含量以质量分数 w_{Pb} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Pb} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- V ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_1 ——从校准曲线上查得的铅量,单位为克(g);
- m ——试料量,单位为克(g)。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。用标准试样校验时,结果偏差不得超过表2所列允许差得二分之一。

表 2 %

铅含量(质量分数)	允许差	铅含量(质量分数)	允许差
0.000 5~0.002 5	0.000 3	>0.025~0.050	0.010
>0.002 5~0.005	0.000 8	>0.050~0.100	0.015
>0.005~0.010	0.002	>0.100~0.250	0.025
>0.010~0.025	0.004		

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任意的操作。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 铅 含 量 的 测 定
载 体 沉 淀 - 二 甲 酚 橙 分 光 光 度 法
GB/T 223.29—2008

*

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.spc.net.cn

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 0.5 字 数 7 千 字
2008 年 8 月 第 一 版 2008 年 8 月 第 一 次 印 刷

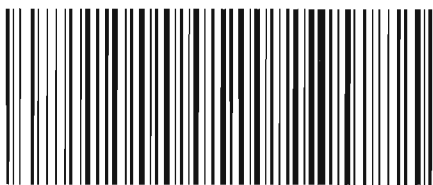
*

书 号 : 155066 · 1-32344 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 223.29—2008