



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.7—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定 第7部分：示波极谱法测定铅含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 7: Determination of lead content by oscillopolarographic 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 光度法测定镉含量；
- 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 7 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、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：余定志、钱承敬、方静。

钢铁及合金 痕量元素的测定

第7部分：示波极谱法测定铅含量

1 范围

本部分规定了用示波极谱法测定铅含量的方法。

本方法适用于高温合金中质量分数为0.0001%~0.010%的铅含量的测定。

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。凡是注明日期的引用文件，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各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，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

试样以适宜比例的盐酸、硝酸混合酸溶解。在大于1.2 mol/L硫酸溶液中，以镉为载体沉淀铅与其它元素分离，用碳酸钾将硫酸铅转化为可分解的碳酸铅，在含有酒石酸和碘化钾的盐酸介质中进行示波极谱法测定。

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， ρ 约1.19 g/mL。

4.2 硝酸， ρ 约1.42 g/mL。

4.3 磷酸， ρ 约1.87 g/mL。

4.4 硫酸， ρ 约1.84 g/mL。

4.5 氢氟酸， ρ 约1.14 g/mL。

4.6 盐酸，1+1。

4.7 盐酸，1+5。

4.8 硫酸，1+100。

4.9 氯化镉溶液，1.5 g/L。

称取3 g氯化镉($\text{SeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水稀释至200 mL，混匀。

4.10 碳酸钾溶液，100 g/L。

4.11 碳酸钾溶液，10 g/L。以碳酸钾(4.10)稀释。

4.12 混合底液

称取3 g酒石酸，0.5 g碘化钾，0.1 g抗坏血酸，用水溶解，稀释至100 mL。

4.13 铅标准溶液

4.13.1 铅贮备溶液，100.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取0.1000 g金属铅(铅质量分数不小于99.9%)于100 mL烧杯中，加入5 mL水，加5 mL硝酸(4.2)溶解，煮沸驱尽氮氧化物，冷却，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

此贮备溶液 1 mL 含 100.0 μg 铅。

4.13.2 铅标准溶液, 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

移取 10.00 mL 铅标准溶液(4.13.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

此溶液 1 mL 含 1.00 μg 铅。

5 仪器

示波极谱仪:

滴汞、饱和甘汞、铂丝三电极体系。

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 试料量

含铅量(质量分数)/%	试料量/g
0.000 1~0.001	0.50
0.002~0.010	0.10

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 溶样

将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中(含铈试样用聚四氟乙烯烧杯),加入 20 mL 适宜比例的盐酸(4.1)、硝酸(4.2),缓慢加热至试样完全溶解,加入 5 mL 磷酸(4.3)(无铈时可不加),加热煮沸 5~10 min,取下稍冷,加 10 mL 硫酸(4.4),混匀,于电热板上蒸发至冒硫酸烟,取下冷却。

7.3.2 沉淀分离

加入约 10 mL 水低温充分溶解盐类,用水稀释至体积约 75 mL,含铈试样加 1 mL 氢氟酸(4.5),加热至沸,在不断搅拌下,加入 5 mL 氯化镉溶液(4.9)煮沸 2~3 min,于低温电热板上保温 1 h,取下,冷却至室温,冷却过程中需搅拌几次,用慢速滤纸过滤,用硫酸(4.8)洗涤 150 mL 烧杯及沉淀数次,水洗 3 次,打开滤纸,用水将沉淀充分冲洗入 150 mL 烧杯中。

7.3.3 沉淀转化

加 10 mL 碳酸钾溶液(4.10)于 150 mL 原烧杯中,加热至沸,微沸 1~2 min,取下,冷却至室温,冷却过程中要不时搅拌几次。用慢速滤纸过滤,用碳酸钾溶液(4.11)洗涤烧杯及沉淀数次,水洗 3 次。用约 2 mL 盐酸(4.7)溶解 150 mL 烧杯中残留的沉淀,将溶液转移至滤纸上,用 25 mL 烧杯收集溶液,用热盐酸(4.7)分数次溶解沉淀,用水洗 150 mL 烧杯及滤纸 3~4 次。

7.3.4 示波极谱法测定

将收集液蒸干,冷却。加入 6 滴盐酸(4.6),准确加入 10.00 mL 混合底液(4.12),混匀。

在示波极谱仪上,原始电位 -0.34 V ,记录二次导数极谱电流,测量 -0.54 V (US. SCE)处电流峰高 h ,记录倍率 s 。

试样溶液的电流峰值($h_i \times s_i$)减去空白溶液的电流峰值($h_0 \times s_0$),得到净电流峰值($h_n \times s_n$),从工作曲线上查出相应的铅的质量。

7.4 工作曲线的绘制

移取 0、0.50、1.00、3.00、5.00、7.00、10.00 mL 铅标准溶液(4.13.2)置于 25 mL 烧杯中,蒸干,冷却,以下操作按 7.3.4 进行。

以铅质量为横坐标,测得的电流峰值($h \times s$)减去零校准溶液的电流峰值后得到的净电流峰值为纵坐标,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:

$$w_{Pb} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铅的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——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 个实验室对铅含量的 3 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379 的规定各实验室对铅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

铅含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
0.000 20	7.645 E-05	9.93 E-05
0.001 12	0.000 21	0.000 25
0.009 22	0.000 61	0.001 12

在以上表 2 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

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)

示波极谱法测定铅含量精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	铅含量(质量分数)/%		
		0.000 20	0.001 12
1	0.000 20	0.000 98	0.009 4
	0.000 22	0.001 13	0.009 7
	0.000 20	0.001 06	0.009 8
	0.000 21	0.001 18	0.009 9
	0.000 18	0.001 03	0.009 0
2	0.000 19	0.001 19	0.009 1
	0.000 18	0.001 20	0.009 3
	0.000 18	0.001 14	0.009 6
	0.000 18	0.001 00	0.009 0
3	0.000 22	0.001 20	0.009 3
	0.000 18	0.001 18	0.009 1
	0.000 28	0.001 23	0.009 4
	0.000 18	0.001 15	0.009 6
4	0.000 21	0.001 09	0.008 8
	0.000 22	0.000 97	0.009 4
	0.000 22	0.001 03	0.009 3
	0.000 24	0.001 20	0.009 4
5	0.000 20	0.001 15	0.009 3
	0.000 28	0.001 29	0.009 5
	0.000 21	0.001 19	0.009 2
6	0.000 17	0.001 09	0.008 8
	0.000 18	0.001 03	0.008 4
	0.000 14	0.001 05	0.008 6
	0.000 15	0.001 07	0.008 6