

UDC 546.831.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.13—92

锆及锆合金化学分析方法 示波极谱法测定铅量

Zirconium and zirconium alloys—Determination
of lead content—Oscillopolarographic method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 示波极谱法测定铅量

GB/T 13747.13—92

Zirconium and zirconium alloys—Determination
of lead content—Oscillopolarographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中铅含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中铅含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.030%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料以氢氟酸溶解,用柠檬酸铵掩蔽锆,在 pH9~10 的氨性介质中,用双硫脲-三氯甲烷萃取分离铅,在稀盐酸底液中用示波极谱法测定铅。

4 试剂

4.1 氢氟酸(ρ 1.15g/mL),优级纯。

4.2 硝酸(ρ 1.42g/mL),优级纯。

4.3 高氯酸(ρ 1.68g/mL),优级纯。

4.4 氨水(ρ 0.9g/mL):液氨经蒸馏水吸收提纯。

4.5 盐酸($c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$),优级纯。

4.6 柠檬酸三铵溶液(300g/L):称取 150g 柠檬酸三铵溶于约 300mL 水中,加入 100mL 饱和硼酸(优级纯)溶液,以水稀释至 500mL 体积,混匀。

4.7 双硫脲-三氯甲烷萃取剂(0.5g/L):称取 2.5g 双硫脲溶于约 400mL 三氯甲烷中,移入 1 000mL 分液漏斗中。加入 200mL 氨水(1+9),振荡 3min。分层后将有机相放入另一个分液漏斗中,水相放入 500mL 烧杯中保留。有机相中再加入 200mL 氨水(1+9)提取一次,弃去有机相。合并水相,用脱脂棉滤去不溶物。滴加盐酸使水相酸化,双硫脲沉淀完全后移入分液漏斗中。分二次共加入 500mL 三氯甲烷振荡提取,使双硫脲溶于有机相。合并有机相,用 500mL 水振荡洗涤一次,有机相于棕色瓶中密封保存。此有机相 1L 含 5g 双硫脲,用时以三氯甲烷稀释配制。

4.8 柠檬酸铵-氨水洗涤液:每 100mL 溶液中含有 3g 柠檬酸铵、1mL 氨水(4.4)。

4.9 铅标准溶液 A:称取 0.100 0g 金属铅(>99.9%)溶于 30mL 硝酸(1+2)中,加热除去氮的氧化物,冷却。移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μg 铅。

4.10 铅标准溶液 B:移取 50.0mL 铅标准溶液 A(4.9)于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此

国家技术监督局 1992-11-05 批准

1993-06-01 实施