



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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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

GB/T 20127.7—2006

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 西 城 区 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号

邮 政 编 码 : 100045

<http://www.spc.net.cn>

电 话 : (010)51299090、68522006

2006 年 8 月 第 一 版

*

书 号 : 155066 · 1-27806

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68522006

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 光度法测定镓含量；
- 第 6 部分：没食子酸-示波极谱法测定锗含量；
- 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 0.000 1%~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 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，以铟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 氯化铟溶液，1.5 g/L。

称取 3 g 氯化铟($\text{SeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水中稀至 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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，摇匀。