

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法
极谱法测定铅量UDC 669.15/27
:543.06

GB 7731.14—88

Methods for chemical analysis of ferrotungsten
The polarographic method for the determination of lead content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了极谱法测定铅量。

本标准适用于钨铁中铅量的测定。测定范围：0.001%~0.05%。

2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解，高氯酸发烟，加入酒石酸，用氢氧化钠调酸度，溶解钨酸。在 pH7.5~8.0 的情况下，以硝酸铜为载体，用硫代乙酰胺沉淀铅与干扰元素分离。再以铁为载体，用氢氧化铵分离铜。在高氯酸和磷酸底液中以氮气除氧，在波电位值为 -0.51 V 情况下进行示波极谱分析。

3 试剂

- 3.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 盐酸(1+2)。
- 3.5 盐酸、硝酸混合酸(3+1)。
- 3.6 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.7 磷酸溶液(1 mol/L)。
- 3.8 氢氧化铵(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.9 氢氧化铵(1+2)。
- 3.10 氢氧化铵(1+100)。
- 3.11 氢氧化铵(1+200)。
- 3.12 氢氧化钠溶液(250 g/L)。
- 3.13 硝酸铜溶液(10 g/L)。
- 3.14 硝酸铁溶液(1 g/L)。
称取 1 g 硝酸铁，溶解在 50 mL 水中，加入 5 mL 硝酸，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 3.15 酒石酸溶液(500 g/L)。
- 3.16 柠檬酸溶液(500 g/L)。
- 3.17 硫代乙酰胺溶液(20 g/L)。
- 3.18 铅标准溶液

中华人民共和国冶金工业部1988-12-20批准

1990-01-01实施

GB 7731.14—88

3.18.1 称取 0.100 0 g 光谱纯铅,置于 200 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸(3.2)溶解后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铅。

3.18.2 移取 20.00 mL 铅标准溶液(3.18.1)于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 0.001 mg 铅。

3.19 氮气、氩气(不含氧)。

4 仪器

示波极谱仪。

5 试样

试样应通过 0.088 mm 筛孔。

6 分析步骤

6.1 安全措施

使用高氯酸必须在通风柜内进行,注意防火。

6.2 试样量

按表 1 称取试样量。

表 1

铅 量, %	试样量, g
0.001~0.005	1.000
>0.005~0.05	0.500

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 校正试验

随同试样测定同时验证工作曲线。

6.5 测定

6.5.1 将试样(6.2)置于 200 mL 铂皿中,加入 5 mL 硝酸(3.2)滴加 5 mL 氢氟酸(3.1),加热溶解,加入 10 mL 高氯酸(3.6)加热蒸发冒高氯酸烟至近干,取下冷却,加入 10 mL 盐酸(3.3)溶解盐类,将溶液移入 250 mL 烧杯中,用水冲洗铂皿,再滴加氢氧化钠溶液(3.12),溶解铂皿内壁的少量钨酸,并用水冲洗干净,保持溶液体积在 100 mL 左右,加入 15 mL 酒石酸溶液(3.15),用氢氧化钠溶液(3.12)使钨酸沉淀完全溶解,加热煮沸 2 min,取下冷却,用盐酸(3.3)中和使刚果红试纸变成蓝色,加入 20 mL 柠檬酸溶液(3.16)、2 mL 硝酸铜溶液(3.13),用氢氧化铵(3.9)继续中和至 pH7.5~8.0,然后加入 10 mL 硫代乙酰胺溶液(3.17),在 80~90℃ 温度下,保温静置 10~15 min,再加入 10 mL 硫代乙酰胺溶液(3.17)将溶液在 40~50℃ 温度下,保温静置 2 h。

6.5.2 沉淀用双层定量滤纸过滤,用冷氢氧化铵(3.11)洗涤 7~10 次。滤纸上沉淀用 20 mL 盐酸、硝酸混合酸(3.5),分 3 次溶解沉淀于原烧杯中,用热水洗净滤纸,溶液加热蒸发至干,取下,加入 10 mL 硝酸(3.2)蒸发至干,再加入 10 mL 硝酸(3.2)然后蒸发至干,取下,加入 10 mL 硝酸(3.2)加热溶解盐类,加水至 150 mL,加入 20 mL 硝酸铁溶液(3.14),用氢氧化铵(3.8)中和至铁沉淀出现后过量 10 mL,加热煮沸后,立即取下,用定量滤纸过滤,用热氢氧化铵(3.10)洗涤 7~10 次。

6.5.3 滤纸上沉淀物,用 15 mL 热盐酸(3.4)分 3 次溶解于原烧杯中,用热水洗净滤纸,加入 2 mL 高

GB 7731.14—88

氯酸(3.6),加热蒸发至出现高氯酸烟时,立即取下,稍冷,加入10 mL磷酸溶液(3.7)溶解盐类,冷却至室温,将溶液移入50 mL容量瓶中,用磷酸溶液(3.7)稀释至刻度,混匀。

6.5.4 取溶液(6.5.3)置于电解池中,通入氮气或氩气5 min。在波电位值为-0.51V,汞阴极的条件下测量波高。

6.5.5 减去随同试验所测得的空白试验波高,从工作曲线上查得相应的铅量。

6.6 工作曲线的绘制

6.6.1 移取0,1.00,3.00,5.00,7.00,9.00 mL铅标准溶液(3.18.2)。

6.6.2 移取5.00,10.00,15.00,20.00,25.00 mL铅标准溶液(3.18.2)。

6.6.3 将上述溶液各置于250 mL烧杯中,加入100 mL水、2 mL硝酸铜溶液(3.13),用氢氧化铵(3.9)中和至pH7.5~8.0,以下按6.5.1中自加入硫代乙酰胺溶液起到6.5.4为止进行极谱分析。减去试剂空白的波高,以铅量为横坐标,波高作为纵坐标,绘制工作曲线。

7 结果计算

铅的百分含量Pb(%)按下式计算:

$$Pb = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铅量,g;

m_0 ——试样量,g。

8 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。

表 2

%

铅 量	允许差
0.001~0.0025	0.001
>0.0025~0.005	0.002
>0.005~0.01	0.003
>0.01~0.02	0.005
>0.02~0.05	0.007

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人郎益臣。

本标准等效采用苏联标准ГОСТ 14638.11—84《钨铁中铅的测定》。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7731.14—88 I