

中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.14—2008 代替 GB/T 7731.14—1988

钨铁 铅含量的测定 极谱法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

Ferrotungsten—Determination of lead content—The polarographic method and inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

2008-05-13 发布 2008-11-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准 钨铁 铅含量的测定 极谱法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 7731.14—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 0.75 字数 15 千字 2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-32326

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

前 言

- 本部分代替 GB/T 7731.14—1988《钨铁化学分析方法 极谱法测定铅量》。
- 本部分与 GB/T 7731.14—1988 比较,主要变化如下:
- ——新增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- ——采用标准文本格式进行了文字修订。
- 本部分附录A是资料性附录。
- 本部分由中国钢铁工业协会提出。
- 本部分由冶金工业信息标准研究院归口。
- 本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。
- 本部分主要起草人:唐华应、方艳、刘惠丽、张映霞。
- 本部分所代替标准的历次版本发布情况为:
- GB/T 7731.14—1988。

钨铁 铅含量的测定 极谱法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

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

本部分规定了用极谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨铁中的铅量。

本部分适用于钨铁中铅含量的测定。测定范围(质量分数): $0.001\%\sim0.12\%$ 。其中极谱法适用于质量分数 $0.001\%\sim0.05\%$ 铅含量的测定;电感耦合等离子体原子发射光谱法适用于质量分数 $0.010\%\sim0.12\%$ 铅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本部分中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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一:极谱法

3.1 原理

试料用硝酸-氢氟酸溶解,高氯酸冒烟,加入酒石酸,用氢氧化钠调酸度,溶解钨酸。在 pH7.5~ pH8.0 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,用氨水分离铜。在高氯酸和磷酸底液中以氮气除氧,在峰电位值为一0.51 V处,进行示波极谱法测定。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 3.2.1 氢氟酸,ρ1.15 g/mL。
- 3.2.2 硝酸,ρ1.42 g/mL。
- 3.2.3 高氯酸,ρ1.67 g/mL。
- 3.2.4 盐酸,1+1。
- 3.2.5 盐酸,1+2。
- 3.2.6 盐酸-硝酸混合酸,3+1。
- 3.2.7 磷酸溶液,1 mol/L。
- 3.2.8 氨水,ρ0.90 g/mL。
- 3.2.9 氨水,1+2。
- 3.2.10 氨水,1+100。
- 3.2.11 氨水,1+200。
- 3.2.12 氢氧化钠溶液,250 g/L,贮于塑料瓶中。
- 3.2.13 硝酸铜溶液,10 g/L。
- 3. 2. 14 硝酸铁溶液,1 g/L,称取 1 g 硝酸铁,溶解于 50 mL 水中,加入 5 mL 硝酸,移入 1 000 mL 容量 瓶中,以水稀释至刻度,混匀。