



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.13—2017  
代替 GB/T 13747.13—1992

## 锆及锆合金化学分析方法 第 13 部分：铅量的测定 极谱法

Methods for chemical analysis of zirconium and zirconium alloys—  
Part 13: Determination of lead content—  
Polarography

2017-09-29 发布

2018-04-01 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 13747《锆及锆合金化学分析方法》拟分为 27 部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铬量的测定 二苯卡巴肼分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第 6 部分：铜量的测定 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 9 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 12 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铅量的测定 极谱法；
- 第 14 部分：铀量的测定 极谱法；
- 第 15 部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第 16 部分：氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法；
- 第 17 部分：镉量的测定 极谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 苯甲酰苯基羟胺分光光度法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 20 部分：钪量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 22 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 23 部分：氮量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第 24 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 25 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：痕量杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 13747 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13747.13—1992《锆及锆合金化学分析方法 示波极谱法测定铅量》。本部分与 GB/T 13747.13—1992 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了“引用标准”(1992 年版的第 2 章)；
- 增加了试样条款(见第 5 章)；
- 增加精密度条款(见第 8 章,1992 年版的第 8 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 9 章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

**GB/T 13747.13—2017**

本部分起草单位：西部金属材料股份有限公司、湖南出入境检验检疫局、西北有色金属研究院、广东省工业分析检测中心、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：刘厚勇、杨军红、王晓飞、翟通德、杨万彪、吕小园、王金磊、杨平平、熊晓燕、庄艾春、李敏、刘玮。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13747.13—1992。

# 锆及锆合金化学分析方法

## 第 13 部分:铅量的测定

### 极谱法

#### 1 范围

GB/T 13747 的本部分规定了锆及锆合金中铅量的测定。

本部分适用于海绵锆、锆及锆合金中铅量的测定。测定范围:0.000 5%~0.030%。

#### 2 方法提要

试料以氢氟酸溶解,用柠檬酸铵掩蔽锆,在 pH 为 9~10 的氨性介质中,用双硫脲-三氯甲烷萃取分离铅,在稀盐酸底液中用线性扫描极谱法测定铅。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

- 3.1 氢氟酸( $\rho=1.15$  g/mL)。
- 3.2 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。
- 3.3 高氯酸( $\rho=1.68$  g/mL)。
- 3.4 氨水( $\rho=0.9$  g/mL):液氨经蒸馏水吸收提纯。
- 3.5 盐酸[ $c(\text{HCl})=0.5$  mol/L]。
- 3.6 柠檬酸三铵溶液(300 g/L):称取 150 g 柠檬酸三铵溶于约 300 mL 水中,加入 100 mL 饱和硼酸溶液,以水稀释至 500 mL 体积,混匀。
- 3.7 双硫脲-三氯甲烷萃取剂(0.5 g/L):称取 2.5 g 双硫脲溶于约 400 mL 三氯甲烷中,移入 1 000 mL 分液漏斗中。加入 200 mL 氨水(1+9),振荡 3 min。分层后将有机相放入另一个分液漏斗中,水相放入 500 mL 烧杯中保留。有机相中再加入 200 mL 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。分两次共加入 500 mL 三氯甲烷振荡提取,使双硫脲溶于有机相。合并有机相,用 500 mL 水振荡洗涤一次,有机相于棕色瓶中密封保存。此有机相 1 L 含 5 g 双硫脲,用时以三氯甲烷稀释配制。
- 3.8 柠檬酸铵-氨水洗涤液:每 100 mL 溶液中含有 3 g 柠檬酸铵、1 mL 氨水(3.4)。
- 3.9 铅标准溶液 A:称取 0.100 0 g 金属铅( $w_{\text{Pb}}\geq 99.9\%$ )溶于 30 mL 硝酸(1+2)中,加热除去氮的氧化物,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铅。
- 3.10 铅标准溶液 B:移取 50.00 mL 铅标准溶液 A(3.9)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  铅。
- 3.11 氮气(体积分数 $\geq 99.99\%$ )。

#### 4 仪器

极谱分析仪。附滴汞电极、汞池阳极或三电极体系。