



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.6—2006

---

## 钢铁及合金 痕量元素的测定 第6部分:没食子酸-示波极谱法测定锗含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—  
Part 6: Determination of germanium content by gallic acid 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

## 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 6 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、阎冬霞。

# 钢铁及合金 痕量元素的测定

## 第6部分:没食子酸-示波极谱法测定锆含量

### 1 范围

本部分规定了用没食子酸-示波极谱法测定高温合金中的锆含量。

本方法适用于高温合金中质量分数为 0.000 05%~0.010%的锆的测定。

### 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

试料以氢氟酸、硝酸溶解。在 9 mol/L 盐酸溶液中,用四氯化碳萃取锆与其他元素分离,用水反萃取有机相中的锆。在稀硫酸介质中,锆(IV)-没食子酸络合物在钒(IV)及 EDTA 存在下产生灵敏度极高的催化电流,以此进行示波极谱测定。于示波极谱仪(导数),峰电位为-0.61 V 处,测量锆的极谱峰高。当锆含量 $>0.001\%$ 时,采用标准加入法进行直接测定。

### 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, $\rho$  约 1.19 g/mL。
- 4.2 硝酸, $\rho$  约 1.42 g/mL。
- 4.3 磷酸, $\rho$  约 1.87 g/mL。
- 4.4 氢氟酸, $\rho$  约 1.14 g/mL。
- 4.5 硫酸, $\rho$  约 1.84 g/mL。
- 4.6 盐酸,1+1。
- 4.7 硫酸,1+1。
- 4.8 硫酸,0.4 mol/L。
- 4.9 四氯化碳, $\rho$  约 1.60 g/mL,分析纯。
- 4.10 抗坏血酸,100 g/L。  
由分析纯的抗坏血酸配制,用时现配。
- 4.11 抗坏血酸,20 g/L。  
由分析纯的抗坏血酸配制,用时现配。
- 4.12 钒(V)溶液,0.1 mol/L。  
称取 11.7 g 偏钒酸铵溶于 300 mL~400 mL 将沸的水中。冷却后,加入 50 mL 盐酸(4.6),90 mL 抗坏血酸(4.10),完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.13 没食子酸溶液,10 g/L。