中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 方波极谱法连续测定铅、镉量

UDC 669.27:543.
.253:546.815
+546.48
GB 4324.1—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The square wave polarographic method for
the successive determination of lead
and cadmium contents**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中铅、镉量的测定。测定范围：0.00005～0.0030%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硫酸－硫酸铵分解，以柠檬酸络合主体钨，在pH 8～9时用双硫腙－苯溶液萃取铅、镉，在高氯酸－盐酸底液中进行方波极谱测定。

2 试剂与材料

2.1 硫酸铵，高纯。若无高纯硫酸铵，则按下述方法提纯：先配成50%硫酸铵水溶液，以氢氧化铵调至pH 8～9，用双硫腙－苯萃取液，反复萃取到双硫腙－苯溶液的绿色不变为止，过滤，静置过夜，吸用上层清液。

2.2 汞。

2.3 硫酸（比重1.84），高纯。

2.4 盐酸（比重1.19），特纯。

2.5 盐酸（1＋1），特纯。

2.6 氢氧化铵（1＋1），特纯。

2.7 柠檬酸（优级纯），溶液（50%）。

2.8 双硫腙－苯萃取液：称取0.5g双硫腙置于1000ml烧杯中，加400ml苯溶解后，移入1000ml分液漏斗中，每次加入150ml氢氧化铵（2＋98），振荡2 min，（反复4～5次），收集水相于1000ml烧杯中，弃去有机相，用盐酸（2.5）将水相酸化后，移入原分液漏斗中，用1000ml苯分数次提取双硫腙，合并有机相于棕色瓶中备用。若遇杂质高达技术条件标准上限的样品，可用双硫腙饱和溶液。

2.9 柠檬酸铵－氢氧化铵洗涤液：1000ml溶液中含有20g柠檬酸铵和5 ml氢氧化铵（比重0.90）。

2.10 高氯酸－盐酸底液：移取25ml高氯酸（比重1.67，优级纯），置于预先盛有500ml水的1000ml容量瓶中，加1 ml盐酸（1 M），用水稀释至刻度，混匀，备用。

2.11 酚红溶液（0.1%）：用氢氧化铵（2.6）配制。

2.12 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.13 铅标准溶液。

2.13.1 称取0.1000g金属铅（99.998%），置于250ml烧杯中，加入5 ml硝酸（1＋1），加热溶解后，蒸至近干，再反复加4 ml盐酸（2.4）蒸干2次，赶尽二氧化氮，加100ml盐酸（2.5）溶解铅盐，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg铅。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

2.13.2 移取10.00ml铅标准溶液（2.13.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1 μg铅。

2.14 镉标准溶液

2.14.1 称取0.1000g金属镉（99.99%），置于250ml烧杯中，加入20ml盐酸（1 + 3）溶解后，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg镉。

2.14.2 移取10.00ml镉标准溶液（2.14.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1 μg镉。

2.15 氮气（钢瓶装）。

3 仪器

方波极谱仪：灵敏度应不低于1×10^{-7}M。

4 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

5.2 试样量

按表1称取试样量。

表 1

铅、镉，%	镍，%	试样量，g
0.0001	<0.5	1.000
>0.0002	<0.5	1.000
>0.0002	>1.0	0.5000

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样（5.2）置于250ml烧杯中，加10g硫酸铵（2.1）、6 ml硫酸（2.3），置于电炉上加热至完全溶解。

5.4.2 取下稍冷，用水冲洗表皿及杯壁，加入8 ml柠檬酸溶液（2.7），滴加4滴酚酞溶液(2.11)，用氢氧化铵（2.6）和盐酸（2.5）调至溶液变为微红色，并过量2滴氢氧化铵（2.6）至pH 8 ~ 9，冷却。

5.4.3 将试液移入125ml分液漏斗中，用水稀释至80ml，加入15ml双硫腙－苯萃取液（2.8），萃取振荡3 min，连续萃取数次直至有机相绿色不变为止。

5.4.4 合并有机相于另一分液漏斗中，加入50ml柠檬酸铵－氢氧化铵洗涤液（2.9），振荡30s，弃去水相，再洗涤一次，弃去水相，加50ml蒸馏水，振荡15s，弃去水相。

5.4.5 有机相中加入2 ~ 5 ml高氯酸－盐酸底液（2.10）反萃取，振荡3 min。

5.4.6 将水相放入电解杯中，通氮气（2.15）5 ~ 10min除氧。

5.4.7 以汞池电极作参比，于－0.35～－0.90 V间记录极谱图。减去随同试样所做的空白后，从工作曲线查出相应的铅、隔量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 于一组125ml分液漏斗中，按表2加入铅、镉标准溶液（2.13.2或2.14.2），加入8 ml柠檬酸溶液（2.7）、4滴酚酞溶液（2.11），用氢氧化铵（2.6）调至溶液变为微红色，并过量2滴，以下按5.4.3（自用水稀释至80ml起）至5.4.6款进行。

5.5.2 减去试剂空白波高后以铅、镉量为横坐标，波高为纵坐标，绘制工作曲线。

表 2

铅、镉含量范围，%	0.00005～0.0002	0.0002～0.0006	0.0006～0.0015	0.0015～0.0030
铅、镉标准溶液	2.13.2 (2.14.2)	2.13.2 (2.14.2)	2.13.2 (2.14.2)	2.13.2 (2.14.2)
铅、镉标准溶液加入量 ml	0	0	0	0
	0.20	1.00	6.00	15.00
	0.50	2.00	8.00	20.00
	1.00	4.00	10.00	25.00
	2.00	6.00	15.00	30.00

6 分析结果的计算

6.1 按式（1）计算铅的百分含量：

$$Pb\ (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的铅量，g；

m——试样量，g。

6.2 按式（2）计算镉的百分含量：

$$Cd\ (\%) = \frac{m_2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m_2——从工作曲线上查得的镉量，g；

m——试样量，g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

%

铅、镉量	允 许 差
0.00005～0.00020	0.00004
>0.00020～0.00040	0.00015
>0.00040～0.00060	0.00020
>0.0006～0.00120	0.00025
>0.0012～0.0020	0.0003
>0.0020～0.0030	0.0004

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人彭奠坤。