



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.6—2004
代替 GB/T 12689.10—1990

锌及锌合金化学分析方法 铅量的测定 示波极谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
The determination of lead content—
The oscillopolarographic method

(ISO 715:1975, Zinc-Determination of lead content—
Polarographic method, MOD)

2004-04-30 发布

2004-10-01 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

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 6 部分。

本部分是对 GB/T 12689.10—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅量》修订。

本部分修改采用 ISO 715—1975《锌-铅含量-极谱法》。修改的内容是氯性底液极谱法为盐酸底液极谱法。

本部分与 GB/T 12689.10—1990 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了质量保证和控制条款;

——将火焰原子吸收光谱法修改为极谱法。测定范围由 0.002%~2% 修改为 0.0005%~3.00%。

本部分代替 GB/T 12689.10—1990。

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归口。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由白银公司西北铅锌冶炼厂起草。

本部分由水口山有色金属公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、株洲冶炼集团公司参加起草。

本部分主要起草人:陶明、郭月芳、牛艳红。

本部分主要验证人:张爱珍、谢德珍、张东光。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 473—1976;

——GB/T 12689.10—1990。

锌及锌合金化学分析方法 铅量的测定 示波极谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中铅含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中铅含量的测定。测定范围:0.0005%~3.00%。

2 方法原理

试料用盐酸溶解,加入抗坏血酸除氧,铅在3 mol/L盐酸溶液中,产生良好的极谱波,其半波电位为-0.46 V。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 抗坏血酸。

3.1.2 盐酸(1.19 g/mL),优级纯。

3.1.3 过氧化氢(30%)。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 盐酸(3 mol/L)。

3.3 标准溶液

3.3.1 铅标准贮存溶液:称取1.000 0 g 金属铅($\geqslant 99.99\%$)于400 mL烧杯中,加入25 mL硝酸(3.2.1)加热溶解,蒸至近干,加入10 mL盐酸(3.1.2)溶解盐类,冷却,移入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含2 mg铅。

3.3.2 铅标准溶液:移取10.00 mL铅标准贮存溶液(3.3.1)于250 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(3.1.2)蒸至近干,冷却,加入少量水,加热使盐类溶解,移入100 mL容量瓶中,用盐酸(3.1.2)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含200 μg 铅。

4 仪器

示波极谱仪。

三电极系统:滴汞电极、铂电极和饱和甘汞电极。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 1 g。

表 1

铅含量(质量分数)/%	试料/g	定容体积/mL
0.000 5~0.008	10.000	100
0.008~0.1	5.000	100
0.1~3.0	1.000	100

5.2 测定

5.2.1 把试料(5.1)置于300 mL烧杯中,加入25 mL盐酸(3.1.2),滴加2~3滴过氧化氢(3.1.3)低温加热溶解完全,蒸至近干,取下冷却,加少量盐酸(3.2.2)使盐类溶解完全,加入0.2 g抗坏血酸(3.1.1),摇匀使之溶解,移入100 mL容量瓶中,用盐酸(3.2.2)稀释至刻度,混匀。

5.2.2 将部分溶液移入电解池中,于示波极谱仪上,扫描电压从-0.3 V~-0.8 V间记录Pb峰值,从工作曲线上查出相应的铅量。

5.3 工作曲线的绘制

5.3.1 移取0.5.00、10.00、25.00 mL铅标准溶液(3.3.2)和5.00、10.00、15.00 mL铅标准贮存溶液(3.3.1)分别置于一组100 mL容量瓶中,加入0.2 g抗坏血酸(3.1.1),摇匀,用盐酸(3.2.2)稀释至刻度,混匀。该标准溶液对应的铅量为0.1.00、2.00、5.00、10.00、20.00、30.00 mg。

5.3.2 将部分溶液移入电解池中,于示波极谱仪上,扫描电压从-0.3 V~-0.8 V间记录Pb峰值,以铅量为横坐标,以相应的铅的峰值为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果计算

按下式计算铅含量w(Pb):

$$w(\text{Pb})(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铅量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料量,单位为克(g)。

所得结果表示至三位小数,若铅量小于0.010%时表示至四位小数。

7 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

%

w(Pb)	允许差
0.000 5~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.008 0	0.000 6
>0.008 0~0.050	0.003
>0.050~0.100	0.008
>0.100~0.50	0.02
>0.50~1.00	0.08
>1.00~3.00	0.12

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国
国家标准
锌及锌合金化学分析方法
铅量的测定 示波极谱法
GB/T 12689.6—2004

*
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.bzcbs.com

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 0.5 字数 8 千字
2004 年 7 月第一版 2004 年 7 月第一次印刷



GB/T 12689.6—2004

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权所有 侵权必究
举报电话:(010)68533533