

前 言

本标准是对 GB/T 4103.10—1983《铅基合金化学分析方法 示波极谱法测定硒和碲量》中“硒量的测定”方法部分的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写的规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准自生效之日起，部分代替 GB/T 4103.10—1983。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由沈阳冶炼厂、白银有色金属公司西北铜加工厂负责起草。

本标准由沈阳冶炼厂起草。

本标准主要起草人：黄秀梅、张 泉。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 硒量的测定

GB/T 4103.7—2000

部分代替 GB/T 4103.10—1983

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys —Determination of selenium content

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中硒含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中硒含量的测定。测定范围 0.005 0%~0.10%。

2 方法提要

在盐酸[$c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$]介质中,以砷作载体共沉淀硒,与铅基体分离,在亚硫酸钠-高碘酸钾-混合底液中,测定硒的一阶导数催化波。

3 试剂

3.1 脱脂棉(医用)。

3.2 酒石酸。

3.3 次亚磷酸钠。

3.4 高碘酸钾。

3.5 甲醛。

3.6 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

3.7 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。

3.8 高氯酸($\rho=1.67 \text{ g/mL}$)。

3.9 氨水($\rho=0.90 \text{ g/mL}$)。

3.10 盐酸(1+1)。

3.11 硝酸(1+1)。

3.12 硝酸银溶液(10 g/L)。

3.13 亚硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.14 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.15 酚酞指示剂(1 g/L 乙醇溶液)。

3.16 砷溶液:称取 1.300 0 g 三氧化二砷于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 氢氧化钠溶液(3.14),微热溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至 200 mL,以酚酞(3.15)为指示剂,用盐酸(3.10)中和至红色退去,以水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 2 mg 砷。

3.17 混合底液。

3.17.1 称取 0.5 g 动物胶于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 沸水,加热溶解。

3.17.2 称取 50 g 氯化铵,5 g 乙二胺四乙酸二钠于 500 mL 量瓶中,加入 200 mL 氨水,15 mL 动物胶

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

溶液(3.17.1),用水稀释至500 mL。

3.18 次亚磷酸钠-盐酸洗涤液:将1 g 次亚磷酸钠溶于100 mL 盐酸(5+95)中混合。

3.19 高碘酸钾溶液:将1 g 高碘酸钾溶于90 mL 水中,加入1 mL 氨水(3.9),用水稀释至100 mL。

3.20 硒标准贮存溶液:称取0.100 0 g 高纯硒于200 mL 烧杯中,加入10 mL 硝酸(3.11),于沸水浴中溶解完全后,用水移入1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含100 μg 硒。

3.21 硒标准溶液:移取10.00 mL 硒标准贮存溶液(3.20)于1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL 含1 μg 硒。

4 仪器

示波极谱仪。

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

硒含量, %	试料量, g	试液体积, mL	分取体积, mL	测定体积, mL
0.005 0~0.010	1.0	100.00	5.00~10.00	25.00
>0.010~0.030	0.5	100.00	5.00	25.00
>0.030~0.060	0.5	250.00	5.00	25.00
>0.060~0.10	0.5	250.00	2.00	25.00

独立地进行2次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于200 mL 烧杯中,加入1 g 酒石酸10 mL 水,4 mL 硝酸(3.7),盖上表皿,加热至完全溶解。

5.3.2 取下,加入50 mL 盐酸(3.6),微热,取下放置至溶液呈红棕色,每次加入1~2 mL 甲醛,边加边摇动烧杯直至红棕色消失,然后加入40 mL 60~80℃热水,加入2.5 mL 砷溶液,4 g 次亚磷酸钠,搅拌使其溶解。置于低温电热板上煮沸10 min,然后于80~90℃水浴中保温60~120 min。

5.3.3 将保温后的溶液,趁热用脱脂棉过滤(必要时保温过滤),并将沉淀全部移入漏斗中,用洗涤液洗表皿、烧杯3次,沉淀5次,再用水洗涤烧杯、表皿及沉淀,直至滤液用硝酸银溶液检查无氯化银白色沉淀生成。弃去滤液及洗液,将脱脂棉移入原烧杯中,用10~15 mL 硝酸(3.7)和4 mL 高氯酸淋洗漏斗,在低温电热板上消化脱脂棉,并溶解砷及硒后,取下,冷却,移入容量瓶中。

5.3.4 分取一定量试液于50 mL 烧杯中,加入1 mL 硝酸(3.7)、0.5 mL 高氯酸,低温蒸至冒白烟,取下冷却,然后用少量水冲洗表皿及杯壁,再蒸至冒白烟。在蒸发过程中,不时摇动烧杯,自出现冒白烟起1 min 左右。

5.3.5 用少量水冲洗表皿及杯壁,加入3.0 mL 亚硫酸钠溶液,放置15~20 min,再加入3 mL 高碘酸钾溶液、5.0 mL 混合底液,移至25 mL 容量瓶中,混匀。

5.3.6 取部分溶液(5.3.5)于电解池中央示波极谱仪上,测定硒的一阶导数波高(-0.6 V 为起始电位),并扣除随同试料的空白值。

5.4 直接比较法测量时所用标准对照溶液

选取与测定试料含硒量相当的硒标准溶液3份,分别置于3个50 mL 烧杯中,各加入1 mL 硝酸

(3.7),以下按 5.3.4~5.3.6 条进行,取其平均值,用直接比较法计算结果。

6 分析结果的表述

按式(1)计算硒的百分含量(%):

$$\text{Se}(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot H_1 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot H_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硒标准溶液的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V_0 ——测定时所取硒标准溶液的体积, mL ;

H_1 ——试液的波高, mm ;

H_0 ——标准溶液的波高, mm ;

m_0 ——试料的质量, g 。

所得结果表示至二位小数。若硒含量小于 0.10% 时,表示至三位小数;小于 0.010% 时表示至四位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 %

硒 含 量	允 许 差
0.005 0~0.010	0.001 5
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.070	0.006
>0.070~0.10	0.008