

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“碲量的测定”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：刘海燕、张 泉。

中华人民共和国国家标准

铅及铅合金化学分析方法 碲量的测定

GB/T 4103.8 2000

部分代替 GB/T 4103.10 1983

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

1 范围

本标准规定了铅及铅合金中碲含量的测定方法。

本标准适用于铅及铅合金中碲含量的测定。测定范围 0.005 0%~1.00%。

2 方法提要

试料用硝酸、酒石酸分解,在盐酸介质中,用甲醛除去硝酸,加入砷作载体,用次亚磷酸钠还原碲和砷为单体,过滤,用硝酸、高氯酸溶解,高氯酸冒烟,于硫酸铵支持的碱性电解质中,以阿拉伯胶抑制极大(波高), Na_2EDTA 络合微量杂质元素,通氢(或氮)除氧,于 $-0.3\sim-0.80\text{ V}$ 电位下,测定碲的二阶导数波高。

3 试剂

3.1 次亚磷酸钠。

3.2 酒石酸。

3.3 甲醛。

3.4 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$)。

3.5 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)。

3.6 高氯酸($\rho 1.67\text{ g/mL}$)。

3.7 氢氧化铵(1+5)。

3.8 洗涤液:将 1 g 次亚磷酸钠于 100 mL 盐酸(5+95)中,混匀。

3.9 硝酸银溶液(10 g/L)。

3.10 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(100 g/mL),微热溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至 200 mL,加 1 滴酚酞乙醇溶液(2 g/L),用盐酸(1+1)中和至红色消失,以水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 2 mg 砷。

3.11 硫酸铵溶液(33 g/L)。

3.12 阿拉伯胶溶液(1.4 g/L)。

3.13 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(50 g/L)。

3.14 酚红溶液(1 g/L):称取 0.1 g 酚红,溶于 20 mL 乙醇中,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.15 碲标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 碲($>99.95\%$)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 碲。

3.16 碲标准溶液:移取 25.00 mL 碲标准贮存溶液(3.15)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混

国家质量技术监督局 2000-08-28 批准

2000-12-01 实施

匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 碲。

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

碲含量, %	试料量, g	试液总体积, mL	分取体积, mL	测定体积, mL
0.005 0~0.050	1.0	100.00	5.00	25.00
0.050~0.10	0.5	100.00	5.00	25.00
>0.10~0.50	0.5	250.00	2.00~5.00	25.00
>0.50~1.00	0.5	250.00	2.00~5.00	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,盖上表皿,加热至完全溶解。

5.3.2 取下,加入 50 mL 盐酸,放置至溶液呈红棕色,每次加入 1~2 mL 甲醛,不时摇动直至红棕色消失,加入 40 mL 水,然后依次加入 2.5 mL 砷溶液、4 g 次亚磷酸钠,搅拌使之溶解。置于低温电热板上,加热并微沸 10 min,于 80~90℃ 水浴中保温 60~120 min。

5.3.3 趁热用脱脂棉过滤,并将沉淀全部移入漏斗中,用洗涤液洗表皿及杯壁 3 次,沉淀 5 次,再用水洗涤沉淀,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、4 mL 高氯酸淋洗漏斗于原烧杯中,在低温电热板上消化脱脂棉,并溶解砷及碲,溶解后取下,按表 1 移入容量瓶中。

5.3.4 按表 1 分取一定量试液于 50 mL 烧杯中,加入 1 mL 硝酸、0.5 mL 高氯酸,混匀,置于低温电热板上蒸至冒白烟(在蒸发过程中,不时摇动烧杯,自出现白烟 1 min 左右)。取下冷却,用少量水冲洗表皿及杯壁,再蒸发至刚冒白烟,取下冷却。

5.3.5 用少量水吹洗表皿及杯壁,加入 1.0 mL Na_2EDTA 溶液,3.0 mL 硫酸铵溶液,3.0 mL 阿拉伯胶溶液,滴加 2 滴酚红溶液,用氢氧化铵调至溶液刚变紫红色,并过量 1 滴。将溶液移入 25 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.6 取部分溶液(5.3.5)于电解池中,通氢(或氮)5 min,以除去溶解氧,在示波极谱仪上于 -0.30~-0.80 V 电位下,测定碲的二阶导数波高。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

取与测定试料中含碲量相当的碲标准溶液 3 份,分别置于 3 个 50 mL 烧杯中,各加入 1 mL 硝酸,以下按 5.3.4~5.3.6 条进行。取其平均值,以直接比较法计算结果。

6 分析结果的表述

按式(1)计算碲的百分含量:

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

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

V_0 ——测定时所取碲标准溶液的体积， 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。若碲含量小于 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

%

碲含量	允许差
0.005 0~0.010	0.001 5
>0.010~0.050	0.003
>0.050~0.10	0.008
>0.10~0.50	0.02
>0.50~1.00	0.06