

ICS 77.120.99
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.8—2000

铅及铅合金化学分析方法 碲量的测定

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

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

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。

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