



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.24—2008
代替 GB/T 13293.1—1991

铜及铜合金化学分析方法 第 24 部分：硒、碲含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 24: Determination of selenium and tellurium content

2008-06-17 发布

2008-12-01 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

GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分:铜含量的测定;
- 第 2 部分:磷含量的测定;
- 第 3 部分:铅含量的测定;
- 第 4 部分:碳、硫含量的测定;
- 第 5 部分:镍含量的测定;
- 第 6 部分:铋含量的测定;
- 第 7 部分:砷含量的测定;
- 第 8 部分:氧含量的测定;
- 第 9 部分:铁含量的测定;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:锌含量的测定;
- 第 12 部分:铈含量的测定;
- 第 13 部分:铝含量的测定;
- 第 14 部分:锰含量的测定;
- 第 15 部分:钴含量的测定;
- 第 16 部分:铬含量的测定;
- 第 17 部分:铍含量的测定;
- 第 18 部分:镁含量的测定;
- 第 19 部分:银含量的测定;
- 第 20 部分:锆含量的测定;
- 第 21 部分:钛含量的测定;
- 第 22 部分:镉含量的测定;
- 第 23 部分:硅含量的测定;
- 第 24 部分:硒、碲含量的测定;
- 第 25 部分:硼含量的测定;
- 第 26 部分:汞含量的测定;
- 第 27 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 24 部分。

本部分包括方法一、方法二。

本部分代替 GB/T 13293.1—1991《高纯铜化学分析方法 催化示波极谱法测定硒、碲》。

本部分与 GB/T 13293.1—1991 相比,有如下变动:

- 方法一是对 GB/T 13293.1—1991 的修订,采用氢化物发生-原子荧光光谱法代替原标准催化示波极谱法,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;
- 增加了方法二:火焰原子吸收光谱法,测定范围为 0.10%~1.00%(GB/T 13293.1—1991 中碲的测定范围为:0.000 05%~0.000 3%,而 GB/T 5121—1996 中没有碲的测定方法,我国现行铜合金中碲的质量分数水平为:0.40%~0.70%)。

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。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院负责起草、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一由北京矿冶研究总院、金川集团有限公司起草。

本部分方法一由江西铜业集团公司参加起草。

本部分方法一主要起草人：袁玉霞、冯先进、李华昌、阴东霞、吕庆成、赵全民。

本部分方法一主要验证人：占光仙、卢秋兰。

本部分方法二由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法二由北京有色金属研究总院、中铝沈阳有色金属加工有限公司参加起草。

本部分方法二主要起草人：谢丽云、岳好峰。

本部分方法二主要验证人：张卓、张皓、颜广灵、刘霞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 13293.1—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第 24 部分: 硒、碲含量的测定

1 方法一 氢化物发生-原子荧光光谱法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中硒、碲含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中硒、碲含量的测定。测定范围: 0.000 05%~0.000 30%。

1.2 方法原理

试样以硝酸溶解,以氢氧化镧作共沉淀剂将硒、碲与干扰元素以及大量铜基体分离并得到富集,以氢化物-原子荧光光谱仪测定硒、碲的荧光强度。

1.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

1.3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)优级纯

1.3.2 硝酸(1+1)

1.3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL) 优级纯

1.3.4 盐酸(1+1)

1.3.5 氨水(ρ 约 0.90 g/mL)

1.3.6 氨水(5+95)

1.3.7 硝酸镧溶液(20 g/L):称取 11.730 g La_2O_3 溶于 40 mL 硝酸(1.3.2),移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

1.3.8 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取硼氢化钾 15 g 溶于 1 000 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中,摇匀。用时现配。

1.3.9 硒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯硒(硒的质量分数 \geq 99.99%),置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1.3.2),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,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 硒。

1.3.10 硒标准溶液:移取 2.00 mL 硒标准贮存溶液(1.3.9)于 200 mL 容量瓶中,加入 80 mL 盐酸(1.3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 硒。

1.3.11 碲标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯碲(碲的质量分数 \geq 99.99%),置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1.3.2),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,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。

1.3.12 碲标准溶液:移取 2.00 mL 碲标准贮存溶液(1.3.11)于 200 mL 容量瓶中,加入 80 mL 盐酸(1.3.3),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 碲。

1.4 仪器

1.4.1 氢化物发生-原子荧光光谱仪,附高强度硒、碲空心阴极灯。

1.4.2 在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于 2×10^{-9} g/mL。

——精密度:用 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的硒、碲标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 5.0%。

1.5 试样

试样加工成屑状。