



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.8—2012
代替 GB/T 4103.8—2000

铅及铅合金化学分析方法 第 8 部分：碲量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 8: Determination of tellurium content

2012-12-31 发布

2013-10-01 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

GB/T 4103《铅及铅合金化学分析方法》共分 16 部分：

- 第 1 部分：锡量的测定；
- 第 2 部分：锑量的测定；
- 第 3 部分：铜量的测定；
- 第 4 部分：铁量的测定；
- 第 5 部分：铋量的测定；
- 第 6 部分：砷量的测定；
- 第 7 部分：硒量的测定；
- 第 8 部分：碲量的测定；
- 第 9 部分：钙量的测定；
- 第 10 部分：银量的测定；
- 第 11 部分：锌量的测定；
- 第 12 部分：铊量的测定；
- 第 13 部分：铝量的测定；
- 第 14 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：铜、银、铋、砷、锑、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为 GB/T 4103 的第 8 部分。

本部分代替 GB/T 4103.8—2000《铅及铅合金化学分析方法 碲量的测定》，与 GB/T 4103.8—2000 相比，主要变化如下：

- 取消示波极谱法，新制定了氢化物发生-原子荧光光谱法方法、原子吸收光谱法；
- 测定范围调整为：氢化物发生-原子荧光光谱法 0.000 5%~0.005 0%，原子吸收光谱法 0.005 0%~0.120%；
- 补充了铅合金溶解样品的方法；
- 补充了精密度条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、白银有色西北铜加工有限公司。

本部分方法一起草单位：北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分方法二起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、湖南宇腾有色金属股份有限公司。

本部分方法一主要起草人：王皓莹、陈殿耿、袁玉霞、李岩、董秀文、彭新湘、何胜。

本部分方法二主要起草人：宋艳平、向德磊、叶世源、袁玉霞、王皓莹、李小平、蒋元久、欧江国。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.8—2000；
- GB/T 4103.10—1983。

铅及铅合金化学分析方法

第 8 部分:碲量的测定

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中碲含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中碲含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

3 总则

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内,其性能应达到检定要求的技术参数指标;玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级,具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

4 方法一 氢化物发生-原子荧光光谱法

4.1 测定范围

本方法适用于铅锭、铅钙合金中碲含量的测定,测定范围为 0.000 5%~0.005 0%(质量分数)。

4.2 原理

试料以硝酸-酒石酸溶解,铅以硫酸铅沉淀形式与碲分离。于盐酸介质中,碲被硼氢化钾还原成碲的氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量碲的荧光强度。

4.3 试剂

4.3.1 酒石酸,优级纯。

4.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

4.3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

4.3.5 硝酸(1+2)。

4.3.6 硫酸(1+1)。

4.3.7 盐酸溶液(2+3)。

4.3.8 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10 g 硼氢化钾溶于 500 mL 氢氧化钾(5 g/L)溶液中,摇匀。现用现配。

4.3.9 碲标准贮存液:称取 0.100 0 g 纯碲($w_{Te} \geq 99.99\%$),置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含碲 100 μg 。

4.3.10 碲标准溶液:移取碲标准贮存液(4.3.9)2.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加入盐酸(4.3.3) 80 mL,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含碲 1 μg 。

4.3.11 氩气($w_{Ar} \geq 99.99\%$)。

4.4 仪器

4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

4.4.2 原子荧光光谱仪,附碲高性能空心阴极灯。

4.5 试样

4.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

4.5.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量及分取体积

样品碲含量/%	称样量/g	分取体积/mL
0.000 5~0.001 0	2.00	20.00
>0.001 0~0.005 0	1.00	5.00

4.6 分析步骤

4.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.6.3 标准溶液的制备

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 碲标准溶液(4.3.10)于一组 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.3.3),用水稀释至刻度,混匀。配制浓度为 0 ng/mL、20.0 ng/mL、40.0 ng/mL、60.0 ng/mL、80.0 ng/mL、100.0 ng/mL 碲标准工作溶液,现用现配。

4.6.4 试样溶液的制备

将试料(4.5.2)置于250 mL烧杯中,加入1 g酒石酸(4.3.1),20 mL硝酸(4.3.5),盖上表面皿,加热至溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物并蒸至有盐类析出,取下,以水洗杯壁和表面皿,控制溶液总体积约50 mL,再微热使盐类溶解,边搅拌边加入5 mL硫酸(4.3.6),加热至沸后,取下冷却。以慢速定量滤纸过滤于100 mL容量瓶中,用水洗涤沉淀5次~8次,用水稀释至刻度,混匀。按表1分取适量溶液于50 mL容量瓶中,加入20 mL盐酸(4.3.3),以水定容,混匀。

4.6.5 测定

4.6.5.1 概述

仪器应配有由厂家推荐的铈高性能空心阴极灯,以硼氢化钾为还原剂,盐酸为载流,氩气为屏蔽气和载气测量铈的荧光强度。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和铈含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

4.6.5.2 工作曲线的绘制

按仪器的操作条件,以硼氢化钾溶液(4.3.8)为还原剂,盐酸(4.3.7)为载流,氩气为屏蔽气和载气测量标准系列(4.6.3)铈的荧光强度,减去标准系列中零浓度溶液的荧光强度,以铈的质量浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.5.3 试液的测定

按仪器的操作条件,在与标准溶液测定相同条件下测量试样溶液(4.6.4)铈的荧光强度,减去随同试样空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出相应铈的质量浓度。

4.7 分析结果计算

铈的含量以铈的质量分数 w_{Te} 计,数值以%表示,铈的含量按式(1)计算:

$$w_{Te} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得铈的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_1 ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——分取溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后四位。

4.8 精密度

4.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

锑的质量分数/%	0.000 5	0.001 5	0.005 6
$r/\%$	0.000 2	0.000 4	0.001 0

注：重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

4.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

锑的质量分数/%	0.000 5	0.001 5	0.005 6
$R/\%$	0.000 3	0.000 5	0.001 2

注：再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

5 方法二 火焰原子吸收光谱法

5.1 测定范围

本方法用于特硬铅锑合金、电缆护套用铅合金锭中锑含量的测定。测定范围为 0.005 0%~0.12%。

5.2 原理

试料用硝酸、酒石酸溶解。在稀硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 214.3 nm 处测量锑的吸光度。

5.3 试剂

5.3.1 酒石酸。

5.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

5.3.3 酒石酸溶液(160 g/L)。

5.3.4 硝酸(1+3)。

5.3.5 铅基体溶液:称取 20.0 g 铅($w_{Pb} \geq 99.99\%$ 、 $w_{Tc} < 0.000 5\%$),置于 200 mL 烧杯中,分次加入硝酸(5.3.4),低温加热,以最少量的硝酸使铅溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铅 200 mg。

5.3.6 锑标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 锑($w_{Tc} \geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 25 mL 硝酸溶液(5.3.2),盖上表皿,低温加热溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锑 1.0 mg。

5.3.7 锑标准溶液:移取 10.00 mL 锑标准贮存溶液(5.3.6),置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液(5.3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锑 100 μ g。

5.4 仪器

5.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

5.4.2 火焰原子吸收光谱仪,采用空气-乙炔火焰,波长 214.3 nm。

5.5 试样

5.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

5.5.2 试料

称取试样 1.00 g,精确至 0.000 1 g。

5.6 分析步骤

警告:应按照原子吸收光谱仪使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

5.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.6.3 标准溶液的制备

分别移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 碲标准溶液(5.3.7)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.00 mL 铅基体溶液(5.3.5)、10 mL 硝酸溶液(5.3.4)、25.0 mL 酒石酸溶液(5.3.3),用水稀释至刻度,混匀。

5.6.4 试样溶液的制备

将试料(5.5.2)置于 100 mL 烧杯中,加入 4 g 酒石酸(5.3.1)、10 mL 硝酸溶液(5.3.4),置于电热板上,低温加热至样品溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.6.5 测定

5.6.5.1 概述

仪器应配有由厂家推荐的碲元素空心阴极灯,波长设定在 214.3 nm 处,用空气-乙炔火焰进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和碲含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

5.6.5.2 工作曲线的绘制

按仪器的操作条件,在波长 214.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测定标准溶液的吸光度,减去标准系列中零浓度溶液的吸光度,以碲浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.6.5.3 试液的测定

按仪器的操作条件,在与标准溶液测定相同条件下测量样品溶液的吸光度,减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的碲浓度。

5.7 分析结果计算

碲含量以碲的质量分数 w_{Te} 计,数值以%表示,碲含量在按式(2)计算:

$$w_{Te} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得碲的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字, $w_{Te} > 0.1\%$ 时,表示到三位有效数字。

5.8 精密度

5.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表4数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

碲的质量分数/%	0.004 9	0.011	0.040	0.119
$r/\%$	0.000 8	0.002	0.004	0.008

注:重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

5.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表5数据采用线性内插法求得。

表5 再现性限

碲的质量分数/%	0.004 9	0.011	0.040	0.119
$R/\%$	0.000 8	0.003	0.005	0.010

注:再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

6 试验报告

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅及铅合金化学分析方法
第 8 部分:砷量的测定

GB/T 4103.8—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

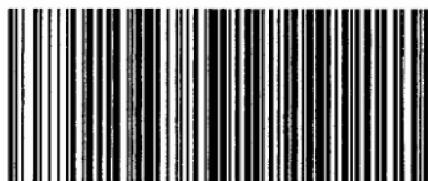
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47036 定价 16.00 元



GB/T 4103.8—2012

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107