

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 巯基棉分离-示波极谱法测定碲量

Methods for chemical analysis
of iron, steel and alloy
The sulfhydryl cotton fiber separation-oscillo-
polarographic method for the determination
of tellurium content

UDC 669.14/.15
: 543.06

GB 223.56—87

本标准适用于钢铁,高、中、低合金钢及高温合金中碲量的测定。测定范围:0.00004%~0.001%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

用酸分解试样,除尽硝酸,于含有足够量酒石酸的 6mol/l 盐酸溶液中,以一定流速经巯基棉柱,可使痕量碲与大量主体及共存元素分离。在 100ml 溶液中,含有 0.6g 铁(Ⅲ)、0.15g 镍(Ⅱ)、40mg 铬(Ⅲ),不影响碲在巯基棉柱上的定量吸附。易水解元素如钨、铌等,干过滤除去,不影响碲的定量回收。破坏巯基棉,以氢溴酸除去硒后,在硫酸、氯化钠、盐酸羟胺底液中,碲(Ⅳ)于峰电位-0.78V(对饱和甘汞电极)处,有一稳定电流峰,测量左侧峰高。碲的浓度在 0.04~3 μ g/5ml 范围内,波高与浓度成正比。检出下限为 0.01 μ g/5ml 碲(Ⅳ)。

2 试剂

- 2.1 酒石酸(固体)。
- 2.2 盐酸(ρ 1.19g/ml)。
- 2.3 盐酸(1+1)。
- 2.4 硝酸(ρ 1.42g/ml)。
- 2.5 高氯酸(ρ 1.67g/ml)。
- 2.6 氢溴酸(ρ 1.49g/ml)。
- 2.7 硫酸(1+1):移取 100ml 水置于有刻度的 250ml 烧杯中,缓缓加入 100ml 硫酸(ρ 1.84g/ml),边加边搅拌,冷却后,补加水到 200ml 刻度处,搅匀,移入试剂瓶中,备用。
- 2.8 洗涤液:300ml 盐酸(2.3)中加入 1g 酒石酸(2.1),并用适量氯化钠(固体)饱和,混匀。
- 2.9 混合底液:于 200ml 容量瓶中依次加入 8ml 硫酸(2.7)、120ml 氯化钠溶液(30%)和 10ml 盐酸羟胺溶液(20%),以水稀释至刻度,混匀。
- 2.10 巯基棉的制备:棕色广口瓶中,依次加入 100ml 硫代乙醇酸(90%)、70ml 乙酸酐(ρ 1.08g/ml)、32ml 乙酸(36%)、0.3ml 硫酸(ρ 1.84g/ml)、10ml 水,混匀。冷却后,加入 30g 医用脱脂棉,放平,浸泡均匀,盖盖。置于烘箱内,控温在 38~39 $^{\circ}$ C。四天后取出,以水冲洗到中性,平放于搪瓷盘中,其中盖以粗滤纸,再置于烘箱内,控温在 38~39 $^{\circ}$ C 烘干。将制得的巯基棉放于棕色广口瓶中,暗处保存,备用。
- 2.11 巯基棉柱的制备:均匀放 0.1g 巯基棉于聚乙烯管(内径 7mm,长 120mm,下端内径 1.5~2mm)

冶金工业部 1987-04-03 批准

1988-03-01 实施

内(放巯基棉约长70~80mm)。将其上端紧套于已放满水(包括相连的下口管中)的60ml梨形分液漏斗的下口管,控制流速为1~2滴/s,以水洗两遍后,备用。

2.12 碲标准溶液

2.12.1 称取0.1000g金属碲(光谱纯)于烧杯中,加20ml硝酸(1+1),加热溶解。加10ml硫酸(ρ 1.84g/ml),蒸发到冒烟,稍冷,以少量水冲洗杯壁及表皿,再反复冒烟两次,赶尽硝酸。稍冷,加20~30ml水溶解盐类,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含100 μ g碲。

2.12.2 移取20.00ml碲标准溶液(2.12.1),置于200ml容量瓶中,加2ml硫酸(ρ 1.84g/ml),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含2 μ g碲。

2.12.3 移取20.00ml碲标准溶液(2.12.2),置于100ml容量瓶中,加1ml硫酸(ρ 1.84g/ml),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含2 μ g碲。

3 仪器

3.1 示波极谱仪,三电极系统,滴汞电极为工作电极,饱和甘汞电极为参比电极。

3.2 精密微量移液管一套。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取0.5000g试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于100ml烧杯中,加入10ml盐酸(2.2)和2ml硝酸(2.4),加热至全溶。加5ml高氯酸(2.5),蒸发至冒浓烟。稍冷,用少量水冲洗杯壁及表皿,再蒸发至冒浓烟。加少量水(不大于10ml)、10ml盐酸(2.2)、10g酒石酸(2.1),加热使全溶,并微沸。移入50ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用快速滤纸干过滤。移取10.00ml滤液,置于150ml烧杯中,补加水和盐酸(2.2),使盐酸最后浓度为6mol/l,体积为100ml。

4.3.2 将上述溶液分两次倒入连有巯基棉柱的分液漏斗中,以一定流速流经巯基棉柱(2.11)(注意保持分液漏斗下口水柱),弃去流出液,每次用20ml洗涤液(2.8)洗柱两次,每次用20ml盐酸(2.3)洗柱三次,再用水洗柱三次,最后一次让水流尽。用洗耳球压尽巯基棉中的水分。

4.3.3 取下柱,取出其中巯基棉,置于50ml烧杯中。加10ml硝酸(2.4)、1ml高氯酸(2.5),加热破坏巯基棉,并至冒高氯酸烟,此时溶液清澈、透亮。

4.3.4 取下烧杯,以少量水洗杯壁及表皿等,取下表皿。加5滴硫酸(2.7)、1ml盐酸(2.2)、1ml氢溴酸(2.6)蒸发至冒浓高氯酸烟。取下烧杯,稍冷,用少量水洗杯壁,再加1ml盐酸(2.2)、1ml氢溴酸(2.6),重复上述操作,至冒高氯酸烟殆尽,取下烧杯,用少量水洗杯壁,蒸发至冒高氯酸烟。并再重复三次,直至高氯酸烟除尽。吹水,蒸发至冒少许硫酸烟,取下。

4.3.5 沿杯壁加入5.00ml混合底液(2.9),摇匀,将该溶液移到小电解池中,示波极谱(导数)。原点电位-0.55V,适当倍率下,测量峰电位为-0.78V处电流左侧峰高。

4.3.6 减去背景(随同试样空白)电流左侧峰高。

4.3.7 从工作曲线或标准加入法,查出(或计算)相应的碲量。

4.4 工作曲线的绘制

用精密微量移液管(3.2)移取相当于0.00,0.01,0.03,0.05,0.10,0.20,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 μ g碲的碲标准溶液(2.12.2或2.12.3)置于11个50ml烧杯中,分别加入5滴硫酸(2.7),蒸发至刚冒硫酸烟,取下,以下按4.3.5条进行。减去背景(随同试剂空白)电流峰高。以碲量为横坐标,左侧峰高

(h)与倍率(s)的乘积($s \times h$)值为纵坐标,绘制工作曲线。

4.5 标准加入法

另称取 0.5000g 试样,溶样前加入相应的碲标准溶液(2.12.2 或 2.12.3),以下按 4.3 条进行。由相应已知碲量的电流峰高,计算试液中所得电流峰高的未知碲量。

5 分析结果的计算

5.1 工作曲线法

按式(1)计算碲的百分含量:

$$\text{Te}(\%) = \frac{m_1 V}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——分取试液体积, ml;

V ——试液总体积, ml;

m_1 ——从工作曲线上查得的碲量, g;

m_0 ——试样量, g。

5.2 标准加入法

按式(2)计算溶液中碲量:

$$m_2 = \frac{m_3 h_1}{h_2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_2 ——试液中未知碲量, g;

m_3 ——标准溶液中已知碲量, g;

h_2 ——标准溶液相应碲量的电流峰高, 格;

h_1 ——试液中未知碲量的电流峰高, 格。

注: h_1, h_2 倍率不同时, 应各自乘所用倍率值。然后再按下式计算碲的百分含量:

$$\text{Te}(\%) = \frac{m_2 V}{m_1 V_1} \times 100$$

式中各符号意义分别与 5.1 及 5.2 条同。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值, 应不大于表中所列允许差。用标准试样校验时, 分析结果与标准试样的标准值之差, 应不大于表中所列允许差的二分之一。

| 碲 量 | 允 许 差 |
|------------------|---------|
| 0.00004~0.00010 | 0.00040 |
| >0.00010~0.00025 | 0.00006 |
| >0.00025~0.00050 | 0.00015 |
| >0.0005~0.0010 | 0.0002 |

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人张月霞。

本标准水平等级标记 GB 223.56—87 I