

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 227.9—2010
代替 YS/T 227.9—1994

碲化学分析方法 第 9 部分：碲量的测定 重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法

Methods for chemical analysis of tellurium—
Part 9: Determination of tellurium content—
Potassium bichromate-ammonium ferrous sulfate titration

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

前 言

YS/T 227《碲化学分析方法》共有 12 部分：

- 第 1 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S-溴代十四烷基吡啶胶束增溶分光光度法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 邻菲罗啉分光光度法；
- 第 5 部分：硒量的测定 2,3-二氨基萘分光光度法；
- 第 6 部分：铜量的测定 固液分离-火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镁、钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：碲量的测定 重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法；
- 第 10 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：硅量的测定 正丁醇萃取硅钼蓝分光光度法；
- 第 12 部分：铋、铝、铅、铁、硒、铜、镁、钠、砷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 227.9—1994《碲中碲量的测定(重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法)》。与 YS/T 227.9—1994 相比,本部分主要有如下变动:

- 测定下限由 98.5%调整为 95%；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 补充了“试验报告”要求。

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。

本部分起草单位:江西铜业集团公司。

本部分参加起草单位:四川阿波罗太阳能科技有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司。

本部分主要起草人:鲁琳、胡续一、汪雪萍、鲁银得、张东光、周益。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 227.9—1994；
- GB/T 2145—1980。

碲化学分析方法

第 9 部分：碲量的测定

重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 227 的本部分规定了碲中碲含量的测定方法。

本部分适用于碲中碲含量的测定。测定范围：95%~99.5%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解，硫酸冒烟，在硫酸、磷酸介质中，重铬酸钾氧化亚碲酸成碲酸，用二苯胺磺酸钠作指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定过量的重铬酸钾，以此测定碲量。

在测定试样中分别含有 0.2% 的银、锑、砷以及 5.0% 的铜、铁、硒、铅、硅、镁、锡、铝、铋、钠均不影响测定。

当锑、砷量大于 0.2%、小于 5.0% 时，可采用溴将其氧化为 As(V)、Sb(V)，以消除 As(III)、Sb(III) 的干扰。MnO₄⁻、Cr₂O₇²⁻、Br₂ 等强氧化物在试料分解时造成部分 Te(IV) 氧化为 Te(VI)，采用盐酸处理使其还原。

3 试剂

除非另有说明，在分析中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。

3.1 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.2 盐酸 (ρ 1.19 g/mL)。

3.3 磷酸 (ρ 1.70 g/mL)。

3.4 硫酸 (ρ 1.84 g/mL)。

3.5 溴。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 硫酸亚铁铵标准溶液(约 0.1 mol/L)：称取 39.2 g 硫酸亚铁铵，溶解于硫酸(0.5 mol/L)中，移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，用硫酸(0.5 mol/L)稀释至刻度，摇匀。放在阴凉处，静置 24 h 后使用。

3.8 重铬酸钾标准溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.200 0 \text{ mol/L}$]。

3.8.1 配制：称取 9.806 0 g 基准重铬酸钾试剂(预先于 120 °C 烘至恒重)，溶于少量水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.8.2 重铬酸钾标准溶液(3.8)与硫酸亚铁铵标准溶液(3.7)的比值(K)的测定：移取 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液(3.8)，置于 500 mL 三角烧杯中，加 200 mL 水、10 mL 盐酸(3.2)、20 mL 硫酸(3.6)、5 mL 磷酸(3.3)、8 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.9)，用硫酸亚铁铵标准溶液(3.7)按分析步骤滴定。比值(K)的测定随同试料同时进行。