

团体标准

T/CSTM 00761—2021

金属镍 硒和碲含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Nickel—Determination of selenium and tellurium contents
—Hydride generation- atomic fluorescence spectrometric method

2021-08-17 发布

2021-11-17 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会综合标准领域委员会（CSTM/FC99）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会综合标准领域委员会（CSTM/FC99）归口。

金属镍 硒和碲含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了用氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒和碲含量的方法。
本文件适用于金属镍中质量分数为 0.00005%~0.0010% 的硒和碲含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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
- GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以硝酸溶解后，在氨性溶液中，利用氢氧化镧共沉淀富集硒和碲，与镍和其他共存元素分离。沉淀以盐酸溶解后，制备成试样溶液。用硼氢化钾作为还原剂，还原生成氢化物，由载气（氩气）带入石英原子化器中原子化，在硒和碲空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，分别测量其原子荧光强度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用优级纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。

- 5.1 盐酸， ρ 约 1.19 g/mL。
- 5.2 盐酸， ρ 约 1.19 g/mL，稀释为 1+1。
- 5.3 硝酸， ρ 约 1.42 g/mL，稀释为 1+1。
- 5.4 氨水， ρ 约 0.90 g/mL。
- 5.5 氨水， ρ 约 0.90 g/mL，稀释为 1+9。
- 5.6 载流，盐酸（3+7）
- 5.7 镧溶液，20g/L

称取 11.730g 氧化镧，加入 40 mL 盐酸（见 5.2）溶解清亮，移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至