



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.11—2009
代替 GB/T 3253.6—2001

锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of bismuth content—Flame
atomic absorption spectrometric method

2009-04-08 发布

2010-02-01 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 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- GB/T 3253.2—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 3253.3—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.4—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法；
- GB/T 3253.5—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.6—2008 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.7—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.8—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法；
- GB/T 3253.9—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 3253.10—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 3253.11—2009 锑及三氧化二锑化学分析方法 铊量的测定 原子吸收光谱法。

本部分为第 11 部分。

本方法不作为仲裁方法。

本部分代替 GB/T 3253.6—2001《锑化学分析方法 铋量的测定》。与 GB/T 3253.6—2001 相比，本部分有如下变动：

- 本部分增加了三氧化二锑中铋量的测定方法；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了精密度与质量保证和控制条款。

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。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：广西冶金研究院、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：宋应球、毛晓红、吴东华、邓汉金、宗屹、崔德海、黄肇敏、吴少波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3253.6—2001。

铈及三氧化二铈化学分析方法

铈量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3253 的本部分规定了铈及三氧化二铈中铈量的测定方法。

本部分适用于铈及三氧化二铈中铈量的测定。测定范围:0.001 0%~0.10%。

2 方法提要

铈试料用王水溶解,三氧化二铈试料用盐酸-氢溴酸溶解,在硫酸介质中,控制适当温度,加入盐酸-氢溴酸挥发除铈,在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处测量铈的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 盐酸(1+1)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 王水。
- 3.7 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。
- 3.8 盐酸-氢溴酸:等体积盐酸(3.1)和一体积氢溴酸(3.7)混合配制。
- 3.9 标准溶液

3.9.1 铈标准贮存溶液(1 mg/mL)

称取 1.000 0 g 纯铈(铈的质量分数 \geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.4),盖上表面皿,微热溶解清亮,用水洗涤表面皿及杯壁,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.9.2 铈标准溶液(100 μ g/mL)

移取 50.00 mL 铈标准贮存溶液(3.9.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 灵敏度:在与测量基本相一致的溶液中,铈的特征浓度不应大于 0.2 μ g/mL;
- 精密度:用最高浓度标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.00%,用最低浓度(不是零浓度)标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.50%;
- 工作曲线线性:将工作曲线等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.8。

原子吸收光谱仪的参考工作条件:

- 波长 223.1 nm;
- 灯电流 3.0 mA;
- 贫燃火焰。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试样量及稀释体积

铋的质量分数/%	试料量/g	测定体积/mL
0.001 0~0.005 0	1.0	10.00
>0.005 0~0.020	0.5	10.00
>0.020~0.10	0.20	25.00

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 试料

5.4.1.1 铋试料

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水(3.6)加热溶解清亮,加入 2 mL 硫酸(3.5),低温加热至冒白烟,冷却。加入 5 mL 盐酸-氢溴酸(3.8),摇匀,低温加热至冒白烟,稍冷。重复加入盐酸-氢溴酸(3.8)低温加热直至冒烟后溶液清亮,冒尽白烟,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.2),用少量水吹洗杯壁,微沸,冷却至室温。

5.4.1.2 三氧化二铋试料

将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 8 mL 盐酸-氢溴酸(3.8)加热溶解清亮,加入 2 mL 硫酸(3.5),低温加热至冒白烟,冷却。加入 5 mL 盐酸-氢溴酸(3.8),摇匀,低温加热至冒白烟,稍冷。重复加入盐酸-氢溴酸(3.8)低温加热直至冒烟后溶液清亮,冒尽白烟,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.2),用少量水吹洗杯壁,微沸,冷却至室温。

5.4.2 按表 1 将试液移入相应的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处,以水调零,测量溶液的吸光度。减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铋浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0 mL、1.0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 铋标准溶液(3.9.2)分别置于一组 100 mL 的容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铋浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

铋含量以铋的质量分数 $w(\text{Bi})$ 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Bi}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得的铋的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

当 $0.0010\% \leq w(\text{Bi}) < 0.010\%$ 时,所得结果表示至四位小数;当 $0.010\% \leq w(\text{Bi}) < 0.10\%$ 时所得结果表示至三位小数。

7 精密度

7.1 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

$w(\text{Bi})/\%$	0.001 2	0.005 6	0.023	0.055	0.097
$r/\%$	0.000 4	0.000 7	0.003	0.004	0.004
重复性(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准。					

7.2 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

$w(\text{Bi})/\%$	0.001 2	0.005 6	0.023	0.055	0.097
$R/\%$	0.000 4	0.001 0	0.004	0.005	0.006
再现性(R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准差。					

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。