



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.5—2008

代替 GB/T 3253.3—2001, GB/T 3254.4—1998

## 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

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

2008-03-31 发布

2008-09-01 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 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 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 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 锑及三氧化二锑化学分析方法 硫量的测定
- GB/T 3253.5 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 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 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定
- GB/T 3253.8 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定
- GB/T 3253.9 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定
- GB/T 3253.10 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定
- GB/T 3253.11 锑及三氧化二锑分析方法 铅、铜、铋、镉、铁、硒、铬、砷、汞、锡含量的测定

本部分为第 5 部分。

本部分代替 GB/T 3253.3—2001《锑化学分析方法 铅、铜量的测定》(铜部分)、GB/T 3254.4—1998《三氧化二锑化学分析方法铜量的测定》。与 GB/T 3253.3—2001、GB/T 3254.4—1998 相比,本部分有如下变动:

- 取消了二乙基二硫代氨基甲酸钠、双环己酮草酰二脘(BCO)分光光度法,保留原子吸收光谱法;
- 测定下限从 0.003 0% 延伸到 0.000 2%;
- 补充了精密度和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。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司起草。

本部分由湖南有色研究院、湖南辰州矿业有限公司参加起草。

本部分主要起草人:宗屹、宋应球、崔德海。

本部分主要验证人:庞文林、吴少波、杨德利。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3253.4—82、GB/T 3253.5—82、GB/T 3253.3—2001;
- GB/T 3254.4—1998。

# 铈及三氧化二铈化学分析方法

## 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

### 1 范围

本部分规定了铈及三氧化二铈中铜量的测定方法。

本部分适用于铈及三氧化二铈中铜量的测定。测定范围:0.000 2%~0.30%。

### 2 方法提要

试料用盐酸和硝酸或氢溴酸溶解蒸干后,重复加氢溴酸挥发除铈。在稀盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处测量铜的吸光度,铈及三氧化二铈中其他杂质均不干扰测定。

### 3 试剂

#### 3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.1.3 氢溴酸( $\rho$ 1.50 g/mL)。

#### 3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+1)。

#### 3.3 标准溶液

##### 3.3.1 铜标准贮存溶液

称取 1.000 0 g 铜( $\geq 99.99\%$ )于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.2),微热溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

##### 3.3.2 铜标准溶液

移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,补加入 5 mL 盐酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铜。

### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.10  $\mu$ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(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 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,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 324.7 nm;

- 灯电流 3.0 mA;
- 贫燃火焰,在原子化区测定。

## 5 步骤

### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铜的质量分数/%	试料/g	测定体积/mL
0.000 2~0.003 0	1.0	10.00
>0.003 0~0.015	0.50	25.00
>0.015~0.035	0.20	25.00
>0.035~0.15	0.20	100.00
>0.15~0.30	0.10	100.00

### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 铈试料:将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1.1),3 mL 硝酸(3.1.2),低温加热蒸干,冷却。加入 1 mL 盐酸(3.1.1),5 mL 氢溴酸(3.1.3)蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)再蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)微热溶解残渣,按表 1 将溶液移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

三氧化二铈试料:将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 5 mL 氢溴酸(3.1.3),摇动片刻,低温加热蒸干,冷却,加入 3 mL 氢溴酸(3.1.3)蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)再蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)微热溶解残渣,按表 1 将溶液移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,测量试料溶液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 铜标准溶液(3.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 2 mL 盐酸(3.1.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料溶液测定相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铜浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算铜的质量分数  $w(\text{Cu})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

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

$V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

当  $0.000 2\% < w(\text{Cu}) \leq 0.010\%$  时,所得结果表示至四位小数;当  $0.010\% < w(\text{Cu}) \leq 0.10\%$  时所得结果表示至三位小数;当  $0.10\% < w(\text{Cu}) \leq 0.30\%$  时所得结果表示至二位小数。

## 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

$w(\text{Cu})/\%$	0.000 3	0.001 8	0.005 1	0.025	0.087	0.30
$I_r/\%$	0.000 1	0.000 2	0.000 7	0.003	0.007	0.02
注:重复性( $r$ )为 $2.83S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。						

### 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( $I_R$ ),超过再现性限( $I_R$ )的情况不超过5%,再现性限( $I_R$ )按表3数据采用线性内插法求得:

表 3

$w(\text{Cu})/\%$	0.000 3	0.001 8	0.005 1	0.025	0.087	0.30
$I_R/\%$	0.000 2	0.000 3	0.000 9	0.004	0.008	0.03
注:再现性( $I_R$ )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。