



中华人民共和国国家标准

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

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of bismuth content—
Atomic fluorescence 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 7 部分。

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：北京矿冶研究总院、湖南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、毛晓红、袁玉霞、陈新焕、阴东霞。

铋及三氧化二铋化学分析方法

铋量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 3253 的本部分规定了铋及三氧化二铋中铋量的测定方法。

本部分适用于铋及三氧化二铋中铋量的测定。测定范围:0.000 1%~0.10%。

2 方法提要

试剂用王水溶解,加酒石酸络合基体铋,在氢化物发生器中,铋与硼氢化钾生成氢化物,由氩气导入石英炉原子化器中,在原子荧光光谱仪上测量铋的荧光强度。

3 试剂及材料

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 硼氢化钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 王水(1+1)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 氢氧化钠溶液(100 g/L用优级纯氢氧化钠配制)。

3.8 硼氢化钾溶液(15 g/L)。

称取 7.5 g 硼氢化钾(3.1),加 25 mL 氢氧化钠溶液(3.7),溶解完全,加水定容至 500 mL。用时现配。

3.9 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.10 标准溶液。

3.10.1 铋标准贮存溶液(100 μ g/mL)。

称取 0.100 0 g 纯铋(铋的质量分数 \geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 硝酸(3.6),盖上表面皿,微热溶解清亮,冷却,用水洗涤表面皿及杯壁。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10.2 铋标准溶液(10 μ g/mL)。

移取 10.00 mL 铋标准贮存溶液(3.10.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

3.10.3 铋标准溶液(0.1 μ g/mL)。

移取 1.00 mL 铋标准溶液(3.10.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

3.11 材料。

氩气(\geq 99.99%):屏蔽气和载气。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附铋特种空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于 1×10^{-9} g/mL。

——精密度:用 0.02 μ g/mL 的铋标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比,应不小于 0.8。

原子荧光光谱仪参考工作条件:

——灯电流:60 mA;

——负高压:300 V;

——载气流量:300 L/min;

——屏蔽气流量:900 L/min。

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、分取体积

铋的质量分数/%	试料量/g	定容体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 1~0.002 0	0.30	50	2.00
>0.002 0~0.010	0.20	50	2.00
>0.010~0.020	0.10	100	2.00
>0.020~0.050	0.10	500	2.00
>0.050~0.10	0.10	500	1.00

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 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水(3.4),低温加热摇动烧杯使试样溶解清亮,并煮沸驱除氮的氧化物,取下稍冷,加入 5 mL 酒石酸溶液(3.9),补加 5 mL 盐酸(3.2),冷却后按表 1 移入相应体积的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2 按表 1 分取试液于 50 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(3.2),以水定容,混匀。

5.4.3 在原子荧光光谱仪上,用盐酸(3.5)作载流,用硼氢化钾溶液(3.8)作还原剂,以铋特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液的荧光强度,减去随同试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查得相应的铋的浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铋标准溶液(3.10.3)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入盐酸(3.2)5 mL,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度。以铋浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,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:

$$w(\text{Bi}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得铋的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_0 ——试液定容体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——待测试液定容体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

当 $0.0001\% \leq w(\text{Bi}) < 0.010\%$ 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

$w(\text{Bi})/\%$	0.000 1	0.001 2	0.006 3	0.024	0.053	0.098
$r/\%$	0.000 1	0.000 3	0.000 8	0.002	0.003	0.005
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(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

$w(\text{Bi})/\%$	0.000 1	0.001 2	0.006 3	0.024	0.053	0.098
$R/\%$	0.000 1	0.000 4	0.001 1	0.003	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。