



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 铋量的测定 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。

铋及三氧化二铋化学分析方法

铋量的测定

原子吸收光谱法

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:0.001 0%~0.10%。

2 方法提要

铋试料用王水溶解,三氧化二铋试料用盐酸-氢溴酸溶解,在硫酸介质中,控制适当温度,加入盐酸-氢溴酸挥发除铋,在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处测量铋的吸光度。

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 铋标准贮存溶液(1 mg/mL)

称取 1.000 0 g 纯铋(铋的质量分数 \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 铋标准溶液(100 μ g/mL)

移取 50.00 mL 铋标准贮存溶液(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,附铋空心阴极灯。

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,铋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。