

中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.1~3253.6—2001

锑化学分析方法

Methods for chemical analysis of antimony

2001-07-10 实施

2001-12-01 发布

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

前言	Ⅲ
GB/T 3253.1—2001 铈化学分析方法 砷量的测定	1
GB/T 3253.2—2001 铈化学分析方法 铁量的测定	4
GB/T 3253.3—2001 铈化学分析方法 铅、铜量的测定	7
GB/T 3253.4—2001 铈化学分析方法 硫量的测定	15
GB/T 3253.5—2001 铈化学分析方法 硒量的测定	18
GB/T 3253.6—2001 铈化学分析方法 铋量的测定	21

前 言

本标准是对 GB/T 3253.1~3253.7—1982《锑化学分析方法》及 GBn 165.1~165.5—1982《锑化学分析方法》的修订。其中 GBn 165.1~165.5—1982 已于 1994 年清理整顿时改为行业标准 YS/T 211.1~211.5—1994,列有 5 个分析方法,包括锡、铋、镉、钴、镍 5 个分析项目,此次修订,只保留铋的分析项目。

原标准包括 11 个测定项目,12 个分析方法。本标准包括 7 个测定项目,8 个测定方法。新标准简化了分析程序,节约了成本,可充分满足生产及用户的要求。

GB/T 3253.1—2001《铋量的测定》是对 GB/T 3253.1—1982《锑化学分析方法 铝蓝光度法测定铋》的修订,修订的主要内容是工作曲线的绘制方法。

GB/T 3253.2—2001《铁量的测定》是对 GB/T 3253.2—1982《锑化学分析方法 邻二氮杂菲光度法测定铁》的重新确认,只进行编辑性修改。

GB/T 3253.3—2001《铅、铜量的测定》中分别采用两种分析方法,方法 1《原子吸收光谱法测定铅、铜量》是对 GB/T 3253.5—1982《锑化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铅、铁、铜》的修订,修订的主要内容是删去了其中铁量测定部分。此方法推荐为仲裁方法。另外由于原标准中的化学法使用广泛,准确度高,简便而快捷,同时列入了方法 2、方法 3。方法 2《双硫脲光度法测定铅量》是对 GB/T 3253.3—1982《锑化学分析方法 双硫脲光度法测定铅》的修订,修订的主要内容是减小氰化钾氨液的浓度,删去了附录 A 部分。方法 3《铜试剂光度法测定铜量》是对 GB/T 3253.4—1982《锑化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜》的修订,修订的主要内容是采用简便适应的铜试剂光度法。

GB/T 3253.4—2001《硫量的测定》是对 GB/T 3253.6—1982《锑化学分析方法 燃烧碘量法测定硫》的修订,修订的主要内容是采用过氧化氢吸收 SO₂ 使之转化为硫酸,用氢氧化钠中和滴定。

GB/T 3253.5—2001《硒量的测定》是对 GB/T 3253.7—1982《锑化学分析方法 3,3-二氨基联苯胺光度法测定硒》的重新确认,只进行编辑性修改。

GB/T 3253.6—2001《铋量的测定》的主要内容是采用先进可靠的原子吸收光谱法。

本标准遵守:

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法 标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析方法 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析方法 分光光度法通则

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 3253.1~3253.7—1982、YS/T 211.1~211.5—1994(原 GBn 165.1~165.5—1982)。

GB/T 3253.3—2001 的附录 A 为提示的附录。GB/T 3253.6—2001 的附录 A 为提示的附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所负责归口。

本标准由锡矿山矿务局负责起草。

本标准由锡矿山矿务局、广西冶金研究院起草。

本标准主要起草人:周文生、曾福生。

本标准各分析方法主要起草单位与起草人如表 1。

表 1

分析方法		起草单位	主要起草人
砷量的测定		锡矿山矿务局	周文生、彭湘衡、范建中
铁量的测定		锡矿山矿务局	周文生、李文轩
铅、铜量的测定	方法一	锡矿山矿务局	曾福生、欧阳柏树
	方法二	锡矿山矿务局	周文生、张明缓、李文梅
	方法三	锡矿山矿务局	吴东华、曾福生
硫量的测定		锡矿山矿务局	欧阳柏树、曾福生
硒量的测定		锡矿山矿务局	周文生、段尧封、罗长生
铋量的测定		广西冶金研究院	邓汉金、黄肇敏

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

锑 化 学 分 析 方 法
砷 量 的 测 定

GB/T 3253.1—2001

代替 GB/T 3253.1—1982

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of arsenic content

1 范围

本标准规定了锑中砷含量的测定方法。
本标准适用于锑中砷含量的测定。测定范围:0.005%~0.50%。

2 方法提要

试料用硫酸溶解,在不小于 9 mol/L 的盐酸溶液中,用苯萃取三氯化砷,使其与基体及其他共存杂质分离。再用水反萃取砷并氧化成五价砷后,加钼酸铵和硫酸肼生成砷钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。
在分取试液中含铁、铜、铅各 1 mg,以及试样含硒量不大于 0.10%时,不干扰测定。

3 试剂

- 3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硫酸(1+20)。
- 3.4 盐酸(3+1)。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 苯。
- 3.7 亚硫酸(1+2)。
- 3.8 氢氧化钠溶液(300 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.9 碘溶液(5 g/L):称取 0.5 g 碘、1 g 碘化钾于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 水溶解,用水稀释至 100 mL,贮于棕色玻璃瓶中。
- 3.10 钼酸铵溶液(15 g/L):称取 1.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 水溶解,加入 50 mL 硫酸(3.5),冷却后移入玻璃瓶中。用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.11 硫酸肼溶液(0.5 g/L)。
- 3.12 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。
- 3.13 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 预先经 100℃~110℃烘 2 h 置于干燥器中冷却至室温的三氧化二砷(基准试剂),加入 20 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)溶解清亮,加入 100 mL 水,加入 10 mL 硫酸(3.5),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。
- 3.14 砷标准溶液:移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 砷。

4 仪器

分光光度计。

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

砷的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
≤0.030	0.30	全量
>0.030~0.080	0.50	10.00
>0.080~0.20	0.50	5.00
>0.20~0.50	0.20	5.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 150 mL 锥形瓶中,以少量水润湿试料,加入 10 mL 硫酸(3.1),置于电炉上加热,在保持溶液近沸的温度下溶解试料至清亮。取下冷却,加入 8 mL 水,冷却至室温。

5.3.2 加入 20 mL 盐酸(3.2),移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2)分次洗涤锥形瓶并稀释容量瓶至刻度,混匀。

5.3.3 按表 1 分取试液于 125 mL 分液漏斗中,用盐酸(3.2)稀释至约 30 mL,加入 30 mL 苯,振荡萃取 1 min,静置分层。

5.3.4 将水相移入第二个预先加有 10 mL 苯的分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层。弃去水相。

5.3.5 将苯层合并于第一个分液漏斗中,用 5 mL 盐酸(3.4)滴洗分液漏斗的颈口及磨口塞,振荡 30 s,静置分层,弃去水相。再用 5 mL 盐酸(3.4)滴洗一次,静置分层,尽可能将水相分离干净。

5.3.6 加入 20 mL 水反萃取,振荡 30 s,静置分层,将水相移入 50 mL 容量瓶中,再加入 15 mL 水,振荡 30 s,静置分层,将水相合并于容量瓶中。

5.3.7 加入 1 滴酚酞乙醇溶液,滴加氢氧化钠溶液中和至红色,再滴加硫酸(3.3)至红色刚刚褪去,加入碘溶液至溶液呈黄色并过量 0.1 mL,混匀。静置 3 min。

5.3.8 加入亚硫酸使黄色褪去,加入 2.0 mL 钼酸铵溶液,混匀。加入 2.0 mL 硫酸肼溶液,混匀。于沸水浴中加热 7 min,取出,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.9 移取部分试液于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 砷标准溶液,分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加 30 mL 水,混匀。以下按 5.3.7~5.3.8 条进行。

5.4.2 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算砷的质量分数:

$$w(\text{As}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： $w(\text{As})$ ——砷的质量分数，%；
 m_1 ——自工作曲线上查得的砷量， μg ；
 V_0 ——试液的总体积，mL；
 V_1 ——分取试液体积，mL；
 m_0 ——试料的质量，g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列的允许差。

表 2

%

砷的质量分数	允 许 差
0. 005~0. 010	0. 001
>0. 010~0. 030	0. 002
>0. 030~0. 060	0. 005
>0. 060~0. 11	0. 008
>0. 11~0. 20	0. 01
>0. 20~0. 30	0. 02
>0. 30~0. 50	0. 03

锑 化 学 分 析 方 法
铁 量 的 测 定

GB/T 3253.2—2001

代替 GB/T 3253.2—1982

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of iron content

1 范围

本标准规定了锑中铁含量的测定方法。
本标准适用于锑中铁含量的测定。测定范围:0.005 0%~0.30%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解,加酒石酸钾钠络合锑盐,以乙酸钠溶液控制显色酸度,加入盐酸羟胺,将高价铁还原为二价铁与邻二氮杂菲生成有色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。
在分取试液中含 2.5 mg 铅、1.5 mg 砷、0.4 mg 铜、0.05 mg 硒不干扰测定。

3 试剂

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.4 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。
- 3.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 100 g 盐酸羟胺置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水溶解,用氨水调节至 pH7 左右,加入 20 mL 邻二氮杂菲溶液(3.4),煮沸 2 min,取下,冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(200 g/L),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机层无色,弃去有机层,将水相移入玻璃瓶中用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.6 酒石酸钾钠溶液(250 g/L):称取 250 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水加热溶解,加入 20 mL 盐酸羟胺溶液,20 mL 邻二氮杂菲溶液,煮沸 2 min,取下,冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(200 g/L),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机层无色,弃去有机层。将水相移入玻璃瓶中用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.7 乙酸钠溶液(200 g/L):称取 200 g 无水乙酸钠置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水加热溶解,加入 20 mL 盐酸羟胺溶液,20 mL 邻二氮杂菲溶液,煮沸 2 min,取下,冷却至室温。加入 20 mL 硫氰化钾溶液(200 g/L),移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入三氯甲烷(每次 10 mL)振荡萃取,直至有机层无色,弃去有机层。将水相移入玻璃瓶中用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.8 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铁($\geq 99.99\%$)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),微热溶解至清亮,煮沸 1 min 驱除氮的氧化物取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。
- 3.9 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液

1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

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

铁的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
0.005 0~0.018	0.30	全量
>0.018~0.060	0.50	10.00
>0.060~0.30	0.20	5.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 4 mL 盐酸、1 mL 硝酸,加热溶解至清亮,煮沸约 30 s,驱除氮的氧化物。加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液,取下冷却至室温,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 移取试液置于 50 mL 容量瓶中,加入 15 mL 乙酸钠溶液(当全量分取试液时,不需要用水稀释至 50 mL,可直接加入 25 mL 乙酸钠溶液,以下按 5.3.3 条进行)。

5.3.3 加入 2 mL 盐酸羟胺溶液、2 mL 邻二氮杂菲溶液,混匀。置于沸水浴中煮沸 2 min,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.4 移取部分试液(5.3.3)置于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铁量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 铁标准溶液于一组 50 mL 容量瓶中,以水稀释至约 20 mL,加入 2 mL 盐酸(1+1),再加入 15 mL 乙酸钠溶液,以下按 5.3.3 条进行。

5.4.2 移取部分溶液(5.4.1)移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算铁的质量分数:

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \cdots \cdots (1)$$

式中: $w(\text{Fe})$ ——铁的质量分数, %;

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量, μg;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 %

铁的质量分数	允 许 差	铁的质量分数	允 许 差
0. 005 0~0. 015	0. 001 5	>0. 060~0. 100	0. 008
>0. 015~0. 035	0. 003	>0. 100~0. 200	0. 012
>0. 035~0. 060	0. 005	>0. 200~0. 30	0. 015

锑化学分析方法
铅、铜量的测定

GB/T 3253.3—2001

代替 GB/T 3253.3—1982
GB/T 3253.4—1982
GB/T 3253.5—1982

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of lead and copper contents

方法1 原子吸收光谱法测定铅、铜量

1 范围

本标准规定了锑中铅、铜含量的测定方法。
本标准适用于锑中铅、铜含量的测定。测定范围：铅 0.015%~0.75%；铜 0.003 0%~0.30%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸溶解蒸干后，重复加氢溴酸挥发除锑。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 283.3 nm、324.7 nm 处，分别测量铅、铜的吸光度。锑中杂质均不干扰测定。

3 试剂

- 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 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。
- 3.5 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯铅($\geq$ 99.99%)置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1)，微热溶解完全，煮沸驱除氮的氧化物，冷却。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 铅。
- 3.6 铅标准溶液：移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铅。
- 3.7 铜标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯铜($\geq$ 99.99%)置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(1+1)，微热溶解完全，冷却。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。
- 3.8 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(3.2)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铅、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。
灵敏度：在与测量基体相一致的溶液中，铅的特征浓度应不大于 0.20 μ g/mL；铜的特征浓度应不大于 0.10 μ g/mL。

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

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

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

铅的质量分数,%	试料量,g	测定体积,mL	铜的质量分数,%	试料量,g	测定体积,mL
0.015~0.050	1.0	25.00	0.003 0~0.012	0.50	25.00
>0.050~0.15	0.50	25.00	>0.012~0.030	0.20	25.00
>0.15~0.35	0.20	25.00	>0.030~0.15	0.20	100.00
>0.35~0.75	0.10	25.00	>0.15~0.30	0.10	100.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1)、3 mL 硝酸,于低温电炉上加热溶解并蒸干,冷却,加入 1 mL 盐酸(3.1),5 mL 氢溴酸低温加热蒸干,冷却。继续加 3 mL 氢溴酸蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1)再蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1)微热溶解残渣,按表 1 规定的测定体积,将溶液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 分别于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm、324.7 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试液中铅、铜的吸光度,所测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铅、铜浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 铅工作曲线的绘制:移取 0,5.00,10.00,15.00,20.00,25.00,30.00 mL 铅标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,以水调零,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。以铅浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.2 铜工作曲线的绘制:移取 0,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50,3.00 mL 铜标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。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 分析结果的表述

按式(1)计算铅、铜的质量分数:

$$\omega[\text{Pb}(\text{Cu})] = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\omega[\text{Pb}(\text{Cu})]$ —— 铅、铜的质量分数,%;

c ——自工作曲线上查得的铅、铜的浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 V ——试液的测定体积, mL ;
 m_0 ——试料的质量, g 。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

铅的质量分数	允 许 差	铜的质量分数	允 许 差
0.015~0.020	0.002	0.003 0~0.005 0	0.000 8
>0.020~0.040	0.004	>0.005 0~0.020	0.002
>0.040~0.050	0.005	>0.020~0.030	0.003
>0.050~0.10	0.010	>0.030~0.060	0.005
>0.10~0.20	0.02	>0.060~0.100	0.008
>0.20~0.30	0.03	>0.100~0.20	0.015
>0.30~0.50	0.04	>0.20~0.30	0.02
>0.50~0.75	0.06		

方法 2 双硫脲分光光度法测定铅量

8 范围

本标准规定了锑中铅含量的测定方法。
本标准适用于锑中铅含量的测定。测定范围:0.010%~0.60%。

9 方法提要

试料用盐酸、硝酸和酒石酸钾钠溶液溶解,在 $\text{pH}8\sim9$ 氨性酒石酸钾钠溶液中,加双硫脲四氯化碳溶液萃取铅与锑分离。再用盐酸分解双硫脲铅,在 $\text{pH}11$ 再用双硫脲四氯化碳溶液萃取铅,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。
在分取试液中含 2.5 mg 砷、 2.5 mg 铁、 2 mg 铜、 0.5 mg 硒以及小于 0.03 mg 的铋不干扰测定。

10 试剂

- 10.1 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)。
- 10.2 盐酸(1+1)。
- 10.3 盐酸(1+400)。
- 10.4 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$)。
- 10.5 氨水(1+1)。
- 10.6 氰化钾溶液(100 g/L)。

注:配制、使用和保存氰化钾溶液要特别小心,避免吸入含有氰化钾雾滴的空气,避免皮肤接触固体氰化钾或氰化钾溶液。应在通风良好的通风柜内使用。含有氰化钾的废液要妥善处理。

- 10.7 氰化钾氨液(10 g/L):称取 10 g 氰化钾,溶于 800 mL 水中,加入 100 mL 氨水($\rho 0.90\text{ g/mL}$),以水稀释至 $1\,000\text{ mL}$,混匀。

10.8 酒石酸钾钠溶液(400 g/L):称取 400 g 酒石酸钾钠($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加入约 650 mL 水溶解,加入 1 滴~2 滴酚酞乙醇溶液,用氨水中和至微红色,移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入(每次约 10 mL)双硫脲四氯化碳溶液(10.11)振荡萃取,直至有机相呈亮绿色为止。弃去有机相,滴加盐酸(10.2)酸化溶液,分次加入(每次约 10 mL)四氯化碳,洗涤残存于水相中的双硫脲直至有机相无色为止。将水相移入玻璃瓶中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

10.9 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 100 g 盐酸羟胺置于 1 000 mL 烧杯中,加入约 650 mL 水溶解,加入 1 滴~2 滴酚酞乙醇溶液,用氨水中和至微红色,移入 1 000 mL 分液漏斗中,分次加入(每次约 10 mL)双硫脲四氯化碳溶液(10.11)振荡萃取,直至有机相呈亮绿色为止。弃去有机相,滴加盐酸(10.2)酸化溶液,分次加入(每次约 10 mL)四氯化碳,洗涤残存于水相中的双硫脲直至有机相无色为止。将水相移入玻璃瓶中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

10.10 双硫脲四氯化碳溶液(0.4 g/L):称取 0.2 g 双硫脲于 100 mL 烧杯中,加入约 30 mL 三氯甲烷,摇动溶解完全后,移入 1 000 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 氨水、200 mL 水,振荡 1 min,静置分层,弃去有机相。加入 500 mL 四氯化碳,加入 40 mL 盐酸(10.2)酸化,振荡 1 min,静置分层,将有机相移入棕色玻璃瓶中,加入亚硫酸覆盖表面保护,置于阴暗处保存。

10.11 双硫脲四氯化碳溶液(0.04 g/L):移取 50 mL 双硫脲四氯化碳溶液(10.10),置于 1 000 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 氨水、200 mL 水,振荡 1 min,静置分层,弃去有机相,加入 10 mL 四氯化碳,振荡 30 s,静置分层,弃去有机相。加入 500 mL 四氯化碳,加入 20 mL 盐酸(10.2)酸化,振荡 1 min,静置分层,将有机相移入棕色玻璃瓶中,放置于阴暗处。当日配制。

10.12 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

10.13 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铅($\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),微热溶解至清亮,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

10.14 铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(10.13)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铅。

11 仪器

分光光度计。

12 分析步骤

12.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

铅的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL	铅的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
≤ 0.010	0.20	全取	$> 0.10 \sim 0.20$	0.30	5.00
$> 0.010 \sim 0.040$	0.30	20.00	$> 0.20 \sim 0.30$	0.20	5.00
$> 0.040 \sim 0.10$	0.30	10.00	$> 0.30 \sim 0.60$	0.10	5.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

12.2 空白试验

随同试料做空白试验。

12.3 测定

12.3.1 将试料(12.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液、2 mL 硝酸、1 mL 盐酸(10.1),微热溶解至清亮。煮沸约 1 min,驱除氮的氧化物。取下冷却至室温,移入 50 mL 容量瓶中,用水

稀释至刻度,混匀。

12.3.2 按表 3 移取试液(12.3.1)置于已盛 20 mL 水的第一个 125 mL 分液漏斗中。

12.3.3 加入 1 mL 盐酸羟胺溶液,补加 1 mL 酒石酸钾钠溶液,加 2 滴酚酞乙醇溶液,用氨水中和至红色,滴加盐酸(10.2)使红色褪去,并过量两滴,混匀。加入 1 mL 氰化钾溶液,混匀,溶液呈微红色(约 pH8.5),必要时滴加氨水调整。

12.3.4 加入 15 mL 双硫脲四氯化碳溶液(10.11),振荡 1 min。静置分层,将有机相放入第二个 125 mL 分液漏斗中。于水相中再加入 5 mL 双硫脲四氯化碳溶液(10.11),振荡 1 min,静置分层,将有机相合并于第二个分液漏斗中,弃去水相。于有机相中加入 50 mL 盐酸(10.3),振荡 30 s,静置分层,弃去有机相。准确加入 25 mL 双硫脲四氯化碳溶液(10.11)于第二个分液漏斗中,加入 20 mL 氰化钾氨液,振荡 1 min,静置分层。

12.3.5 移取部分有机相于 1 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 520 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铅量。

12.4 工作曲线的绘制

12.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 铅标准溶液(10.14)置于一组 125 mL 分液漏斗中,用水稀释至约 20 mL,以下按 12.3.3~12.3.4 条进行。

12.4.2 移取部分有机相于 1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 520 nm 处,测量其吸光度。以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

13 分析结果的表述

按式(2)计算铅的质量分数:

$$\tau w(\text{Pb}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: $\tau w(\text{Pb})$ —— 铅的质量分数,%;
 m_1 —— 自工作曲线上查得的铅量, μg ;
 V_0 —— 试液的总体积,mL;
 V_1 —— 分取试液的体积,mL;
 m_0 —— 试料的质量,g。

14 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4 %

铅的质量分数	允 许 差
≤ 0.040	0.004
$> 0.040 \sim 0.060$	0.005
$> 0.060 \sim 0.10$	0.010
$> 0.10 \sim 0.20$	0.02
$> 0.20 \sim 0.30$	0.03
$> 0.30 \sim 0.60$	0.05

方法3 铜试剂分光光度法测定铜量

15 范围

本标准规定了锑中铜含量的测定方法。
本标准适用于锑中铜含量的测定。测定范围:0.003 0‰~0.30‰。

16 方法提要

试料用盐酸、硝酸和酒石酸钾钠溶液溶解,铜离子与铜试剂形成有色络合物,用三氯甲烷萃取,于分光光度计波长 440 nm 处测量其吸光度。
在分取试料溶液中含 10 mg 铅、2.5 mg 砷、2.5 mg 铁、0.5 mg 硒及 10 μg 金、10 μg 银不干扰测定。

17 试剂

- 17.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)。
- 17.2 硝酸(ρ1.42 g/mL)。
- 17.3 氨水(ρ0.90 g/mL)。
- 17.4 三氯甲烷。
- 17.5 酒石酸钾钠溶液(400 g/L)。
- 17.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(5 g/L)。
- 17.7 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)溶液(50 g/L)。
- 17.8 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。
- 17.9 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯铜(≥99.99%)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1)微热溶解至清亮,煮沸驱除氮的氧化物,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。
- 17.10 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铜。

18 仪器

分光光度计。

19 分析步骤

19.1 试料
按表 5 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 5

铜的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
≤0.003 0	1.0	全取
>0.003 0~0.012	0.40	全取
>0.012~0.040	0.50	10.00
>0.040~0.10	0.50	5.00
>0.10~0.30	0.20	5.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

19.2 空白试验

随同试料做空白试验。

19.3 测定

19.3.1 将试料(19.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 酒石酸钾钠溶液,2 mL 硝酸、1 mL 盐酸,微热溶解至清亮,煮沸约 1 min 驱除氮的氧化物,冷却。

19.3.2 将试液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

19.3.3 按表 5 移取试液于 60 mL 分液漏斗中,用水稀释至约 20 mL。

19.3.4 加入 2 mLNa₂EDTA 溶液、1 滴~2 滴酚酞乙醇溶液,用氨水中和至红色,加入 2 mL 铜试剂溶液,混匀,再准确加入 15 mL 三氯甲烷,振荡 2 min,静置分层。

19.3.5 移取部分有机相于 1 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 440 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铜量。

19.4 工作曲线的绘制

19.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 铜标准溶液置于一组 60 mL 分液漏斗中,用水稀释至约 20 mL,加入 1 mL 酒石酸钾钠溶液,以下按 19.3.4 条进行。

19.4.2 移取部分有机相于 1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 440 nm 处,测量其吸光度。以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

20 分析结果的表述

按式(3)计算铜的质量分数:

$$w(\text{Cu}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: $w(\text{Cu})$ ——铜的质量分数,%;
 m_1 ——自工作曲线上查得的铜量, μg ;
 V_0 ——试液的总体积,mL;
 V_1 ——分取试液的体积,mL;
 m_0 ——试料的质量,g。

21 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 6 所列允许差。

表 6 %

铜的质量分数	允 许 差
0.003 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.025	0.002 5
>0.025~0.040	0.003
>0.040~0.060	0.005
>0.060~0.100	0.008
>0.100~0.20	0.015
>0.20~0.30	0.02

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 WFX-401 型原子吸收光谱仪的工作条件如表 A1。

表 A1

	波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	观测高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
铅	283.3	5	0.21	6	10	1.3
铜	324.7	2	0.21	5	10	1.1

锑 化 学 分 析 方 法
硫 量 的 测 定

GB/T 3253.4—2001

代替 GB/T 3253.6—1982

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of sulfur content

1 范围

本标准规定了锑中硫含量的测定方法。
本标准适用于锑中硫含量的测定。测定范围：0.002 0%～0.25%。

2 方法提要

试料在高温氧气流中燃烧，使硫转化为二氧化硫，用过氧化氢吸收并转化成硫酸，以甲基红-次甲基蓝溶液为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色转变为亮绿色即为终点。

3 试剂

- 3.1 氢氧化钾。
- 3.2 无水氯化钙。
- 3.3 过氧化氢吸收溶液(1+99)。
- 3.4 甲基红-次甲基蓝混合指示剂：20 单位体积甲基红乙醇溶液(0.3 g/L)与 3 单位体积次甲基蓝溶液(1 g/L)混合。
- 3.5 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.005 \text{ mol/L}$]
- 3.5.1 配制：称取 0.2 g 氢氧化钠，置于 250 mL 烧杯中，用不含二氧化碳的水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用不含二氧化碳的水稀释至刻度，混匀。贮于塑料瓶中。
- 3.5.2 标定：称取 5.000 0 g 预先经 100℃～105℃ 烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂)，置于 500 mL 烧杯中，加不含二氧化碳的水溶解至清亮，移入 1 000 mL 容量瓶中，用不含二氧化碳的水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 0 g 邻苯二甲酸氢钾。

准确移取 10.00 mL 邻苯二甲酸氢钾标准溶液置于 300 mL 锥形瓶中，加 50 mL 不含二氧化碳的水，2 滴酚酞乙醇溶液(10 g/L)，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L。

$$c = \frac{V_0 \times 0.0050}{(V_1 - V_0) \times 0.2042} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

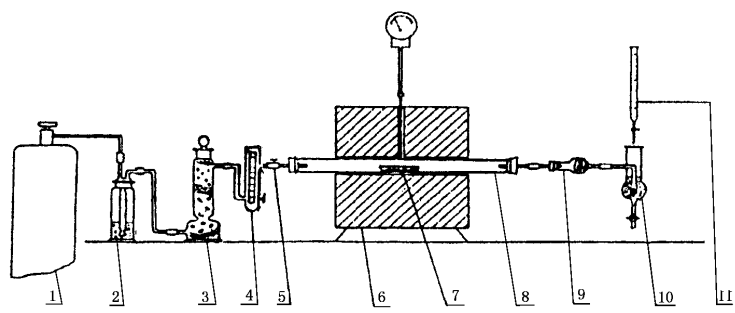
式中：c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；
V——移取邻苯二甲酸氢钾标准溶液的体积，mL；
V₁——标定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；
V₀——标定时空白溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

0.005 0——邻苯二甲酸氢钾标准溶液的浓度,g/mL;
0.204 2——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.00\text{ mol/L}$]相当的邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,g/mol。

平行标定三份,取其平均值。所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL。否则,重新标定。

4 装置

所用装置如图 1。



- 1—氧气瓶:附氧气表。减压阀。
- 2—洗气瓶:盛有用氢氧化钾溶液(400 g/L)配制的高锰酸钾溶液(40 g/L)。
- 3—干燥塔:下部盛无水氯化钙,上部盛干燥的氢氧化钾,中隔玻璃棉,塔顶和塔底都铺有玻璃棉。
- 4—玻璃转子流量计。
- 5—三通活塞:辅助调节氧气流量。
- 6—管式电炉:装有硅碳棒的卧式电炉,附有调压器、电流计、电压计、铂锇热电偶和高温计。
- 7—无釉瓷舟:使用前应在约 1 000 ℃中通入氧气灼烧 30 min,冷却后,置于磨口处不涂凡士林之类物质的干燥器中备用。
- 8—无釉瓷管:新瓷管在使用前应于 1 000 ℃中通氧气灼烧 10 min。
- 9—除尘器:内装干燥脱脂棉。
- 10—圆筒形玻璃吸收器:盛过氧化氢吸收液。
- 11—5 mL~10 mL 微量滴定管

图 1 燃烧中和滴定法测定锑中硫量的装置示意图

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

硫的质量分数, %	试料量, g
0.002 0~0.010	2.0
>0.010~0.040	1.0
>0.040	0.50

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 接通电源,使炉温升至 900 ℃,并处于自动控制状态中。

5.3 加入 50 mL~60 mL 过氧化氢吸收溶液和 1 mL 甲基红-次甲基蓝混合指示剂于玻璃吸收器中。

- 5.4 按图 1 连接好装置,打开氧气瓶,调节氧气流量至 2 L/min,检查定硫装置的密封性,然后调节氧气流量至 0.5 L/min,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液恰呈亮绿色,不计读数。
- 5.5 将试料均匀地置于瓷舟中,取下连接三通活塞与瓷管的橡皮塞。将盛有试料的瓷舟推入燃烧瓷管的温度最高处,然后迅速塞紧连接三通活塞与燃烧瓷管的橡皮塞,以 0.5 L/min 的流量通入氧气燃烧试料,并用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定,保持溶液呈亮绿色。
- 5.6 燃烧 10 min 后,增大氧气流量至 2 L/min,继续燃烧 2 min,继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色转变为亮绿色即为终点。

6 分析结果的表述

按式(2)计算硫的质量分数:

$$w(S) = \frac{c \cdot V \times 0.016\ 03}{m_0} \times 100 \quad \cdots \cdots (2)$$

式中: $w(S)$ ——硫的质量分数,%;
 c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;
 V ——滴定试液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;
 m_0 ——试料的质量, g;
0.016 03——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$] 相当的硫的摩尔质量, g/mol。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

硫的质量分数	允 许 差
0.002 0~0.005 0	0.000 6
>0.005 0~0.010	0.001 0
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.008
>0.10~0.21	0.01
>0.21~0.25	0.02

锑 化 学 分 析 方 法
硒 量 的 测 定

GB/T 3253.5—2001

代替 GB/T 3253.7—1982

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of selenium content

1 范围

本标准规定了锑中硒含量的测定方法。
本标准适用于锑中硒含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.060%。

2 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,以砷做载体,加次磷酸钙还原硒。用苯浮选沉淀与锑和共存杂质分离,加溴酸钾将砷硒沉淀溶于水相中,除去过量氧化剂后,硒试剂与二氧化硒生成有色络合物,用甲苯萃取,于分光光度计波长 430 nm 处测量其吸光度。
在分取试液中含 25 mg 铅、20 mg 铜、3 mg 铁、2 mg 砷不干扰测定。

3 试剂

- 3.1 次磷酸钙。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 过氧化氢(30%)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+2)。
- 3.7 苯。
- 3.8 甲苯。
- 3.9 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.10 氨水(1+4)。
- 3.11 砷溶液(3.8 g/L):称取 0.5 g 三氧化二砷溶于 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)中,加入 50 mL 水,5 mL 盐酸(3.5),用水稀释至100 mL,混匀。
- 3.12 氯化铜溶液(20 g/L):称取 2 g 氯化铜($\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于盐酸(3.5)中,用盐酸(3.5)稀释至 100 mL,混匀。
- 3.13 溴酸钾溶液(10 g/L)。
- 3.14 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液(50 g/L)。
- 3.15 3,3'-二氨基联苯胺(硒试剂)溶液(5 g/L)。用时现配。
- 3.16 间甲酚紫乙醇溶液(1 g/L)。
- 3.17 硒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯硒($\geq 99.99\%$)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.3),

于沸水浴上加热溶解并蒸干,冷却,加水溶解二氧化硒,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硒。

3.18 硒标准溶液:移取 10.00 mL 硒标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 硒。

4 仪器

分光光度计。

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

硒的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
≤0.003 0	1.0	全取
>0.003 0~0.008 0	0.30	全取
>0.008 0~0.020	0.30	20.00
>0.020~0.060	0.20	10.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.2),逐滴加入 0.8 mL~1.5 mL 过氧化氢,同时轻轻振荡溶解至清亮。

5.3.2 将试液移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.5)稀释至刻度,混匀。

5.3.3 按表 1 移取试液于 100 烧杯中,用盐酸(3.5)稀释至 20 mL。

5.3.4 加入 0.2 mL 砷溶液,1 mL 氯化铜溶液,1.5 g~3.0 g 次磷酸钙,置于电炉上加热至沸腾并保持沸腾约 30 s,取下冷却。

5.3.5 将试液和沉淀移入 125 mL 分液漏斗中,用约 10 mL 盐酸(3.5)分次洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中,加入 15 mL 苯,振荡 1 min,静置分层,弃去水相。依次加入 10 mL 盐酸(3.5)和 10 mL 水,轻轻振荡约 15 s,分两次洗涤苯层,弃去水相。

5.3.6 加 10 mL 盐酸(3.6)于分液漏斗中,滴加 0.25 mL 溴酸钾溶液,强烈振荡 1 min,使砷硒沉淀完全溶解于水相中,静置分层,将水相放入原烧杯中,加入 10 mL 水洗涤苯层一次,洗液并入原烧杯中,弃去苯层。加入 0.8 mL 砷溶液,还原过量的溴酸钾,加入 2 mL Na₂EDTA 溶液。

5.3.7 加入 2 滴间甲酚紫溶液,用氨水(3.9)中和溶液至淡红色(pH1.0~3.0),加入 3 mL 硒试剂溶液,在沸水浴上加热 5 min,显色,取下冷却。

5.3.8 用氨水(3.10)调节溶液酸度至 pH6.0~8.0。移入 125 mL 分液漏斗中,用少量水洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中,准确加入 15 mL 甲苯,振荡 1 min,静置分层,弃去水相。

5.3.9 将部分有机相(5.3.8)经脱脂棉过滤,移入 2 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的硒量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 硒标准溶液分别置于一组 100 mL 烧杯中,用水稀释至 20 mL,加入两滴盐酸(3.5),以下按 5.3.7~5.3.8 进行。

5.4.2 将部分系列标准溶液有机相(5.4.1)经脱脂棉过滤,移入 2 cm 吸收皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量其吸光度。以硒量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算硒的质量分数:

$$w(\text{Se}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $w(\text{Se})$ —— 硒的质量分数, %;
 m_1 —— 自工作曲线上查得的硒量, μg ;
 V_0 —— 试液的总体积, mL;
 V_1 —— 分取试液的体积, mL;
 m —— 试料的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

硒的质量分数	允 许 差
0.000 5~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.004 0	0.000 6
>0.004 0~0.006 0	0.000 8
>0.006 0~0.010	0.001 2
>0.010~0.030	0.003
>0.030~0.060	0.005

锑 化 学 分 析 方 法
铋 量 的 测 定

GB/T 3253.6—2001

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of bismuth content

1 范围

本标准规定了锑中铋含量的测定方法。
本标准适用于锑中铋含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.10%。

2 方法提要

试料用王水溶解,在硫酸介质中,控制适当的温度,重复加入盐酸-氢溴酸挥发除锑,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。锑中其他杂质元素不干扰测定。

3 试剂

- 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:三体积盐酸(3.1)和一体积硝酸(3.3)混合配制。
- 3.7 盐酸-氢溴酸:等体积盐酸(3.1)和氢溴酸(ρ 1.48 g/L)混合配制。
- 3.8 铋标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 纯铋($\geq 99.99\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.4),盖上表面皿,微热溶解至清亮,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。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。
- 3.9 铋标准溶液:移取 50.00 mL 铋标准贮存溶液置于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铋。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铋的空心阴极灯。
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:在与测量基体相一致的溶液中,铋的特征浓度应不大于 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 1.0%;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 0.5%。

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 0.7。
仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

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

铋的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
0.001 0~0.005 0	1.0	10.00
>0.005 0~0.020	1.0	25.00
>0.020~0.10	0.50	25.00

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水,盖上表面皿,于低温电炉上加热溶解至清亮,移去表面皿,加入 2 mL 硫酸,低温加热至冒白烟,冷却。

5.3.2 沿杯壁加入 5 mL 盐酸-氢溴酸混合溶液,混匀,加热至冒白烟,重复加入盐酸-氢溴酸混合溶液加热直至冒烟后溶液清亮,冒尽白烟,冷却,加入盐酸(3.2),控制盐酸度 5%(V/V),用少量水吹洗杯壁,微热,冷却至室温。

5.3.3 按表 1 规定的测定体积移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.1 nm 处,与系列标准溶液同时,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。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0,1.00,2.00,4.00,8.00,12.00,16.00,20.00 mL 铋标准溶液分别置于一组 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 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,减去系列标准溶液中“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 分析结果的表述

按式(1)计算铋的质量分数:

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

式中: $\omega(\text{Bi})$ ——铋的质量分数,%;
 c ——自工作曲线上查得的试液中铋的浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 V ——试液的体积, mL;
 m_0 ——试料的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2%

铋的质量分数	允 许 差
0.001 0~0.004 0	0.000 6
>0.004 0~0.006 0	0.000 8
>0.006 0~0.012 0	0.001 2
>0.012 0~0.050	0.001 5
>0.050~0.10	0.006

附 录 A
(提示的附录)
仪器的工作条件

使用 SHIMADZU AA-6200 型原子吸收光谱仪的工作条件如表 A1。

表 A1

波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
223.1	9	0.7	8	2.0

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铈 化 学 分 析 方 法

GB/T 3253.1~3253.6—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 44 千字
2002年2月第一版 2002年2月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-18067 定价 16.00 元
网址 www.bzcbbs.com

*

科 目 595—529

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 3253.1-2001 H