

ICS 77.120.60
H 62



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.6—2001

锑化学分析方法 铋量的测定

Methods for chemical analysis of antimony—
Determination of bismuth content

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铋 化 学 分 析 方 法
铋 量 的 测 定

GB/T 3253.6—2001

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzcs.com>

电话:63787337、63787447

2005年2月第一版 2005年4月电子版制作

*

书号:155066·1-22256

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是对 GB/T 3253.1~3253.7—1982《铈化学分析方法》及 GBn 165.1~165.5—1982《铈化学分析方法》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《砷量的测定》是对 GB/T 3253.1—1982《铈化学分析方法 铝蓝光度法测定砷》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《铈化学分析方法 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《铈化学分析方法 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《铈化学分析方法 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《铈化学分析方法 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《铈化学分析方法 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 SO_2 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《铈化学分析方法 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。

中华人民共和国国家标准

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