



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.6—2008

代替 GB/T 3253.5—2001, GB/T 3254.6—1998

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

Methods for chemical analysis of antimony and antimony
trioxide—Determination of selenium content—
Atomic fluorescence spectrometer 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 6 部分。

本部分代替 GB/T 3253.5—2001《锑化学分析方法 硒量的测定》、GB/T 3254.6—1998《三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定》。与 GB/T 3253.5—2001、GB/T 3254.6—1998 相比，本部分有如下变动：

- 3,3'-二氨基联苯胺分光光度法改为原子荧光光谱法；
- 测定下限进行了延伸；
- 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。

本部分由北京矿冶研究总院、湖南出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、毛小红。

本部分主要验证人：袁玉霞、陈新焕、杨万彪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3253.7—1982、GB/T 3253.5—2001；
- GB/T 3254.6—1998。

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

1 范围

本部分规定了锑及三氧化二锑中硒量的测定方法。

本部分适用于锑及三氧化二锑中硒量的测定。测定范围:0.000 3%~0.050%。

2 方法原理

试料用王水溶解,加酒石酸掩蔽基体锑,在氢化物发生器中,四价硒被硼氢化钾还原为氢化物,由氩气导入石英炉原子化器中,在原子荧光光谱仪上测量硒的荧光强度。

3 试剂及材料

3.1 市售试剂

3.1.1 硼氢化钾。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 王水(用时现配)。

3.2.2 盐酸溶液(1+1)。

3.2.3 氢氧化钠溶液(100 g/L,用优级纯氢氧化钠配制)。

3.2.4 硼氢化钾溶液(15 g/L)

称取 7.50 g 硼氢化钾(3.1.1),加 25 mL 氢氧化钠溶液(3.2.3),溶解完全,加水定容至 500 mL,用时现配。

3.2.5 酒石酸溶液(200 g/L,用优级纯酒石酸配制)。

3.3 标准溶液

3.3.1 硒标准贮存溶液(100 μ g/mL)

称取 0.100 0 g 硒(\geq 99.99%)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.1.3),沸水浴上加热溶解并蒸干,冷却,加水溶解,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 μ g 硒。

3.3.2 硒标准溶液(1 μ g/mL)

移取 10.00 mL 硒标准贮存溶液(3.3.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 硒。

3.3.3 硒标准溶液(0.1 μ g/mL)

移取 1.00 mL 硒标准溶液(3.3.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 μ g 硒。

3.4 材料

氩气(\geq 99.99%):屏蔽气和载气。