



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.5—2008

代替 GB/T 3253.3—2001, GB/T 3254.4—1998

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

Methods for chemical analysis of antimony and antimony
trioxide—Determination of copper content—
Flame atomic absorption spectrometric 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 5 部分。

本部分代替 GB/T 3253.3—2001《锑化学分析方法 铅、铜量的测定》(铜部分)、GB/T 3254.4—1998《三氧化二锑化学分析方法铜量的测定》。与 GB/T 3253.3—2001、GB/T 3254.4—1998 相比,本部分有如下变动:

- 取消了二乙基二硫代氨基甲酸钠、双环己酮草酰二脒(BCO)分光光度法,保留原子吸收光谱法;
- 测定下限从 0.003 0% 延伸到 0.000 2%;
- 补充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。

本部分由湖南有色研究院、湖南辰州矿业有限公司参加起草。

本部分主要起草人:宗屹、宋应球、崔德海。

本部分主要验证人:庞文林、吴少波、杨德利。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3253.4—82、GB/T 3253.5—82、GB/T 3253.3—2001;
- GB/T 3254.4—1998。

铈及三氧化二铈化学分析方法

铜量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了铈及三氧化二铈中铜量的测定方法。

本部分适用于铈及三氧化二铈中铜量的测定。测定范围:0.000 2%~0.30%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸或氢溴酸溶解蒸干后,重复加氢溴酸挥发除铈。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 324.7 nm 处测量铜的吸光度,铈及三氧化二铈中其他杂质均不干扰测定。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.3 氢溴酸(ρ 1.50 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+1)。

3.3 标准溶液

3.3.1 铜标准贮存溶液

称取 1.000 0 g 铜(\geq 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.2),微热溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。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。

3.3.2 铜标准溶液

移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,补加入 5 mL 盐酸(3.2.1),用水稀释至刻度,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:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.10 μ g/mL。

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

原子吸收光谱仪的参考工作条件:

——波长 324.7 nm;