



# 中华人民共和国国家标准

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

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—  
Determination of bismuth content—  
Atomic fluorescence 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 7 部分。

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：北京矿冶研究总院、湖南出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、毛晓红、袁玉霞、陈新焕、阴东霞。

# 铋及三氧化二铋化学分析方法

## 铋量的测定

### 原子荧光光谱法

#### 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:0.000 1%~0.10%。

#### 2 方法提要

试料用王水溶解,加酒石酸络合基体铋,在氢化物发生器中,铋与硼氢化钾生成氢化物,由氩气导入石英炉原子化器中,在原子荧光光谱仪上测量铋的荧光强度。

#### 3 试剂及材料

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 硼氢化钾。

##### 3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

##### 3.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

##### 3.4 王水(1+1)。

##### 3.5 盐酸(1+1)。

##### 3.6 硝酸(1+1)。

##### 3.7 氢氧化钠溶液(100 g/L用优级纯氢氧化钠配制)。

##### 3.8 硼氢化钾溶液(15 g/L)。

称取 7.5 g 硼氢化钾(3.1),加 25 mL 氢氧化钠溶液(3.7),溶解完全,加水定容至 500 mL。用时现配。

##### 3.9 酒石酸溶液(200 g/L)。

##### 3.10 标准溶液。

##### 3.10.1 铋标准贮存溶液(100 $\mu$ g/mL)。

称取 0.100 0 g 纯铋(铋的质量分数 $\geq$ 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 硝酸(3.6),盖上表面皿,微热溶解清亮,冷却,用水洗涤表面皿及杯壁。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

##### 3.10.2 铋标准溶液(10 $\mu$ g/mL)。

移取 10.00 mL 铋标准贮存溶液(3.10.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

##### 3.10.3 铋标准溶液(0.1 $\mu$ g/mL)。

移取 1.00 mL 铋标准溶液(3.10.2)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

##### 3.11 材料。

氩气( $\geq$ 99.99%):屏蔽气和载气。

#### 4 仪器

原子荧光光谱仪,附铋特种空心阴极灯。