



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.7—2004
代替 GB/T 1826—1979

锡精矿化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of bismuth content—Flame atomic absorption
spectrometric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 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

本标准是对 GB/T 1826—1979《锡精矿中铋量的测定(二硫代二安替比林甲烷吸光光度法)》的修订,修订的主要内容是:采用火焰原子吸收光谱法测定铋量。测定范围:0.005%~2.00%。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1826—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由云南红河出入境检验检疫局、云南有色地质局 308 队参加起草。

本标准主要起草人:苏爱萍、张红玲、黄薇。

本标准主要验证人:江寨伸、徐玉蓉、戚晓燕。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1826—1979。

锡精矿化学分析方法

铋量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了锡精矿中铋含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中铋含量的测定。测定范围:0.005%~2.00%。

2 方法原理

试料用盐酸、硝酸分解,在稀王水介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.06 nm 处,测量铋的吸光度。

铋含量小于 0.040% 的试样采用氘灯扣除背景测定。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 王水:三体积盐酸和一体积硝酸混合配制。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氟化铵溶液(200 g/L)。

3.6 铋标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铋(\geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.4)溶解完全后,移入 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

3.7 铋标准溶液:移取 25.00 mL 铋标准贮存溶液于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.2),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,附铋空心阴极灯、氘灯。

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,铋的特征浓度应不大于 0.12 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 0.7。

——仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在 105 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸,5 mL 硝酸(3.2),含铋试样加入 0.5 mL 氟化铵溶液,盖上表皿,低温溶解,并蒸发至体积约 1 mL~2 mL,取下稍冷。

6.4.2 加入 5 mL 王水,用少量水吹洗表皿及杯壁,加热溶解可溶性盐类,取下冷却至室温。

6.4.3 将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 按表 1 分取试液于适量容量瓶中,加入王水,用水稀释至刻度,混匀。

表 1

铋含量/%	分取试液体积/mL	王水/mL	测量时试液体积/mL
0.005~0.040	全量测定	—	50
>0.040~0.150	全量测定	—	50
>0.15~0.75	10	5	50
>0.75~1.50	5	5	50
>1.50~2.00	5	10	100

6.4.5 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.06 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试液中铋的吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铋浓度。铋含量小于 0.040% 的试液采用氘灯扣除背景测定。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,10.00,15.00 mL 铋标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 王水,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 223.06 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,以铋的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铋含量 $w(\text{Bi})(\%)$:

$$w(\text{Bi}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

c ——自工作曲线上查得的铋浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测量时试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至二位小数。若铋含量小于 0.10% 时,表示至三位小数。

8 精密度

8.1 重复性条款

$w(\text{Bi})(\%)$: 0.020 0.060 0.20

$r(\%)$: 0.002 0.007 0.01

8.2 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

%

$w(\text{Bi})$	允许差
0.005~0.040	0.005
>0.040~0.10	0.010
>0.10~0.20	0.02
>0.20~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.10

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定铋量的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)
223.06	1.0	0.2	2	6.0~6.5	0.9