ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.11—2000

锌精矿化学分析方法　锑量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of antimony content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局　发布

前　言

本标准采用两种化学分析方法测定锌精矿中的锑量。方法1“氢化物发生-原子荧光光谱法测定锑量”为新方法，鉴于原子荧光光谱仪目前尚未普及，方法2继续保留原方法“锌精矿化学分析方法　孔雀绿分光光度法测定锑量”，推荐“氢化物发生-原子荧光光谱法测定锑量”作为仲裁检验方法。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

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 7729—1987　冶金产品化学分析　分光光度法通则

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，代替GB/T 8151.11—1987。

本标准的附录A为提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由葫芦岛锌厂起草、修订。

本标准方法1主要起草人：王　佐、赵秀娟；方法2主要起草修订人：宿广裕、孙淑芳、李成文。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 锑量的测定

GB/T 8151.11—2000

代替 GB/T 8151.11—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of antimony content

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法测定锑量

1 范围

本标准规定了锌精矿中锑含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中锑含量的测定。测定范围:0.005 0%～0.20%。

2 方法提要

试料用硝酸、酒石酸溶解。在10%盐酸介质中,用硫脲-抗坏血酸溶液将锑预还原为三价,在氢化物发生器中,锑被硼氢化钾还原生成氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度。

3 试剂

3.1 酒石酸。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+9)。

3.6 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L-50 g/L),当天配制。

3.7 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取10.0 g硼氢化钾溶解于500 mL氢氧化钾溶液(5 g/L)中,当天配制。

3.8 锑标准贮存溶液:称取0.100 0 g金属锑(≥99.9%)于300 mL烧杯中,加入30 mL硝酸(3.2),4 g酒石酸(3.1),低温加热溶解,并蒸至近干,取下,稍冷,加入50 mL盐酸(3.4),加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下,冷却后,用盐酸稀释至1 000 mL。此溶液1 mL含100 μg锑。

3.9 锑标准溶液:称取10.00 mL锑标准贮存溶液(3.8)于500 mL容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含2 μg锑。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附锑特制高强度空心阴极灯。

在仪器工作条件下,凡能达到下列指标的原子荧光光谱仪均可使用。

检出限:不大于1 ng/mL。

国家质量技术监督局2000-02-16批准 2000-08-01实施

精密度：工作曲线中最高浓度标准溶液荧光强度与“零”浓度溶液荧光强度相对于最高浓度标准溶液荧光强度平均值的变异系数，应分别不大于5.0%和1.0%。

注：本实验“零”浓度溶液为盐酸溶液(3.5)。

工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度度差值之比，应不小于0.90。

仪器工作条件见附录A(提示的附录)。

5 试样

5.1 样品应通过0.100 mm孔筛。

5.2 样品预先在105℃±5℃烘1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试料，精确至0.000 1 g。

表1

锑含量 %	称样量 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL	测定溶液体积 mL	补加盐酸 mL	补加硫脲-抗坏血酸溶液 mL
0.005～0.05	0.200	100	10.00	50	4	4
>0.05～0.10	0.100	100	10.00	50	4	4
>0.10～0.20	0.100	100	10.00	100	9	9

独立地进行二次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于200 mL烧杯中，加入0.5 g酒石酸、15 mL硝酸，低温溶解，蒸至体积约2 mL，取下放冷，加入20 mL盐酸(3.4)、10 mL硫脲-抗坏血酸溶液，用水吹洗杯壁，低温煮沸5 min，取下冷至室温。将溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.3.2 按表1将试液(6.3.1)进行分取，并按测定溶液体积补加盐酸及硫脲-抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，混匀，干过滤部分溶液至50 mL烧杯中。

6.3.3 在原子荧光光谱仪上，以盐酸(3.5)为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，以随同试料的空白溶液为参比，测量其荧光强度，从工作曲线上查得相应的锑浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL锑标准溶液分别于一组200 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(3.4)、10 mL硫脲-抗坏血酸溶液，低温加热，煮沸5 min，取下，冷至室温，移入一组100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 在与测定试料溶液液相同的条件下，以盐酸(3.5)为载流，硼氢化钾溶液为还原剂，以试剂空白为参比，测定标准溶液的荧光强度。以锑浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算锑的百分含量：

$$Sb(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——自工作曲线上查得的锑浓度，ng/mL；

V_0——试液的总体积，mL；

V_1——试液的分取体积，mL；

V_2——测定溶液体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数；若锑含量小于0.10%时，表示至三位小数；小于0.010%时表示至四位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 %

锑含量	允许差
0.005 0～0.010	0.004
>0.010～0.020	0.006
>0.020～0.050	0.010
>0.050～0.10	0.020
>0.10～0.20	0.04

方法2 孔雀绿分光光度法测定锑量

9 范围

本标准规定了锌精矿中锑含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中锑含量的测定，测定范围：0.010%～0.10%。

10 方法提要

试料用硝酸、硫酸溶解，于盐酸(7 mol/L)介质中，用氯化亚锡作还原剂，亚硝酸钠作氧化剂，用尿素除去过量的亚硝酸钠。于稀盐酸溶液中加入孔雀绿显色硝酸钠。于稀盐酸溶液中加入孔雀绿显色，用甲苯萃取有色络合物，于分光光度计波长640 nm处测量其吸光度。

11 试剂

11.1 无水硫酸钠。

11.2 甲苯。

11.3 硝酸(1+1)。

11.4 硫酸(1+1)。

11.5 盐酸(7+5)。

11.6 氯化亚锡溶液(100 g/L)，以盐酸(3.5)配制。限两周内使用。

11.7 亚硝酸钠溶液(100 g/L)，贮于棕色瓶中。

11.8 尿素溶液(200 g/L)。

11.9 孔雀绿溶液(2 g/L)，贮于棕色瓶中。

11.10 孔雀绿溶液：取10.0 mL孔雀绿溶液(11.9)用水稀释至300 mL，混匀。当天配制。

11.11 锑标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属锑(≥99.95%)于200 mL烧杯中，加入20 mL硫酸(ρ1.84 g/mL)，加热溶解后取下放冷，用盐酸(11.5)溶解盐类，移入1 000 mL容量瓶中，用盐酸(11.5)

稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锑。

11.12 锑标准溶液：移取 10.00 mL 锑标准贮存溶液(11.11)于 200 mL 容量瓶中，用盐酸(11.5)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 锑。

12 仪器

分光光度计。

13 试样

13.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

13.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 3

锑 含 量，%	试 料 量，g	稀释体积，mL
0.010～0.030	0.300	50
>0.030～0.050	0.200	50
>0.050～0.100	0.200	100

独立地进行二次测定，取其平均值。

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸，加热溶解，低温蒸至小体积，加入 5 mL 硫酸，低温蒸发硫酸冒烟至近干，取下放冷。加入 10 mL 盐酸温热溶解盐类，冷至室温，按表 1 要求用盐酸洗入容量瓶，并用盐酸稀释至刻度，混匀。

14.3.2 移取 10.00 mL 溶液(14.3.1)于 100 mL 烧杯中，在摇动下滴加氯化亚锡溶液至黄色消失并过量 5 滴。

14.3.3 加入 2 mL 亚硝酸钠溶液，混匀。放置 1～2 min。将溶液移入 125 mL 分液漏斗中，用 10 mL 尿素溶液洗涤烧杯，洗液并入分液漏斗中，振荡 20 s 至大气泡冒完，加入 20 mL 甲苯、30 mL 孔雀绿溶液，立即振荡 1 min。静置分层 3～5 min，分层后弃去水相。将有机相放入干燥的 25 mL 容量瓶中，用甲苯稀释至刻度，混匀。加入约 1 g 硫酸钠，翻转 2～3 次。将部分有机相移入 1 cm 干燥的吸收皿中。

14.3.4 以随同试料的空白溶液为参比，于分光光度计波长 640 nm 处测量吸光度。从工作曲线上查得相应的锑量。

14.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锑标准溶液分别于一组 100 mL 烧杯中，以盐酸稀释体积至 10 mL，滴加 5 滴氯化亚锡溶液，以下按 14.3.3 条进行。以试剂空白为参比，测量其吸光度。以锑量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

15 分析结果的表述

按式(1)计算锑的百分含量：

$$Sb(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：m_1——自工作曲线上查得的锑量，μg；

V_0——试液总体积，mL；

V_1——分取试液体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数；若锑含量小于0.10%时，表示至三位小数。

16 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 %

锑含量	允许差
0.010～0.020	0.003
>0.020～0.050	0.005
>0.050～0.10	0.007

附 录 A
（提示的附录）
仪器工作条件

使用 AFS-2201 型原子荧光光谱仪测定锑量的工作条件如表 A1 和表 A2。

表 A1 仪器工作条件

条 件	灯电流 mA	负高压 V	燃烧器高度 mm	载气流量 mL/min	屏蔽气流量 mL/min	延迟时间 s	读数时间 s
工作参数	60	300	8	400	800	1	12

表 A2 蠕动泵工作参数

步 骤	速 度 n/min	时 间 s	重复次数	读 数	停 止
0	50	8	1	NO	NO
1	0	4	1	NO	NO
2	80	14	1	YES	NO
3	0	4	0	NO	YES