



# 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；

——增加了精密性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( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.1.3 硝酸( $\rho$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ g 硒。

3.3.2 硒标准溶液(1  $\mu$ 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  $\mu$ g 硒。

3.3.3 硒标准溶液(0.1  $\mu$ 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  $\mu$ g 硒。

#### 3.4 材料

氩气( $\geq$ 99.99%);屏蔽气和载气。

## 4 仪器

原子荧光光谱仪,附硒特种空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——检出限:不大于  $1 \times 10^{-9}$  g/mL。

——精密度:用  $0.02 \mu\text{g/mL}$  的硒标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%。

——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差值之比,应不小于 0.7。

原子荧光光谱仪的参考工作条件:

——灯电流 60 mA;

——负高压 300 V;

——载气流量 400 mL/min;

——屏蔽气流量 900 mL/min;

——原子化器高度 8 mm。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

硒的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 3~0.002 0	0.30	100	2.00
>0.002 0~0.010	0.20	100	2.00
>0.010~0.050	0.10	200	2.00

### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水摇散试样,加入 5 mL 王水,摇动烧杯使试样溶解清亮,低温加热驱除氮的氧化物,然后加入 5 mL 酒石酸溶液,并补加 5 mL 盐酸(3.1.2),冷却后按表 1 移入相应体积的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.2 按表 1 分取试液于 25 mL 容量瓶中,加入 12.5 mL 盐酸(3.1.2),约 8 mL 水,混匀,于  $50^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$  水浴中放置 10 min,取出冷却,以水定容,混匀。

5.3.3 在原子荧光光谱仪上,用盐酸(3.2.2)作载流,用硼氢化钾溶液作还原剂,以硒高强度空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液的荧光强度,减去随同试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查得相应的硒的浓度。

### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 硒标准溶液(3.3.3)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入盐酸(3.1.2)50 mL,用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度。以硒浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算硒的质量分数  $w(\text{Se})$ , 数值以%表示:

$$w(\text{Se}) = \frac{\rho \cdot V_0 \times 25 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:

$\rho$ ——自工作曲线上查得硒的浓度, 单位为纳克每毫升( $\text{ng/mL}$ );

$V_0$ ——试液定容体积, 单位为毫升( $\text{mL}$ );

$V_1$ ——分取试液体积, 单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m_0$ ——试料的质量, 单位为克( $\text{g}$ )。

当  $0.0003\% < w(\text{Se}) \leq 0.010\%$  时, 所得结果表示至四位小数; 当  $0.010\% < w(\text{Se}) \leq 0.050\%$  时所得结果表示至三位小数。

## 7 精密度

### 7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ), 超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%, 重复性限( $r$ )按表2数据采用线性内插法求得:

表 2

$w(\text{Se})/\%$	0.000 3	0.001 7	0.005 9	0.016	0.047
$I_r/\%$	0.000 3	0.000 4	0.000 8	0.002	0.004
注: 重复性( $r$ )为 $2.83S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。					

### 7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $I_R$ ), 超过再现性限( $I_R$ )的情况不超过5%, 再现性限( $I_R$ )按表3数据采用线性内插法求得:

表 3

$w(\text{Se})/\%$	0.000 3	0.001 7	0.005 9	0.016	0.047
$I_R/\%$	0.000 3	0.000 5	0.000 9	0.003	0.005
注: 再现性( $I_R$ )为 $2.83S_R$ , $S_R$ 为再现性标准差。					

## 8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时, 也可用控制标样替代), 每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时, 应找出原因, 纠正错误后, 重新进行校核。