



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.8—2010
代替 GB/T 14353.8—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 8 部分：铋量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 8: Determination of bismuth content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 8 部分：铋量测定
GB/T 14353.8—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41014

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量测定；
- 第 2 部分：铅量测定；
- 第 3 部分：锌量测定；
- 第 4 部分：镉量测定；
- 第 5 部分：镍量测定；
- 第 6 部分：钴量测定；
- 第 7 部分：砷量测定；
- 第 8 部分：铋量测定；
- 第 9 部分：钨量测定；
- 第 10 部分：钼量测定；
- 第 11 部分：银量测定；
- 第 12 部分：硫量测定；
- 第 13 部分：镓量、铟量和铊量测定；
- 第 14 部分：锗量测定；
- 第 15 部分：硒量测定；
- 第 16 部分：碲量测定；
- 第 17 部分：铈量测定；
- 第 18 部分：铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 8 部分。

本部分代替 GB/T 14353.8—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 氢化物无色散原子荧光光度法测定铋量》。

本部分与 GB/T 14353.8—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了警示、警告内容；
- 修改了试样干燥温度。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人：田萍、董亚妮。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.8—1993。



铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第8部分：铋量测定

警示：使用本部分的人员应经过相关专业的技术培训，具有一定的工作经验。本部分并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中铋量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中铋量的测定。

测定范围：0.1 $\mu\text{g/g}$ ~200 $\mu\text{g/g}$ 的铋。

2 规范性引用文件



下列文件中的条款通过 GB/T 14353 的本部分的引用而成为本部分的条款，凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料用王水分解，在酸性条件下，以硫脲为掩蔽剂，铋与硼氢化钾反应生成氢化铋，由载气（氙气）带入石英原子化器，受热分解为原子态铋，在特制铋空心阴极灯的照射下，基态铋原子被激发至高能态，再活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，在一定的浓度范围内，其荧光强度与铋量成正比，与标准系列比较可定量测定元素铋。

4 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

4.3 王水(1+1)：

75 mL 盐酸(4.1)加 25 mL 硝酸(4.2)与 100 mL 水混合，现用现配。

4.4 盐酸(1+9)。

4.5 硫脲溶液(100 g/L)：

称取硫脲 10.0 g 溶于 100 mL 水中，混匀，现用现配。

4.6 氢氧化钾溶液(2 g/L)：

称取 2 g 氢氧化钾溶于 1 000 mL 水中，混匀。

4.7 硼氢化钾溶液(10 g/L)：

称取 10 g 硼氢化钾溶于 1 000 mL 氢氧化钾溶液(4.6)中，混匀。若有杂质，用脱脂棉过滤备用，现用现配。

4.8 铋标准溶液配制：

- a) 铋标准储备溶液 [$\rho(\text{Bi}) = 100.0 \mu\text{g}/\text{mL}$]: 称取 0.100 0 g 金属铋 [$w(\text{Bi}) = 99.99\%$] 于 250 mL 烧杯中,沿杯壁加入 10 mL 硝酸(4.2),加热溶解,微沸除去氮的氧化物,取下冷却,用盐酸溶液(4.4)冲洗表面皿,转入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀;
- b) 铋标准溶液 [$\rho(\text{Bi}) = 10.0 \mu\text{g}/\text{mL}$]: 吸取 10.00 mL 铋标准储备溶液[4.8a)]于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀;
- c) 铋标准溶液 [$\rho(\text{Bi}) = 0.25 \mu\text{g}/\text{mL}$]: 移取 2.5 mL 铋标准溶液[4.8b)]于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)定容至刻度,摇匀,此溶液用时现配。

5 仪器

- 5.1 原子荧光光谱仪,配铋空心阴极灯。
- 5.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 按照 GB/T 14505 的相关要求,加工试样的粒径应小于 97 μm 。
- 6.2 试样应在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~ 80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中铋量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

铋量/ ($\mu\text{g}/\text{g}$)	试料量/ g	分取试液体积/ mL
<10	0.5	20.00
10~50	0.20	10.00
50~100	0.2	5.00
100~200	0.1	5.00

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于 50 mL 比色管中,用适量水吹洗管壁,加入 10 mL 王水(4.3)将底部试料摇散,在沸水浴中加热分解 1 h,其间摇动数次,取下冷却,用盐酸(4.4)稀释至刻度,盖紧管塞,摇匀,放置澄清。

7.4.2 根据试样中铋量,按表 1 分取试液(7.4.1)于 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 硫脲溶液(4.5)用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀,放置 20 min。

7.5 校准溶液系列配制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铋标准溶液[4.8c)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲溶液(4.5),用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀,以下按照分析步骤(7.4.2)进行。

7.6 测定

采用原子荧光光谱仪,按照仪器工作条件,分别测量校准系列溶液和试料溶液中铋的荧光强度,同

时进行空白试验溶液和校准试验溶液的测定(参考附录 A)。

7.7 校准曲线绘制

以铋量为横坐标,荧光强度值为纵坐标,绘制校准曲线,从曲线上得到相应的铋量。

8 结果计算

铋量以质量分数 $w(\text{Bi})$ 计,数值用 $\mu\text{g/g}$ 表示,按下式计算:

$$w(\text{Bi}) = \frac{(m_1 - m_0) \times V}{m \times V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上得到试料溶液中的铋量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上得到空白试验溶液的铋量,单位为微克(μg);
- V ——试料溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试料溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示为:0. $\times\times$ 、 $\times$. $\times\times$ 、 $\times\times$. $\times$ 、 $\times\times\times$ 。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 方法精密度 单位为微克每克

元素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Bi	0.209~51.5	$r=0.035\ 4+0.125\ 4m$	$R=0.489\ 1+0.221\ 0m$
注:方法精密度数据由 4 个实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			

附 录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件及共存离子干扰

A.1 仪器参考工作条件

原子荧光光谱仪参考工作条件见表 A.1、表 A.2。

表 A.1 原子荧光光谱仪参考工作条件

灯电流/ mA	负高压/ V	载气流量/ (L/min)	屏蔽气流量/ (L/min)	原子化器的高度/ mm
80	300	400	1 000	8

表 A.2 断续流动程序条件

步骤	时间/ s	转速/ (r/min)	读数
1	3	0	NO
2	10	100	NO
3	3	0	NO
4	16	120	YES
5	0	0	NO

A.2 共存离子的干扰情况

在试液中分别共存下列含量的离子,不影响铋的测定:Cu(100 μg/mL)、Pb(500 μg/mL)、Zn(700 μg/mL)、Co(200 μg/mL)、Ni(200 μg/mL)、Cd(5 μg/mL)、Au(1 μg/mL)、Ag(20 μg/mL)、As(16 μg/mL)、Sb(8 μg/mL)、Sn(40 μg/mL)、Se(0.5 μg/mL)、Te(0.4 μg/mL)。



GB/T 14353.8-2010



版权专有 侵权必究
*

书号:155066·1-41014