



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.3—2008

代替 GB/T 3253.3—2001, GB/T 3254.3—1998

## 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

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—  
Determination of lead content—Flame atomic absorption spectrometric 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 3 部分。

本部分代替 GB/T 3253.3—2001《锑化学分析方法 铅、铜量的测定》(铅部分)、GB/T 3254.3—1998《三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定》。与 GB/T 3253.3—2001、GB/T 3254.3—1998 相比，本部分有如下变动：

- 取消了双硫脲分光光度法，保留原子吸收光谱法；
- 测定下限从 0.010% 延伸到 0.002 0%；
- 补充了精密度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。

本部分由湖南有色金属研究院、湖南辰州矿业有限公司参加起草。

本部分主要起草人：宗屹、宋应球、崔德海。

本部分主要验证人：庞文林、吴少波、杨德利、叶芳芳、陈曲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3253.3—1982、GB/T 3253.5—1982、GB/T 3253.3—2001；
- GB/T 3254.4—1982、GB/T 3254.3—1998。

# 铈及三氧化二铈化学分析方法

## 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

### 1 范围

本部分规定了铈及三氧化二铈中铅量的测定方法。

本部分适用于铈及三氧化二铈中铅量的测定。测定范围:0.002 0%~0.75%。

### 2 方法提要

试料用盐酸和硝酸或氢溴酸溶解蒸干后,重复加氢溴酸挥发除铈。在稀盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处测量铅的吸光度,铈及三氧化二铈中其他杂质均不干扰测定。

### 3 试剂

#### 3.1 市售试剂

3.1.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.1.3 氢溴酸( $\rho$ 1.50 g/mL)。

#### 3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+1)。

#### 3.3 标准溶液

##### 3.3.1 铅标准贮存溶液

称取 1.000 0 g 铅( $\geq$ 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.2),微热溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

##### 3.3.2 铅标准溶液

移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(3.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铅。

### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.20  $\mu$ 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 0.8。

原子吸收光谱仪的参考工作条件:

——波长 283.3 nm;