

ICS 77.120.99  
H 13



# 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

GB/T 3253.3—2008

## 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

中华人民共和国  
国家标准  
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 3253.3—2008

\*

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 7 千字  
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*

书号:155066·1-31484 定价 10.00 元

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



GB/T 3253.3—2008

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

- 灯电流 3.0 mA；
- 贫燃火焰，在原子化区测定。

## 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

铅的质量分数/%	试料/g	测定体积/mL
0.002 0~0.030	1.0	25.00
>0.030~0.15	0.50	50.00
>0.15~0.35	0.20	50.00
>0.35~0.75	0.10	50.00

### 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.3 测定

**5.3.1 铈试料:**将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1.1)、3 mL 硝酸(3.1.2),低温加热蒸干,冷却。加入 1 mL 盐酸(3.1.1)、5 mL 氢溴酸(3.1.3)蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)再蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)微热溶解残渣,按表 1 将溶液移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

**三氧化二铈试料:**将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 5 mL 氢溴酸(3.1.3),摇动片刻,低温加热蒸干,冷却。加入 3 mL 氢溴酸(3.1.3)蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)再蒸干,冷却。加入 2 mL 盐酸(3.1.1)微热溶解残渣,按表 1 将溶液移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

**5.3.2 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,**以水调零,测量试料溶液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅浓度。

### 5.4 工作曲线

**5.4.1 移取 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、12.50 mL、15.00 mL 铅标准溶液(3.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中,**分别加入 2 mL 盐酸(3.1.1),用水稀释至刻度,混匀。

**5.4.2 在与试料溶液测定相同条件下,**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,以铅浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算铅的质量分数  $w(\text{Pb})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Pb}) = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

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

$V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

当  $0.002 0\% < w(\text{Pb}) \leq 0.010\%$  时,所得结果表示至四位小数;当  $0.010\% < w(\text{Pb}) \leq 0.10\%$  时所得结果表示至三位小数;当  $0.10\% < w(\text{Pb}) \leq 0.75\%$  时所得结果表示至二位小数。

## 前 言

GB/T 3253《铈及三氧化二铈化学分析方法》共有 11 个部分:

- GB/T 3253.1 铈及三氧化二铈化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法
  - GB/T 3253.2 铈及三氧化二铈化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
  - GB/T 3253.3 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
  - GB/T 3253.4 铈及三氧化二铈化学分析方法 硫量的测定
  - GB/T 3253.5 铈及三氧化二铈化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
  - GB/T 3253.6 铈及三氧化二铈化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法
  - GB/T 3253.7 铈及三氧化二铈化学分析方法 铋量的测定
  - GB/T 3253.8 铈及三氧化二铈化学分析方法 三氧化二铈量的测定
  - GB/T 3253.9 铈及三氧化二铈化学分析方法 镉量的测定
  - GB/T 3253.10 铈及三氧化二铈化学分析方法 汞量的测定
  - GB/T 3253.11 铈及三氧化二铈分析方法 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《铈化学分析方法 铅、铜量的测定》(铅部分)、GB/T 3254.3—1998《三氧化二铈化学分析方法 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铈业有限责任公司、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铈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。