



# 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、湖南辰州矿业有限责任公司参加起草。

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

试剂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；

- 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。

## 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( $I_r$ ),超过重复性限( $I_r$ )的情况不超过5%,重复性限( $I_r$ )按表2数据采用线性内插法求得:

表 2

$w(\text{Pb})/\%$	0.002 0	0.011	0.068	0.31	0.76
$I_r/\%$	0.000 2	0.001	0.004	0.02	0.03
注:重复性( $I_r$ )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

$w(\text{Pb})/\%$	0.002 0	0.011	0.068	0.31	0.76
$I_R/\%$	0.000 3	0.002	0.006	0.03	0.05
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。