

ICS 77.120.01  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3254.3—1998

---

## 三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定

Antimony trioxide—Determination of lead content

1998-07-15 发布

1999-02-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准是对 GB 3254. 1~3254. 4—82 的修订。

原标准包括三个测定项目, 4 个分析方法, 其中测定主成分三氧化二锡列有两个分析方法, 只适用于以金属锡为原料生产的产品; 本标准包括 6 个测定项目, 7 个分析方法, 适用于分析各种工艺生产的三氧化二锡产品。新标准既充分满足了生产及用户的要求, 又做到了与国际上标准的接轨, 而且简化了分析程序, 节约了分析成本。

本标准适用于 GB/T 4062—1998 中三氧化二锡各牌号产品化学成分含量的测定, 其中三氧化二锡、砷量的测定方法及 GB/T 3254. 3 的附录 A (铅量的测定 双硫脲分光光度法) 的方法为修订。铅、铜、铁、硒量的测定方法为新制定的方法。

本标准中铅量的测定列有两个方法, 其中“原子吸收光谱法”为仲裁分析中优先采用的方法, 附录 A (铅量的测定 双硫脲分光光度法), 是基于目前大部分生产单位缺乏原子吸收光谱仪器, 且在这些单位已使用相当长时间, 有熟练的操作技术, 经修订改进后验证, 获得了准确结果的情况下列入标准的, 两个方法同时有效。

本标准从生效之日起, 同时代替 GB 3254. 1~3254. 4—82。

GB/T 3254. 3—1998 的附录 A 为标准的附录, 附录 B 为提示的附录。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由锡矿山矿务局负责起草。

本标准主要起草单位: 锡矿山矿务局。

本标准主要起草人: 曾福生、蔡旭、彭勇泉、吴东华、方哈琛、李文梅。

# 中华人民共和国国家标准

## 三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定

GB/T 3254.3—1998

代替 GB 3254.4—82

Antimony trioxide—Determination of lead content

### 1 范围

本标准规定了三氧化二锑中铅含量的测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铅含量的测定。测定范围：0.010%~0.40%。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728—87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

### 3 方法提要

以氢溴酸溶解试料，蒸干，挥发除去绝大部分锑，用酒石酸钾钠掩蔽残留锑。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，测量其吸光度。三氧化二锑中的其他杂质均不干扰测定。

### 4 试剂

本标准所用水均为二次蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 氢溴酸( $\rho$ 1.48 g/mL)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 酒石酸钾钠溶液(400 g/L)。

4.5 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯铅，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(4.2)，加热溶解至清亮，煮沸除去氮的氧化物，冷却。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。

4.6 铅标准溶液：移取 20.00 mL 铅标准贮存溶液(4.5)置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸(4.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200  $\mu$ g 铅。

### 5 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。