



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.11—2009
代替 GB/T 16484.11—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 11 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride and light rare earth carbonate—
Part 11: Determination of lead oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry

2009-10-30 发布

2010-05-01 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

前 言

GB/T 16484—2009《氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法》共分 22 个部分：

- 第 1 部分：氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：氧化铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：15 个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：氧化钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法；
- 第 5 部分：氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：硫酸根量的测定；
- 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法；
- 第 14 部分：磷酸根量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法；
- 第 17 部分：碳酸稀土中水分量的测定；
- 第 18 部分：碳酸轻稀土中灼减量的测定 重量法；
- 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 21 部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 22 部分：氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 23 部分：碳酸轻稀土中酸不溶物量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 16484 的第 11 部分。

本部分代替 GB/T 16484.11—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 原子吸收光谱法测定铅量》。

本标准与 GB/T 16484.11—1996 相比，主要有如下变动：

- 测定范围由 0.001 5%~0.010% 调整为 0.005 0%~0.020%；
- 取消了有缝式石英管装置的燃烧器，采用普通燃烧器；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款；
- 删除了原标准中的附加说明；
- 对标准文本进行了编辑性修改。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

GB/T 16484.11—2009

本部分参加起草单位：包钢稀土高科技股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司。

本部分主要起草人：刘英。

本部分参加起草人：鲍永平、任晓光、郑昆、谢建伟、赵萍红、何凤娟。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16484.11—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第 11 部分:氧化铅量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化铅含量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化铅含量的测定。测定范围:0.005 0%~0.020%。

2 方法原理

试料经硝酸溶解,以空气-乙炔火焰,使用高性能空心阴极灯,于原子吸收光谱仪,波长 217.0 nm 处,用氘灯扣除基体背景测量铅的吸光度。

3 试剂和材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 铅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铅[$w(\text{Pb}) > 99.99\%$],置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(3.2),缓慢加热至完全溶解,煮沸数分钟以驱除氮的氧化物。冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

3.4 铅标准溶液:移取 10.00 mL 铅标准贮存溶液(3.3),于 200 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度不大于 0.009 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高溶液平均吸光度的 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 0.7。

5 试样

5.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

5.2 碳酸轻稀土试样的制备:试样开封后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化铅含量范围(质量分数)/%	称样量/g
0.005 0~0.010	1.000
>0.010~0.020	0.500

6.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的溶解

将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2),低温加热至试料溶解,若有不溶物,滴加过氧化氢(3.1),待试料完全溶解后,加热分解多余的过氧化氢,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 试料溶液的测定

使用空气-乙炔火焰,用高性能空心阴极灯,于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处,以水调零,用氘灯扣背景模式,测量试液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅的质量浓度。

6.4.3 工作曲线的绘制与测定

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液(3.4)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰,用高性能空心阴极灯,于原子吸收光谱仪波长 217.0 nm 处,以水调零,用氘灯扣背景模式,测量试液的吸光度。以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氧化铅的质量分数(%):

$$w(\text{PbO}) = \frac{(\rho - \rho_0)V \times 1.077\ 2 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得的被测试液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得的(随同)试料(做)空白溶液中铅的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);

1.077 2——氧化铅与铅的换算系数。

8 精密度

8.1 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(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

氧化铅质量分数/%	重复性限(r)/%
0.006 4	0.000 8
0.012	0.004
0.020	0.003
注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。	

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

氧化铅含量范围(质量分数)/%	允许差 /%
0.005 0~0.007 5	0.002 0
>0.007 5~0.010	0.004 0
>0.010~0.020	0.005

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。
