



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.11—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化铅量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and
carbonate—Determination of lead oxide content



C9709741

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
氧化铅量的测定

GB/T 16484.11—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066 • 1-13322 定价 5.00 元

*

标 目 300—74

中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
氧化铅量的测定

GB/T 16484.11—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of lead oxide content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化铅含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化铅含量的测定。测定范围:0.001 5%~0.010%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则



3 方法原理

试样经硝酸溶解,以空气-乙炔贫燃性火焰,使用高性能空心阴极灯,于带有缝式石英管装置的原子吸收分光光度计波长 217.0 nm 处用氘灯扣除基体背景测量铅的吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(1+1),优级纯。

4.2 过氧化氢(30%)。

4.3 铅标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铅(>99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(4.1),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。

4.4 铅标准溶液:移取 20.00 mL 铅标准贮存溶液(4.3),于 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸(4.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 铅。

5 仪器

原子吸收分光光度计,附铅高性能空心阴极灯、灯电源及缝式石英管。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.01 μ 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 5 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。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 试样

6.1 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。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于 105℃~110℃烘烤 2 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

7 分析步骤

7.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

7.2 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

铅含量 %	试料 g
0.001 5~0.003	1.500 0
>0.003~0.006	1.000 0
>0.006~0.01	0.500 0

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.2)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.1),低温加热至试料溶解,若有不溶物,滴加过氧化氢(4.2),待试样完全溶解后,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。

7.4.2 使用空气-乙炔贫燃性火焰,用高性能空心阴极灯,于带有缝式石英管装置的原子吸收分光光度计波长 217.0 nm 处,以水调零,用氘灯扣除背景,测量试液的吸光度。

7.4.3 从工作曲线上查出相应的铅浓度。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 铅标准溶液(4.4)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 硝酸(4.1),以水稀释至刻度,混匀。以下按 7.4.2 条进行。减去零浓度的吸光度。

7.5.2 以铅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算与表述

8.1 按式(1)计算氯化稀土、碳酸稀土中铅的百分含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{(c - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——自工作曲线上查得的被测试液的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_0 ——自工作曲线上查得的试料空白溶液铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的总体积, mL;

m ——试料的质量, g。

8.2 按式(2)计算氧化铅的百分含量:

$$\text{PbO}(\%) = \text{Pb}(\%) \times 1.0772 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: Pb(%)——由 8.1 条求得的铅的百分含量;

1.0772——由铅量换算成氧化铅量的系数。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2		%
铅 含 量		允 许 差
0.001 5~0.005 0		0.000 5
>0.005~0.010		0.001

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 WPX-1B 原子吸收分光光度计测定氧化铅量参考工作条件如下表。

仪器型号	测定波长 nm	灯电流 mA	辅助阴极电流 mA	单色器通带 nm	乙炔流量 L/min	燃烧器高度 mm
WFX-1B	217.0	4.2	6.0	0.2	1.2	25

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人刘英。