



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 偶氮肿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。