

## 附录 A

(标准的附录)

## 原子吸收/发射分光光度法最低精密度相对标准偏差的计算

最高浓度标准溶液与最低浓度标准溶液测量值读数的相对标准偏差计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (C_i - \bar{C})^2} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{O}} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (O_i - \bar{O})^2} \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中:  $S_c$ ——最高浓度标准溶液测量值的相对标准偏差;  
 $S_o$ ——最低浓度标准溶液测量值的相对标准偏差;  
 $\bar{C}$ ——最高浓度标准溶液测量值的平均值;  
 $C_i$ ——最高浓度标准溶液第  $i$  次测定的测量值;  
 $\bar{O}$ ——最低浓度标准溶液测量值的平均值;  
 $O_i$ ——最低浓度标准溶液第  $i$  次测定的测量值;  
 $n$ ——测定次数。

## 附录 B

(提示的附录)

## 标准的有关说明

使用日立 180-80 型塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 B1、表 B2。

表 B1 火焰原子吸收法参考工作条件

波长 nm	灯电流 mA	单色器通带 nm	燃烧器高度 mm	空气压力 MPa	乙炔压力 MPa	积分时间 s
670.8	7.5	0.4	7.5	0.16	0.025	5

表 B2 火焰原子发射法参考工作条件

波长 nm	单色器通带 nm	燃烧器高度 mm	空气压力 MPa	乙炔压力 MPa	积分时间 s
670.8	0.4	7.5	0.16	0.025	5



GB/T 17413.3—1998

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-23181

定价: 8.00 元



## 中华人民共和国国家标准

GB/T 17413.3—1998

# 锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法

## 火焰原子吸收/发射分光光度法

### 测定铯量

Methods for chemical analysis of Lithium, Rubidium and Cesium ores  
 —Determination of Cesium content—Flame atomic absorption  
 /emission spectrophotometric method

1998-06-17 发布

1999-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

(C液)。

6.4.4 按仪器工作条件(见附录B),测量B液或C液中氧化铯的吸光度或发射强度,同时进行标准系列的测定,从工作曲线上查得相应的氧化铯量。

#### 6.5 工作曲线的绘制

移取0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 氧化铯标准溶液(4.4.2),分别置于一组50 mL 容量瓶中,加入1 mL 硫酸(4.2)及5 mL 氯化钾溶液(4.3),用水稀释至刻度,摇匀。按仪器工作条件测量氧化铯的吸光度或发射强度,以氧化铯量为横坐标,吸光度或发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 7 分析结果的计算

按下式计算氧化铯的含量:

$$w(\text{Cs}_2\text{O})/10^{-2} = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6} \times V}{m \times V_1} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得试料溶液的氧化铯量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——从工作曲线上查得空白试验(6.2)的氧化铯量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_1$ ——分取试料溶液体积, mL;

$V$ ——试料溶液总体积, mL;

$m$ ——试料量, g。

#### 8 精密度

表2 吸收法精密度

含量范围, $\times 10^{-6}$	重复性 $r$	再现性 $R$
17.7~3 170	$r=1.179+0.079 m$	$R=2.450+0.125 m$

本精密度数据是在1995~1996年,由四个实验室对五个水平的试样所做的试验中确定的。

表3 发射法精密度

含量范围, $\times 10^{-6}$	重复性 $r$	再现性 $R$
3.5~3 090	$r=0.146 6 m^{0.88}$	$R=0.400 2 m^{0.88}$

本精密度数据是在1995~1996年,由六个实验室对六个水平的试样所做的试验中确定的。

中华人民共和国  
国家标准  
锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法  
火焰原子吸收/发射分光光度法  
测定铯量  
GB/T 17413.3—1998

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.bzcbs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2005年8月第一版 2005年8月第一次印刷

\*

书号:155066·1-23181 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

杯中,加水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 氧化铯。

4.7.2 移取 25.00 mL 氧化铯标准溶液(4.7.1),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 25  $\mu$ g 氧化铯。

## 5 仪器

5.1 原子吸收/发射分光光度计(带有塞曼效应或连续光谱灯背景校正器)。

5.2 铯单元素空心阴极灯。

5.3 在仪器工作最佳条件下,凡达到下列指标的原子吸收/发射分光光度计,均可使用。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度或发射强度,其标准偏差应不超过平均吸光度或发射强度的 1%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度或发射强度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度或发射强度的 0.5%,计算公式见附录 A。

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 0.85。

仪器工作条件见附录 B。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

试样粒度应小于 74  $\mu$ m,并于 105℃ 预干燥 2~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

按表 1 称取试样:

表 1 称取试样量

氧化铯含量 $\times 10^{-2}$	试料 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL	加入硫酸(4.2) mL	测定方法
0.001~0.005	1.000 0 $\pm$ 0.001	50	25.00	0.2	6.4.3
>0.005~0.05	0.500 0 $\pm$ 0.000 5	50	20.00	0.5	6.4.2
>0.05~0.1	0.200 0 $\pm$ 0.000 3	50	20.00	0.5	6.4.2
>0.1~0.5	0.100 0 $\pm$ 0.000 3	50	10.00	1.0	6.4.2
>0.5~1.0	0.100 0 $\pm$ 0.000 3	50	5.00	1.0	6.4.2

### 6.2 空白试验

随同试料做不少于 2 份空白试验,所用试剂须取自同一瓶试剂。

### 6.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于铂坩埚(或聚四氟乙烯坩埚)中,用少量水润湿,加 15 mL 氢氟酸(4.1),2 mL 硫酸(4.2),置于中温电热板上加热分解,蒸发至小体积(视试料分解情况,必要时再加入氢氟酸处理一次),待样品完全分解后,加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽,取下,冷却,加入 1 mL 硫酸(4.2),水 20 mL,置电热板上加热,使盐类溶解,取下,冷却至室温。将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置澄清(A液)。

6.4.2 试料中含氧化铯量在>0.005%~1.0%范围时,按表 1 分取试液(A液),置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 氯化钾溶液(4.3),加入硫酸(4.2),用水稀释至刻度,摇匀(B液)。

6.4.3 试料中含氧化铯量在 0.001%~0.005%范围时,按表 1 分取试液(A液),置于 100 mL 烧杯中,稍加热,并趁热加入 3~4 mL 氨水(4.4),溶液冷却后,加 5 mL 碳酸铵溶液(4.5),用快速滤纸过滤于 150 mL 烧杯中,用碳酸铵溶液(4.6)洗涤烧杯 3 次,沉淀(8~10)次,将滤液置于电热板上蒸发浓缩至小体积,加 0.2 mL 硫酸(4.2),移入 10 mL 比色管中,加 0.5 mL 氯化钾溶液(4.3),用水稀释至刻度,摇匀

## 前 言

近年来,地质矿产部实验系统对稀有、稀土元素的测试,做了大量工作,积累了极其丰富的经验,不少方法的质量水平已达到标准要求。

本标准在现有分析方法中,按准确、先进、简便、实用原则筛选制订。

本标准的附录 A 是标准的附录。附录 B 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心技术归口。

本标准起草单位:地矿部南京综合岩矿测试中心。

本标准主要起草人:陈仲仁。