

附录 A
(资料性附录)

原子吸收分光光度计参考工作条件

使用原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1、表 A.2。

表 A.1 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
852.1	7.5	0.4	7.5	0.16	0.025	5

表 A.2 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
852.1	0.4	7.5	0.16	0.025	5



中华人民共和国国家标准

GB/T 17413.3—2010
代替 GB/T 17413.3—1998

锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法 第 3 部分：铯量测定

Methods for chemical analysis of lithium, rubidium and cesium ores—
Part 3: Determination of cesium content



GB/T 17413.3—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41060

定价: 14.00 元

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

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
第3部分：铯量测定
GB/T 17413.3—2010

*
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.spc.net.cn
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 9 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷
*
书号：155066·1-41060 定价 14.00 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

7.6 测定

警告：应按照原子吸收分光光度仪的使用规定点燃或熄灭空气-乙炔火焰，以避免可能引起的爆炸危险！

使用火焰原子吸收分光光度计，在波长 852.1 nm 处按仪器工作条件（参见附录 A），分别测量校准溶液系列、空白溶液和试料溶液（B 液或 C 液）中氧化铯的吸光度或发射强度。

7.7 校准曲线绘制

以氧化铯量为横坐标，吸光度或发射强度为纵坐标，绘制校准曲线，从校准曲线上查的相应的氧化铯量。

8 结果计算

氧化铯量以质量分数 $w(\text{Cs}_2\text{O})$ 计，数值以微克每克 ($\mu\text{g/g}$) 表示，按式(1)计算：

$$w(\text{Cs}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液中的氧化铯量，单位为微克 (μg)；
 - m_0 ——从校准曲线上查得空白试验(6.2)的氧化铯量，单位为微克 (μg)；
 - V ——试料溶液总体积，单位为毫升 (mL)；
 - m ——称取试料质量，单位为克 (g)；
 - V_1 ——分取试料溶液体积，单位为毫升 (mL)。
- 计算结果保留到小数点后两位。

9 精密度

吸收法测定氧化铯精密度见表 2，发射法测定氧化铯精密度见表 3。

表 2 吸收法测定的精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
17.7~3 170	$r=1.179+0.079m$	$R=2.450+0.125m$
注：本精密度数据由 5 个实验室对 6 个水平的试料所做的试验中确定的。		

表 3 发射法测定的精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
3.5~3 090	$r=0.146 6m^{0.88}$	$R=0.400 2m^{0.88}$
注：本精密度数据由 6 个实验室对 6 个水平的试料所做的试验中确定的。		

5 仪器

- 5.1 原子吸收分光光度计(有发射功能)。附铯元素空心阴极灯。
5.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74 μm 。
6.2 试样在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中氧化铯的含量,按表 1 称取试料量及分取试液体积,精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量及分取试液体积

氧化铯含量/%	试料量/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	1.0	50	25.00	0.2	7.6
>0.005~0.05	0.5	50	20.00	0.5	7.6
>0.05~0.1	0.2	50	20.00	0.5	7.6
>0.1~0.5	0.1	50	10.00	1.0	7.6
>0.5~1.0	0.1	50	5.00	1.0	7.6

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于铂坩埚(或聚四氟乙烯坩埚)中,用适量水润湿,加入 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),待试料完全分解后,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)、20 mL 水,置于电热板上加热使盐类完全溶解,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)。

7.4.2 试料中含氧化铯在大于 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)。

7.4.3 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 mL~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 次~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(C液)。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 50 mL 的容量瓶中,分取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氧化铯标准溶液[4.7b)],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。该系列溶液氧化铯的质量浓度分别为:0.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

前 言

GB/T 17413《锂矿石、铷矿石、铯矿石化学分析方法》分为 3 个部分:

- 第 1 部分:锂量测定;
- 第 2 部分:铷量测定;
- 第 3 部分:铯量测定。

本部分为 GB/T 17413 的第 3 部分。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 17413.3—1998 相比,主要变化如下:

- 修改了标准中文名称;
- 修改了标准英文名称;
- 增加了警示、警告的内容;
- 增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;
- 增加了对试样粒径及其干燥的要求;
- 增加了验证试验内容。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草单位:湖北省地质实验研究所。

本部分主要起草人:向兆、方金东、唐兴敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 17413.3—1998。