



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.19—2010
代替 GB/T 14506.19—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 19 部分：铅量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 19: Determination of lead content

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钼量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 19 部分。

本部分代替 GB/T 14506.19—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 铅的测定》。

本部分与 GB/T 14506.19—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容。

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。

GB/T 14506.19—2010

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：国家地质实验测试中心、黑龙江省地质矿产测试应用研究所。

本部分主要起草人：刘代敏、葛艳梅、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.19—1993。



硅酸盐岩石化学分析方法

第 19 部分：铅量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中铅量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中铅量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中铅量的测定。不适用于含铁、钛高的辉长岩。

测定范围:火焰原子吸收分光光度法,5 $\mu\text{g/mL}$ ~500 $\mu\text{g/mL}$ 铅量。盐酸-酒石酸-碘化钾底液极谱法,10 $\mu\text{g/mL}$ ~250 $\mu\text{g/mL}$ 的铅量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 原子吸收分光光度法

3.1 原理

试料用盐酸、硝酸分解,氢氟酸、高氯酸加热分解,蒸发至冒尽高氯酸白烟,残渣用稀盐酸加热浸取,制成 5% 盐酸溶液。在原子吸收分光光度计上,以塞曼效应或连续光谱灯校正背景,于波长 283.3 nm 处,在空气-乙炔火焰中测量铅的吸光度,计算铅量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.2.2 盐酸(1+1)。

3.2.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。

3.2.5 高氯酸(ρ 1.68 g/mL),优级纯。警告——易爆品,小心操作!

3.2.6 铅标准溶液:

a) 铅标准溶液(1.00 mg/mL):

称取 1.000 0 g 高纯铅[预先用硝酸(1+9)洗净表面,然后分别用水和无水乙醇洗涤,风干后备用]于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2.3),盖上表面皿。加热溶解完全后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 铅标准溶液(20.0 $\mu\text{g/mL}$):

分取 20.0 mL 铅标准溶液[3.2.6a)],置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

3.3 仪器

3.3.1 原子吸收分光光度计,配有铅空心阴极灯。

3.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

3.4 试样

3.4.1 试样粒径应小于 74 μm 。

3.4.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

3.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样。在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

3.5.2 试料量

称取 0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

3.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

3.5.5 测定

3.5.5.1 试料的分解

将试料(3.5.2)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水润湿,加 15 mL 盐酸(3.2.1),盖上表面皿,置于电热板上加热分解,煮沸 5 min,取下稍冷,加 5 mL 硝酸(3.2.3),继续加热至剧烈反应停止,稍冷,用水吹洗表面皿并移去,加 20 mL 氢氟酸(3.2.4)、3 mL~4 mL 高氯酸(3.2.5),于电热板上加热蒸发至高氯酸刚开始冒烟,取下冷却,用水冲洗杯壁,继续加热至高氯酸白烟冒尽(若样品分解不完全,可在未蒸干前补加氢氟酸继续蒸干)。取下冷却,沿杯壁加入 5 mL 盐酸(3.2.2),加热使盐类溶解。冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。

注 1:为防止残留的痕量氟对玻璃器皿的侵蚀,使空白值增高,试料溶液应尽快测定,或在试料溶液与校准溶液系列溶液中各加入 5 mL 饱和硼酸溶液,再用水稀释至刻度,摇匀后测量。

注 2:如果含量超过校准曲线,可吸取部分清液至另一容量瓶中,补加适量盐酸(3.2.2)至酸度为 5%,用水稀释至刻度,摇匀后继续测量。随同试料的空白试验溶液(3.5.3)也应用相同方法进行稀释。

3.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、50.00 mL 铅标准溶液[3.2.6b)]于一系列 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 盐酸(3.2.2),用水稀释至刻度,摇匀。

3.5.6 吸光度测量

在原子吸收分光光度计上,调节波长为 283.3 nm,光谱带宽为 0.7 nm~1.3 nm,点燃空气-乙炔火焰,用水调零,测量铅的吸光度。先用校准溶液系列中浓度最大的喷测,并调节火焰状态和燃烧器位置与高度,使测得的吸光度为最大。然后按浓度由低至高的顺序,依次喷测铅校准溶液系列、空白溶液和待测试料溶液(包括标准物质溶液)的吸光度。

3.5.7 校准曲线绘制

以铅校准溶液系列的浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上分别查得相应的铅量。

3.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{Pb})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算铅量。

$$w(\text{Pb}) = \frac{(\rho - \rho_0)V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——从校准曲线上查得的试料溶液中铅的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 ——从校准曲线上查得的试料空白溶液中铅的浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——试料溶液体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料量，单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第一位。



3.7 精密度

原子吸收分光光度法测定硅酸盐岩石中铅量结果的精密度见表 1。

表 1 精密度

单位为微克每克

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Pb	7.0~205	$r=1.183m^{0.52}$	$R=3.236+0.185m$
注：本精密度数据是由 6 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。			

4 盐酸-酒石酸-碘化钾底液极谱法

4.1 原理

试料用盐酸-硝酸-氢氟酸加热分解，加入少量高氯酸，蒸发至白烟冒尽以赶去氢氟酸和硝酸。用盐酸溶解盐类，加入铁粉还原铁、铜、砷、铋等元素，然后在 5% 盐酸-1.5% 酒石酸-0.5% 碘化钾溶液中，在示波极谱仪上，起始电位为 -0.36 V ，峰电位约为 -0.52 V （对饱和甘汞电极），用导数部分测定铅的吸附催化电流。吸附催化电流峰高与铅浓度呈线性关系，计算铅量。

4.2 试剂

4.2.1 铁粉：预先经空白试验不应含铅。

4.2.2 盐酸($\rho 1.19\text{ g/mL}$)，优级纯。

4.2.3 盐酸(1+4)，优级纯。

4.2.4 硝酸($\rho 1.42\text{ g/mL}$)，优级纯。

4.2.5 氢氟酸($\rho 1.15\text{ g/mL}$)。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性，操作时应戴手套，防止皮肤接触。

4.2.6 高氯酸($\rho 1.67\text{ g/mL}$)，优级纯。警告——易爆品，小心操作！

4.2.7 混合底液：称取 7.5 g 酒石酸、2.5 g 碘化钾及 0.5 g 抗坏血酸，置于 500 mL 烧杯中，加水溶解，并稀释至 400 mL，搅匀。

4.2.8 铅标准溶液

a) 铅标准溶液($100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$)：

称取 0.100 0 g 高纯金属铅[预先用硝酸(1+9)洗净表面，然后分别用水和无水乙醇洗涤，风干后备用]，置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(4.2.4)，盖上表面皿，加热溶解后，用水吹洗表面皿后移去，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度，摇匀；

b) 铅标准溶液($5.0\text{ }\mu\text{g/mL}$)：

取 25.0 mL 铅标准溶液[4.2.8a)]，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀；

c) 铅标准溶液($1.0\text{ }\mu\text{g/mL}$)：

取 50.0 mL 铅标准溶液[4.2.8b)]，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.3 仪器

4.3.1 示波极谱仪。

参比电极：饱和甘汞电极。

4.3.2 天平：三级，感量 0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 试样粒径应小于 $74\text{ }\mu\text{m}$ 。

4.4.2 试样应在 105 °C 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

4.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

4.5.2 试料量

称取 0.2 g 试料。铅量大于 100 μg/g 时,称取 0.1 g 试料。称量精确至 0.1 mg。

4.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

4.5.5 测定

4.5.5.1 试料的分解

将试料(4.5.2)置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中,以少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2.2),盖上表面皿,置于电热板上,加热片刻,加入 3 mL 硝酸(4.2.4),继续加热,约半小时后,用水吹洗表面皿后移去,蒸发溶液至 1 mL 左右,加入 5 mL 氢氟酸(4.2.5)及 0.5 mL 高氯酸(4.2.6),低温加热至试料分解完全。蒸发至冒白烟,稍冷,用水吹洗杯壁,再蒸发至白烟冒尽,稍冷。

注:盐酸要预先进行空白试验,选用空白最低的。

4.5.5.2 趁烧杯尚保持余热时,加入 5 mL 盐酸(4.2.3)溶解盐类,并盖上表面皿加热助溶,冷却。加入 0.1 g 铁粉(4.2.1)还原铁、铜、铋等,待高价铁的黄色基本褪去后,用混合底液(4.2.7),移入 25 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

注:如试料中的铜、铋等元素不超过允许量时,加入 1 mL 抗坏血酸溶液(100 g/L)代替铁粉还原高价铁。

4.5.5.3 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铅标准溶液[4.2.8b)]和铅标准溶液[4.2.8c)]分别置于两组 25 mL 烧杯中,低温蒸干,加入 0.5 mL 盐酸(4.2.2),蒸干,以下按(4.5.5.2)分析步骤进行。

4.5.6 极谱测定

警告——应按照极谱仪仪器使用规程,在有良好通风条件并经活性炭吸附处理汞的设施中进行操作,以避免汞对环境的污染。

用磁铁在容量瓶底部吸住铁粉,将部分试料溶液倾入电解池中,在示波极谱仪上,起始电位为 -0.36 V,用导数部分测定,同时进行校准溶液系列的极谱测定。

注:用二次导数测定时,允许二氧化钛存在量提高至 2.5 mg。铁(Ⅲ)和超过允许量的铜、砷、铋等元素,必须加入铁粉还原至低价或单质状态以消除其干扰。

4.5.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列的铅量为横坐标,测定峰高为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的铅量。

4.6 结果计算

4.6.1 计算结果以质量分数 $w(\text{Pb})$ 计,数值以 μg/g 表示,按式(2)计算铅量。

$$w(\text{Pb}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的铅量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的铅量,单位为微克(μg);
 m ——试料量,单位为克(g)。

4.6.2 分析结果以 $x.x\ \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x\ \mu\text{g/g}$ 、 $xxx\ \mu\text{g/g}$ 表示。

4.7 精密度

盐酸-酒石酸-碘化钾底液极谱法测定硅酸盐岩石中铅量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 单位为微克每克

成 分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Pb	10.0~197	$r=1.115+0.097\ 7m$	$R=1.025+0.280m$
注：本精密度数据是由 6 个实验室对 9 个水平的试料进行实验确定的。			





中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硅酸盐岩石化学分析方法
第 19 部分：铅量测定

GB/T 14506.19—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

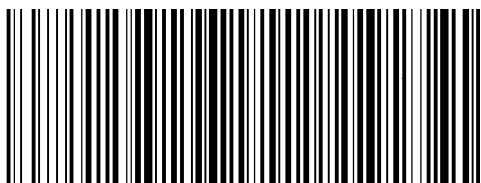
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40963

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



GB/T 14506.19—2010