



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.5—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氯化稀土中氧化钡量的测定

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

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 氯化稀土中氧化钡量的测定

GB/T 16484.5—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土中氧化钡含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土中氧化钡含量的测定。测定范围：0.40%~2.0%。

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

试料用无水碳酸钠熔融，水浸取，过滤，滤渣中的钡用硝酸、高氯酸溶解。在稀酸介质中，用空气-乙炔火焰，在原子吸收分光光度计波长 553.5 nm 处测量钡的吸光度。用标准加入法计算钡的含量。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.4 无水乙醇。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 碳酸钠溶液(20 g/L)。

4.7 氯化钡溶液(250 g/L)。

4.8 钡标准溶液：称取 1.4371 g 经 110℃ 烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的基准碳酸钡，置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 水，滴加盐酸(4.5)至完全溶解，低温加热煮沸驱除二氧化碳，冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 钡。

4.9 对硝基酚指示剂(1 g/L)。

5 仪器

原子吸收分光光度计，附钡空心阴极灯。

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，钡的特征浓度应不大于 5 μ g/mL。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

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。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 试样

将氯化稀土试样破碎,迅速置于称量瓶中,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

钡含量, %	试料, g	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
0.40~0.50	1.000 0	50.00	10.00
>0.50~1.00	1.000 0	50.00	5.00
>1.0~2.0	0.500 0	50.00	5.00

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 按表 1 将试料(7.2)置于预先盛有 4 g 无水碳酸钠(4.1)的 30 mL 镍坩埚中,复盖 4 g 无水碳酸钠(4.1)。置于 1 000℃高温炉中熔融至流体状,摇匀。继续熔融 15 min 取出,冷却。

7.4.2 将坩埚(7.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水。低温加热溶解,微沸数分钟,待熔块完全溶解后,用水洗出坩埚,再次煮沸后取下,冷却至室温。用定量滤纸过滤,用碳酸钠溶液(4.6)洗沉淀和滤纸 4~5 次,水洗至无硫酸根为止。弃去滤液。

注:检验方法:取 10 mL 滤液置于 25 mL 比色管中,加 1 滴对硝基酚指示剂(4.9)用盐酸(4.5)调至黄色刚消失,并过量 1 滴,加 2 mL 无水乙醇(4.4),混匀。加 3 mL 氯化钡溶液(4.7),混匀。10 min 后溶液应透明无混浊。

7.4.3 将沉淀连同滤纸(7.4.2)置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 硝酸(4.2),5 mL 高氯酸(4.3)。盖上表面皿,加热至冒高氯酸浓烟,直至近干,稍冷,加 20 mL 水,加热溶解至清,冷却至室温。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。

7.4.4 按表 1 移取 4 份试液(7.4.3)置于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0,0.25,0.50,0.75 mL 钡标准溶液(4.8),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.5 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长 553.5 nm 处,以水调零测量试液(7.4.4)的吸光度。以钡浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准加入曲线,用外推法从标准加入曲线上查出被测溶液的钡浓度。

8 分析结果的计算与表述

8.1 按式(1)计算氯化稀土中钡的百分含量。

$$\text{Ba}(\%) = \frac{(c - c_0)VV_2 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： c_0 ——由标准加入法求得的试料空白溶液的钡浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

c ——由标准加入法求得的被测试液的钡浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——试液的总体积， mL ；

V_1 ——移取试液的体积， mL ；

V_2 ——被测试液的体积， mL ；

m ——试料的质量， g 。

8.2 按式(2)计算氯化稀土中氧化钡的百分含量。

$$\text{BaO}(\%) = \text{Ba}(\%) \times 1.1165 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： $\text{Ba}(\%)$ ——由 8.1 条求得的钡的百分含量；

1.1165——由钡量换算成氧化钡量的系数。

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

%

钡含量	允许差
0.40~1.00	0.10
>1.00~2.00	0.20

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 PE 3100 型号原子吸收分光光度计测量钡参考工作条件如下表:

仪器型号	波长 nm	灯电流 mA	单色器通带 nm	燃烧器高度 mm	空气流量 Linear	乙炔流量 Linear
PE 3 100	553.5	10	0.7	9.0	5.0	2.8

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。

本标准由上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人吴平、忻明龙。

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
氯化稀土中氧化钡量的测定

GB/T 16484.5—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 7 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: 155066·1-13310 定价 8.00 元

*

标 目 300—68



GB/T 16484.5—1996