



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.10—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化锰量的测定

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

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 氧化锰量的测定

GB/T 16484.10—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化锰含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化锰含量的测定。测定范围：0.002 0%~0.10%。

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标准的总则及一般规定

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

试样经硝酸溶解，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 279.5 nm 处测量锰的吸光度。用标准加入法计算锰的含量。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.2 过氧化氢(30%)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 锰标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属锰(99.99%)，于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(4.3)溶解。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 锰。

4.5 锰标准溶液：移取 5.00 mL 锰标准贮存溶液(4.4)，于 1 000 mL 容量瓶中，加 20 mL 盐酸(4.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 锰。

5 仪器

原子吸收分光光度计，附锰空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者可使用。

灵敏度：在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中，锰的特征浓度应不大于 0.015 μ g/mL。

精密性：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 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

不小于 0.7。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 试样

将试样于 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温,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

锰含量 %	试料 g	溶样加入硝酸(4.1)体积与过氧化氢(4.2)体积之比 mL : mL
0.002 0~0.005 0	1.000 0	5 : 1.5
>0.005 0~0.010	0.500 0	4 : 1.5
>0.010~0.10	0.250 0	3 : 1.5

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.2)置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.1),1.5 mL 过氧化氢(4.2),低温加热溶解,取下冷却至室温,移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 移取 4 份 10.00 mL 试液(7.4.1)置于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0,0.50,1.00,2.00 mL 锰标准溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 使用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长 279.5 nm 处,以水调零,用氘灯扣背景,测量试液的吸光度。

7.4.4 以锰浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准加入曲线。

7.4.5 用外推法从标准加入曲线上求出被测试液的锰浓度。

8 分析结果的计算与表述

8.1 按式(1)计算碳酸稀土中锰的百分含量:

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

式中: c ——从标准加入曲线上查得的被测试液的锰浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_0 ——从标准加入曲线上查得的试料空白溶液锰浓度, $\mu\text{g/mL}$;

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)计算氧化锰的百分含量:

$$\text{MnO}(\%) = \text{Mn}(\%) \times 1.294 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: $\text{Mn}(\%)$ ——由 8.1 条求得的锰的百分含量;

1.294——由锰换算成氧化锰量的系数。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表2所列允许差。

表 2

%

锰 含 量	允 许 差
0.002 5~0.010	0.000 5
>0.010~0.040	0.001
>0.040~0.10	0.002

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 WFX-1D 型号原子吸收分光光度计测定锰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 nm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
WFX-1D	279.5	3.0	0.1	7.5	7	1.5

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。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人江红。

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
氧化锰量的测定

GB/T 16484.10—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 6 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: 155066·1-13321 定价 8.00 元

*

标 目 300—73



GB/T 16484.10—1996