



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.8—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化钠量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of sodium 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 氧化钠量的测定

GB/T 16484.8—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化钠含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化钠含量的测定,测定范围:0.050%~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 589.0 nm 处测量钠的吸光度。用标准加入法计算氧化钠的含量。

4 试剂

4.1 过氧化氢(30%)。

4.2 硝酸(1+1),优级纯。

4.3 草酸溶液(50 g/L),优级纯(重结晶后使用)。

4.4 钠标准贮存溶液:称取 1.885 8 g 经 400~450℃灼烧到无爆裂声的氯化钠溶于 500 mL 水,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 mg 氧化钠。

4.5 钠标准溶液:移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(4.4)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 氧化钠。

5 仪器

原子吸收分光光度计,附钠空心阴极灯。

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,钠的特征浓度应不大于 0.006 2 μg/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五段,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

6.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于 105℃ 烘烤 1.5 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

称取二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

氧化钠含量 %	试料量 g	试液总体积 mL	移取试液体积 mL
0.05~0.20	0.100 0	50	5
0.20~0.80	0.100 0	100	5
0.80~2.0	0.100 0	200	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 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.2),1 mL 过氧化氢,低温加热至溶解完全,冷却至室温。

7.4.2 按表 1 将溶液(7.4.1)转移至容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 按表 1 移取四份试液(7.4.2)于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0,0.50,1.00,1.50 mL 钠标准溶液(4.5),加 1 mL 硝酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.4 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收分光光度计波长 589.0 nm 处,用氘灯扣背景,以水调零测量试液(7.4.3)的吸光度。以氧化钠浓度为横坐标,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氧化钠浓度。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算试料中氧化钠的百分含量:

$$\text{Na}_2\text{O}(\%) = \frac{(c - c_0)VV_2 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100$$

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

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

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。

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

%

氧化钠含量	允 许 差
0.05~0.20	0.01
>0.20~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.1

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用下列型号原子吸收分光光度计测量钠参考工作条件如表 A1。

表 A1

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 L/min	乙炔流量 L/min
WFX-1B	589.0	3.0	0.2	10	6~7	1.0
P-E3030	589.0	10	0.2	10		
AA670	589.0	3.0	0.3	5	8	1.0

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。

本标准主要起草人刘文华、王桂芬。

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
氧化钠量的测定

GB/T 16484.8—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

*

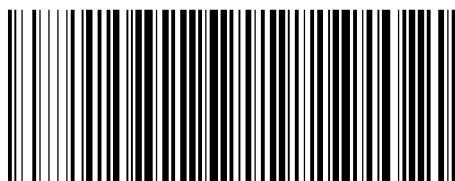
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
1996 年 12 月第一版 1996 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-13319 定价 8.00 元

*

标 目 300—71



GB/T 16484.8—1996