

ICS 71.060.50
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.9—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化镍量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of nickel 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 氧化镍量的测定

GB/T 16484.9—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化镍含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化镍含量的测定。测定范围：0.002 0%~0.010%。

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

试样经盐酸溶解，在稀盐酸介质中，用空气-乙炔火焰，在原子吸收分光光度计波长 232.0 nm 处采用氘灯扣背景，测量镍的吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 混合稀土氧化物溶液(100 mg/mL)：称取 20.00 g 预先经提纯的包头矿产混合稀土氧化物(含镍小于 0.000 2 %)于 200 mL 烧杯中，加少许水湿润，加入 20 mL 盐酸(4.4)，加热至完全溶解，取下，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.6 镍标准贮存溶液：称取 0.250 0 g 镍(>99.9%)于 250 mL 烧杯中，加少许水湿润，加入 10 mL 硝酸(4.2)，加热至完全溶解，取下，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

4.7 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(4.6)于 500 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(4.2)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 镍。

5 仪器

原子吸收分光光度计，附镍空心阴极灯及氘灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,镍的特征浓度不大于 0.080 $\mu\text{g/mL}$ 。

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溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度分成五段,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

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℃~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

称取两份试料平行测定,取其平均值。

7.2 试料

称取 2 g 试料,精确至 0.000 1 g。

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 5 mL 盐酸(4.4),加热溶解,冷却至室温后,移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 使用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长 232.0 nm 处,采用氘灯扣背景,以空白试验溶液调零,测量其吸光度,自工作曲线上查出相应的镍浓度。

7.5 工作曲线的绘制

移取 0, 1.00, 2.00, 4.00, 8.00, 10.00 mL 镍标准溶液(4.7)于一系列 50 mL 容量瓶中,分别加入 10.00 mL 混合稀土氧化物溶液(4.5), 5 mL 盐酸(4.4),以水稀释至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计波长 279.5 nm 处,采用氘灯扣背景,以零浓度溶液调零,测量其吸光度,以镍浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算与表述

8.1 按式(1)计算镍的百分含量

$$\text{Ni}(\%) = \frac{cV \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——从工作曲线上查得的被测试液的镍浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——试液的体积, mL;

m ——试料的质量。

8.2 按式(2)计算氧化镍的百分含量

$$\text{NiO}(\%) = \text{Ni}(\%) \times 1.273 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：Ni(%)——由 8.1 条求得的镍的百分含量；

1.273——由镍换算成氧化镍量的系数。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

%

镍含量	允许差
0.002 0~0.005 0	0.000 5
>0.005~0.010	0.001

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 P-E3030 原子吸收光谱仪测定镍量参考工作条件如下表。

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
232.0	16	0.2	8-9	40	20

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。

本标准由冶金部包钢稀土研究院起草。

本标准主要起草人许涛。

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
氧化镍量的测定

GB/T 16484.9—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: 155066·1-13320 定价 8.00 元

*

标 目 300—72



GB/T 16484.9—1996