



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.7—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化镁量的测定

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



C9709719

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
氧化镁量的测定

GB/T 16484.7—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: 155066·1-13318 定价 5.00 元

*

标 目 300—70

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
氧化镁量的测定

GB/T 16484.7—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化镁含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化镁含量的测定。测定范围:0.03%~1.50%。

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

试样经盐酸或硝酸溶解,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 285.2 nm 处测量镁的吸光度。用标准加入法计算氧化镁的含量。

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 镁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 氧化镁(于 800℃ 灼烧至恒重,置于干燥器中,冷却至室温)于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(4.3)溶解,煮沸除尽二氧化碳,冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μ g 氧化镁。

4.5 镁标准溶液:移取 25.00 mL 镁标准贮存溶液(4.4)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.5 μ g 氧化镁。

5 仪器

原子吸收分光光度计,附镁空心阴极灯。

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,镁的特征浓度应不大于 0.005 5 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%;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%。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

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

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

氧化镁含量 %	试料 g	试液总体积 mL	移取试液体积 mL
0.03~0.10	0.500 0	100.00	10.00
>0.10~0.30	0.400 0	200.00	5.00
>0.30~1.00	0.200 0	200.00	2.00
>1.00~1.50	0.100 0	250.00	2.00

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 盐酸(4.3),[若试样难溶改加 5 mL 硝酸(4.1)],加 1 mL 过氧化氢(4.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温。

7.4.2 按表 1 将试液(7.4.1)移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.3 按表 1 移取 4 份试液(7.4.2)于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0,1.00,2.00,3.00 mL 镁标准溶液(4.5),用水稀至刻度,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 285.2 nm 处,用氘灯扣背景,以水调零测量试液(7.4.3)的吸光度,以氧化镁浓度为横坐标,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得被测溶液的氧化镁浓度。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算试料中氧化镁的百分含量:

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

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

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

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

氧化镁含量	允许差	%
0.03~0.10	0.01	
>0.10~0.30	0.03	
>0.30~1.00	0.08	
>1.00~1.50	0.10	

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镁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 mm	燃烧器高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
WFX-1D	285.2	3	0.1	8	7	1.1
WFX-1B	285.2	3	0.1	8	7	1.1
AA-670	285.2	3	0.4	5	8	1.6

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。

本标准由哈尔滨稀土材料总厂,江西省稀土研究所起草。

本标准主要起草人许树国、吕善刚。