



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.22—2009

GB/T 16484.22—2009

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 22 部分：氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 22: Determination of zinc oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国
国家标准
氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法
第 22 部分：氧化锌量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 16484.22—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

*
书号：155066·1-39606 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 16484.22—2009

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 1

氧化锌含量范围(质量分数)/%	试料量/g	试液总体积/mL	移取试液体积/mL
0.010~0.040	2.00	100	10.00
>0.040~0.080	1.00	100	10.00
>0.080~0.20	3.00	1 000	10.00
>0.20~0.80	1.00	1 000	10.00
>0.80~1.00	1.00	1 000	5.00

6.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的溶解

将试料(6.1)置于100 mL烧杯中,加5 mL盐酸(3.3)[若试样难溶改加5 mL硝酸(3.1)],加1 mL过氧化氢(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温。将溶液移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 工作曲线的绘制与测定

6.4.2.1 按表1移取5份试液(6.4.1)于一组100 mL容量瓶中,分别加入0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL锌标准溶液(3.6),加入1 mL盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.2 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长213.9 nm处,以水调零测量试液(6.4.2.1)的吸光度,以锌浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准曲线,从标准曲线上查得被测溶液的锌浓度。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氧化锌的质量分数(%):

$$w(\text{ZnO}) = \frac{(\rho - \rho_0)V_0V_2 \times 1.2447 \times 10^{-6}}{m_0V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——被测试液中锌的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——试料空白溶液中锌的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——被测试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

1.2447——氧化锌与锌的换算系数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

前 言

GB/T 16484—2009《氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法》共分22个部分:

- 第1部分:氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第2部分:氧化铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法;
- 第3部分:15个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第4部分:氧化钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法;
- 第5部分:氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第6部分:氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第8部分:氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第9部分:氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第10部分:氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第11部分:氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第12部分:硫酸根量的测定;
- 第13部分:氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法;
- 第14部分:磷酸根量的测定 铈磷钼蓝分光光度法;
- 第15部分:碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法;
- 第16部分:氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法;
- 第17部分:碳酸稀土中水分量的测定;
- 第18部分:碳酸轻稀土中灼减量的测定 重量法;
- 第20部分:氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体质谱法;
- 第21部分:氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第22部分:氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第23部分:碳酸轻稀土中酸不溶物量的测定 重量法。

本部分为GB/T 16484的第22部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分参加起草单位:山东淄博加华新材料资源有限公司、包钢稀土高科技股份有限公司。

本部分主要起草人:李娜、高新秀、佟玲。

本部分参加起草人:曹爱红、鲍永平、李淑萍。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第 22 部分：氧化锌量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化锌量的测定方法。
本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化锌量的测定。测定范围：0.010%~1.00%。

2 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，在原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处测量锌的吸光度，用标准加入法计算氧化锌的量。

3 试剂和材料

- 3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。
- 3.2 过氧化氢(30%)，优级纯。
- 3.3 盐酸(1+1)，优级纯。
- 3.4 锌标准贮存溶液：准确称取 0.500 0 g 金属锌 [$w(\text{Zn}) \geq 99.99\%$] 于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸(3.3)，滴加数滴过氧化氢(3.2)待其溶解完全后，加热煮沸几分钟，冷却后将溶液移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含有 1 000 μg 锌。
- 3.5 锌标准溶液：移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锌。
- 3.6 锌标准溶液：移取 10.00 mL 锌标准溶液(3.5)于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 锌。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附锌空心阴极灯。
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，锌的特征浓度应不大于 0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
——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%。
——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。

5 试样

- 5.1 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。
- 5.2 碳酸轻稀土试样的制备：试样开封后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。