



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.5—2009
代替 GB/T 16484.5—1996

GB/T 16484.5—2009

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第5部分：氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 5: Determination of barium oxide content—
Inductively coupled plasma atomic emission 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5部分：氧化钡量的测定
电感耦合等离子体发射光谱法
GB/T 16484.5—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

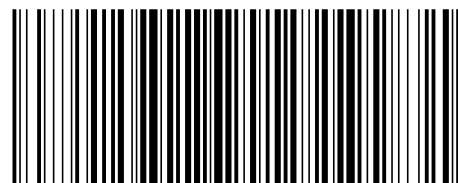
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

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
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*
书号：155066·1-39591 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 16484.5—2009

2009-09-04 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

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 分析试液的制备

6.4.1 将试料(6.1)置于预先盛有 4 g 无水碳酸钠(3.1)的 30 mL 镍坩埚中,覆盖 4 g 无水碳酸钠(3.1)。置于 1 000 °C 高温炉中熔融至流体状,摇匀。继续熔融 15 min 取出,冷却。

6.4.2 将坩埚(6.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水。低温加热溶解,微沸数分钟,待熔块完全溶解后,用水洗出坩埚,再次煮沸后取下,冷却至室温。用定量滤纸过滤,用碳酸钠溶液(3.6)洗沉淀和滤纸 4 次~5 次,水洗至无硫酸根为止(检验方法:取 10 mL 滤液置于 25 mL 比色管中,加 1 滴对硝基酚指示剂(3.10)用盐酸(3.5)调至黄色刚消失,并过量 1 滴,加 2 mL 无水乙醇(3.8),混匀。加 3 mL 氯化钡溶液(3.7),混匀。10 min 后溶液应透明无混浊)。弃去滤液。

6.4.3 将沉淀连同滤纸(6.4.2)置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 硝酸(3.2),5 mL 高氯酸(3.3)。盖上表面皿,加热至冒高氯酸浓烟,直至近干,稍冷,加 10 mL 硝酸(3.4),加少量水,加热溶解至清,冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.5 标准系列溶液的制备

移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 钡标准溶液(3.9)于一组 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液质量浓度为 0 μg/mL、1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL。

6.6 测定

推荐分析线为 Ba233.5 nm;Ba455.4 nm 为辅助线。

将标准系列溶液(6.5)的含量直接输入计算机,根据标准系列溶液(6.5)和分析试液(6.4)的强度,由计算机计算、校正并输出分析试液(6.4)中待测元素的质量浓度。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氧化钡的质量分数(%):

$$w(\text{BaO}) = \frac{(\rho - \rho_0)V_0 \times 1.1165 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——自工作曲线上查得的试料空白中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

1.1165——氧化钡与钡的换算系数。

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 1 数据采用线性内插法求得;超过表 1 中质量分数的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

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 5 部分。

本部分代替 GB/T 16484.5—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钡》。

本部分与 GB/T 16484.5—1996 相比,主要有如下变动:

- 采用电感耦合等离子体发射光谱法代替火焰原子吸收光谱法;
- 测定范围从 0.40%~2.0%调整为 0.10%~2.00%;
- 增加了精密度条款;
- 对标准文本进行了编辑性修改;
- 增加了质量保证和控制条款;
- 删除了原标准中的附加说明。

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。

本部分主要起草人：高新秀，李娜，佟玲。

本部分参加起草人：贾福玉。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16484.5—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第5部分：氧化钡量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钡量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钡量的测定。测定范围：氧化钡 0.10%~2.00%。

2 方法原理

试样用无水碳酸钠熔融、水浸取、过滤。滤渣用硝酸、高氯酸溶解。在稀硝酸介质中，直接以氩等离子光源激发，进行光谱测定。

3 试剂和材料

3.1 无水碳酸钠。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 碳酸钠溶液(20 g/L)。

3.7 氯化钡溶液(250 g/L)。

3.8 无水乙醇。

3.9 钡标准溶液：称取 1.437 1 g 经 110 °C 烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的基准碳酸钡，置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 水，滴加盐酸(3.5)至完全溶解，低温加热煮沸驱除二氧化碳，冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 钡。

3.10 对硝基酚指示剂(1 g/L)。

3.11 氩气(>99.99%)。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体光谱仪，分辨率<0.006 nm(200 nm)。

4.2 光源：氩等离子体光源。

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

称取 0.50 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。