

中华人民共和国国家标准

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

2009-10-30 发布 2010-05-01 实施

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:氧化铕量的测定 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:氧化钍量的测定 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 锑磷钼蓝分光光度法;
- ——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、氧化钍量的测定 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(ρ1.42 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 0.5000 g 金属锌[$w(Zn) \ge 99.99\%$]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 μ g 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 μ g 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 μg/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。