



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.7—2009  
代替 GB/T 16484.7—1996

## 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第7部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride and light rare earth carbonate—  
Part 7: Determination of magnesium oxide content—  
Flame atomic absorption spectrometry

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

## 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 钼磷钼蓝分光光度法；
- 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 7 部分。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 16484.7—1996 相比，主要有如下变动：

- 原标准采用标准加入法测定氧化镁量，修订后的标准是根据镁量的高低分别采用标准曲线法和标准加入法测定氧化镁量；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款；
- 对标准文本进行了编辑性修改。

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。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

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

**GB/T 16484.7—2009**

本部分主要起草人：赖剑、陈荣斌、钟道国。

本部分参加起草人：鲍永平、郑昆、陈益芬、谢建伟。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 16484.7—1996。

# 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

## 第7部分：氧化镁量的测定

### 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、碳酸轻稀土中氧化镁量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化镁量的测定。测定范围 0.030%~1.50%。

#### 2 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处采用标准曲线法或标准加入法测量镁的吸光度,计算试样中氧化镁的含量。

#### 3 试剂

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 氧化镁标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 氧化镁[ $w(\text{MgO}) \geq 99.95\%$ ],经 800 °C 灼烧到恒重,置于干燥器中,冷至室温,于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水,5 mL 硝酸(3.1)加热溶解。煮沸除尽二氧化碳,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  氧化镁。

3.4 氧化镁标准溶液:移取 20.00 mL 氧化镁标准贮存溶液(3.3)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  氧化镁。

3.5 氧化镁标准溶液:移取 10.00 mL 氧化镁标准贮存溶液(3.3)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氧化镁。

#### 4 仪器

原子吸收光谱仪,附镁空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,镁的特征浓度不大于 0.005 5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度 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(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化镁质量分数/%	试料量/g	移取试液体积/mL
0.03~0.05	2.50	2.00
>0.05~0.10	1.00	1.00
>0.10~0.20	0.50	1.00
>0.20~0.50	1.00	2.00
>0.50~1.00	1.00	1.00
>1.00~1.50	0.50	1.00

6.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 标准加入法(适用于氧化镁含量范围:0.030%~0.20%)

6.4.1.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水,加入 2 mL 硝酸(3.1),低温加热至溶解完全[若试料难溶解清亮,滴加少量过氧化氢(3.2)],冷却至室温。移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.2 按表 1 移取 4 份试液于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 氧化镁标准溶液(3.5),用水稀至刻度,混匀。

6.4.1.3 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,以水调零测量试液的吸光度。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试液的氧化镁浓度。

6.4.2 标准曲线法(适用于氧化镁含量范围:>0.20%~1.50%)

6.4.2.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加少量水,加入 2 mL 硝酸(3.1),低温加热至溶解完全[若试料难溶解清亮,滴加少量过氧化氢(3.2)],冷却至室温。移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.2 按表 1 移取试液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(3.1),用水稀至刻度,混匀。

6.4.2.3 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,以水调零测量试液的吸光度。在工作曲线上查得被测试液的氧化镁浓度。

6.4.2.4 工作曲线的绘制与测定:移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 氧化镁标准溶液(3.4)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 2 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。按仪器工作条件在波长 285.2 nm 处,以水调零测量试液的吸光度,以氧化镁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表达

按式(1)计算氧化镁的质量分数(%):

$$w(\text{MgO}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V V_2 \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $\rho_1$ ——自标准曲线查得的被测溶液的氧化镁质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$ ——自标准曲线查得的随同试料空白溶液中氧化镁质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$ ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$ ——被测溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 $m$ ——试样的质量,单位为克(g)。

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。

表 2

氧化镁质量分数/%	重复性限( $r$ )/%
0.11	0.02
0.23	0.03
0.94	0.07
注:重复性限( $r$ )为 $2.8 \times S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。	

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

氧化镁含量范围(质量分数)/%	允许差/%
0.030~0.10	0.020
>0.10~0.30	0.04
>0.30~1.00	0.10
>1.00~1.50	0.12

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

\_\_\_\_\_