



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.8—2009
代替 GB/T 16484.8—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 8 部分：氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 8: Determination of sodium 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 铋磷钼蓝分光光度法；
- 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 8 部分。

本部分代替 GB/T 16484.8—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钠》。

本部分与 GB/T 16484.8—1996 相比，主要有如下变动：

- 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：陈云红、杨萍、刘文华。

本部分参加起草人：曹爱红、鲍永平、李杰。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.8—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第8部分：氧化钠量的测定

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、碳酸轻稀土中氧化钠含量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钠含量的测定。测定范围：0.05%~2.00%。

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，采用标准加入法在原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处测量钠的吸光度，计算试样中氧化钠的量。

3 试剂和材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+1)，优级纯。

3.3 草酸(50 g/L)，优级纯。

3.4 氧化钠标准贮存溶液：称取 1.885 8 g 经 400 °C~450 °C 灼烧到无爆裂声的氯化钠(优级纯，置于干燥器中，冷却至室温)于 500 mL 烧杯中，加 200 mL 水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钠。

3.5 氧化钠标准溶液：移取 20.00 mL 氧化钠标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 氧化钠。

3.6 氧化钠标准溶液：移取 5.00 mL 氧化钠标准贮存溶液(3.4)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氧化钠。

3.7 氧化钠标准溶液：移取 10.00 mL 氧化钠标准溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 氧化钠。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附钠空心阴极灯。

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，钠的特征浓度不大于 0.006 2 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

氧化钠含量范围(质量分数)/%	称样量/g	溶液总体积/mL
0.05~0.20	1.00	500
>0.20~0.80	1.00	1 000
>0.80~2.00	0.50	1 000

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 试料的溶解

将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.2),1 mL 过氧化氢(3.1),低温加热至溶解完全,冷却至室温。按表 1 将溶液移入至容量瓶中,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 氧化钠含量范围 0.050%~0.20%:按表 1 移取 4 份 5.00 mL 试液(6.4.1)于一组 25 mL 比色管中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 氧化钠标准溶液(3.7),加 1 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.2 氧化钠含量范围>0.20%~0.80%:按表 1 移取 4 份 5.00 mL 试液(6.4.1)于一组 25 mL 比色管中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 氧化钠标准溶液(3.6),加 1 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.3 氧化钠含量范围>0.80%~2.00%:按表 1 移取 4 份 5.00 mL 试液(6.4.1)于一组 25 mL 比色管中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 氧化钠标准溶液(3.5),加 1 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.4 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处,用氘灯扣背景,以水调零,测量试液(6.4.2.1~6.4.2.3)的吸光度,以氧化钠浓度为横坐标,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钠浓度。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氧化钠的质量分数(%):

$$w(\text{Na}_2\text{O}) = \frac{(\rho - \rho_0)V V_2 \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——从标准加入曲线上查得的被测试液中氧化钠的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——从标准加入曲线上查得的试料空白溶液中氧化钠的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——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 ——试料的质量,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

氧化钠质量分数/%	重复性限(r)/%
0.057	0.004
0.72	0.04
1.98	0.18
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

氧化钠含量范围(质量分数)/%	允许差/%
0.05~0.20	0.01
>0.20~1.00	0.05
>1.00~2.00	0.20

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。
