



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.10—2009
代替 GB/T 16484.10—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 10 部分：氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 10: Determination of manganese 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 10 部分。

本部分代替 GB/T 16484.10—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锰》。

本部分与 GB/T 16484.10—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、江红。

本部分参加起草人：曹爱红、李淑萍、郑昆。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.10—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第 10 部分:氧化锰量的测定

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、碳酸轻稀土中氧化锰含量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化锰含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.20%。

2 方法原理

试样经硝酸溶解,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分光光度计波长 279.5 nm 处测量锰的吸光度,计算试样中氧化锰的含量。

3 试剂和材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 锰标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属锰[$w(\text{Mn}) \geq 99.99\%$],于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.3)溶解。冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.5 锰标准溶液:移取 25.00 mL 锰标准贮存溶液(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 250 μg 锰。

3.6 锰标准溶液:移取 5.00 mL 锰标准贮存溶液(3.4)于 200 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μg 锰。

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化锰含量范围(质量分数)/%	称样量/g	溶液总体积/mL	移取试液体积/mL
0.002 0~0.005 0	2.00	50	10.00
>0.005 0~0.010	1.00	50	10.00
>0.010~0.10	1.00	50	5.00
>0.10~0.50	0.50	100	5.00

6.2 测定数量

称取两份试样进行平行测定,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 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.2),1.5 mL 过氧化氢(3.1),低温加热溶解,取下冷却至室温,按表 1 移入相应的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 工作曲线的绘制与测定

6.4.2.1 氧化锰含量范围 0.002 0%~0.10%:按表 1 移取 4 份试液(6.4.1)置于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 锰标准溶液(3.6),用水稀释至刻度。混匀。

6.4.2.2 氧化锰含量范围 >0.10%~0.50%:按表 1 移取 4 份试液(6.4.1)置于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.5 mL 锰标准溶液(3.5),用水稀释至刻度。混匀。

6.4.2.3 试样的测定:使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪于波长 279.5 nm 处,以水调零,测量试液的吸光度。以锰浓度为横坐标,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求出被测试液的锰浓度。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氧化锰的质量分数(%):

$$w(\text{MnO}) = \frac{(\rho - \rho_0) V V_2 \times 1.291\,2 \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100 \quad \cdots \cdots (1)$$

式中:

- ρ ——从标准加入曲线上查得的被测试液中锰的浓度,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锰的浓度,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);

1.291 2——氧化锰与锰量的换算系数。

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。

表 2

氧化锰质量分数/%	重复性限(r)/%
0.003 6	0.000 3
0.025	0.003
0.14	0.018
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

氧化锰含量范围(质量分数)/%	允许差/%
0.002 0~0.010	0.000 5
>0.010~0.080	0.008
>0.080~0.20	0.020

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。
