



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.9—2009
代替 GB/T 16484.9—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第9部分：氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 9: Determination of nickel 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 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 9 部分。

本部分代替 GB/T 16484.9—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化镍量的测定》。

本部分与 GB/T 16484.9—1996 相比，主要有如下变动：

- 原方法采用氘灯扣背景，修订后的方法不需要扣背景，直接测定；
- 原方法采用工作曲线法，修订后的方法采用标准加入法；
- 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：淄博加华新材料资源有限公司、包头稀土研究院。

本部分主要起草人：陈涛、林庆、潘建忠。

本部分参加起草人：曹爱红、蒋天怡、郝茜。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.9—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第9部分：氧化镍量的测定

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、碳酸轻稀土中氧化镍量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化镍量的测定。测定范围 0.002 0%~0.010%。

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，采用标准加入法在原子吸收光谱仪波长 232.0 nm 处测量镍的吸光度，计算试样中氧化镍的量。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 镍标准贮存溶液：称取 0.250 0 g 镍 [$w(\text{Ni}) \geq 99.99\%$] 于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.3)，加热至完全溶解，取下，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.5 镍标准溶液：移取 10.00 mL 镍标准贮存溶液(3.4)于 1 000 mL 量瓶中，加入 50 mL 硝酸(3.1)，用水稀释到刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镍。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附镍空心阴极灯。

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，镍的特征浓度不大于 0.080 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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

称取 2.50 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。