



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.15—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 碳酸稀土中氯量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
— Determination of chlorine content in rare earth carbonate



C9709759

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
碳酸稀土中氯量的测定

GB/T 16484.15—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字

1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066 • 1-13354 定价 5.00 元

*

标 目 301—51

中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
碳酸稀土中氯量的测定

GB/T 16484.15—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
— Determination of chlorine content in rare earth carbonate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了碳酸稀土中氯含量的测定方法。

本标准适用于碳酸稀土中氯含量的测定。测定范围:0.0050%~0.50%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则



3 方法原理

试样用硝酸溶解,在硝酸介质中,氯离子与硫氰酸汞生成氯化汞络离子,解离出的硫氰酸根与三价铁形成红色硫氰酸铁络合物,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。用外推法从标准加入曲线上求得相应的氯量。

4 试剂

4.1 硝酸(1+3):先将硝酸煮沸除尽氮氧化物,再进行配制。

4.2 硫氰酸汞乙醇溶液(3.5 g/L):称取 0.7 g 硫氰酸汞,加 200 mL 无水乙醇溶解。

4.3 硝酸铁溶液(150 g/L):称取 30 g 硝酸铁,加 10 mL 硝酸(4.1),加 190 mL 水溶解。

4.4 氯标准贮存溶液:称取 1.648 5 g 经 400~450℃灼烧过的氯化钠(优级纯)于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。

4.5 氯标准溶液:移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液(4.4)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 氯。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取二份试料进行平行测定,取其平均值。

6.2 试料

将试样在 1 050℃ 烘烤 1.5 h, 置于干燥器中, 冷却至室温后立即按表 1 称取试料, 精确至 0.000 1 g。

表 1

氯 含 量 %	试 料 g	移取试液体积 mL
0.005~0.010	2.000	5.00
>0.010~0.02	1.000	5.00
>0.02~0.04	0.500 0	5.00
>0.04~0.10	0.250 0	5.00
>0.10~0.20	0.250 0	2.50
>0.20~0.50	0.100 0	2.50

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于 100 mL 三角瓶中, 加 20 mL 硝酸(4.1)盖上塑料盖, 低温加热(不出现沸腾)至完全溶解, 冷却至室温。将溶液移入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

6.4.2 按表 1 移取 5 份试液(6.4.1)分别置于一组 25 mL 容量瓶中, 其中一份用水稀释至刻度, 混匀, 作为补偿溶液。其余四份分别加入 0, 1.00, 2.00, 3.00 mL 氯标准溶液(4.5), 加 3.5 mL 硫氰酸汞乙醇溶液(4.2), 2.5 mL 硝酸铁溶液(4.3), 依次混匀。用水稀释至刻度, 混匀。放置 10 min。

6.4.3 将部分试料空白溶液(6.4.2)移入 2 cm 比色皿中, 用水作参比, 于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

6.4.4 将部分试料溶液(6.4.2)移入 2 cm 比色皿中, 用补偿溶液(6.4.2)作参比, 于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。

6.4.5 以氯量为横坐标, 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得被测溶液(6.4.2)氯量。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算氯的百分含量:

$$\text{Cl}(\%) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从标准加入曲线上查得的试料溶液的氯量, μg ;

m_0 ——从标准加入曲线上查得试料空白溶液的氯量, μg ;

V ——试液总体积, mL;

V_1 ——移取试液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

氯 含 量	允 许 差
0.005 0~0.015 0	0.002 5
>0.015~0.030	0.004
>0.030~0.060	0.006
>0.06~0.12	0.01
>0.12~0.20	0.02
>0.20~0.50	0.04

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人刘文华、江红。