



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.19—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化稀土总量的测定

Methods for chemical analysis of
rare earth chloride and carbonate—Determination
of total rare earth oxide contents



C9709720

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

氧化稀土总量的测定

GB/T 16484.19—1996

Methods for chemical analysis of
rare earth chloride and carbonate—Determination
of total rare earth oxide contents

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化稀土总含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化稀土总含量的测定。测定范围：20.00%~60.00%。

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

3 方法原理

试样用盐酸(或硝酸)-过氧化氢溶解,用氨水沉淀稀土以分离钙、镁等,继以盐酸溶解稀土,再在 pH₂ 条件下用草酸沉淀稀土以分离铁等,于 1 000℃ 将草酸稀土灼烧成氧化物并称其质量。

4 试剂

4.1 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。

4.2 过氧化氢(30%)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 氨水(1+1)。

4.6 草酸溶液(50g/L)。

4.7 氯化铵-氨水洗液:100mL 水中含 2g 氯化铵和 2mL 氨水。

4.8 草酸洗液(2g/L)。

5 仪器与设备

5.1 分析天平,感量 0.1mg。

5.2 高温炉,温度>1 000℃。

5.3 铂坩埚。

6 试样

将试样于 105℃ 烘烤 1h,置于干燥器中冷却至室温并立即称量。

7 分析步骤

7.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

7.2 试料

称取 0.400 0g 试料,精确至 0.000 1g。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.2)置于 300mL 烧杯中,加 20mL 水,5mL 盐酸(4.3),1mL 过氧化氢(4.2),低温加热至溶解完全,蒸发至 1mL 左右(若试料难溶可用硝酸(4.4)-高氯酸(4.1)溶解)。

7.3.2 将试液(7.3.1)以水稀释至 100mL,煮沸,滴加氨水(4.5)至刚出现沉淀,再加过量的 10mL 氨水(4.5)。煮沸,立即用快速定量滤纸过滤,弃去滤液,沉淀用氯化铵-氨水洗液(4.7)洗 4~5 次。

7.3.3 将沉淀连同滤纸放回原烧杯中,加 10mL 盐酸(4.3),加热使沉淀溶解,加 100mL 水,煮沸。加近沸的 50mL 草酸(4.6),用氨水(4.5)和盐酸(4.3)调节 pH 为 2.0,煮沸,冷却至室温,放置 2h。

7.3.4 用慢速定量滤纸过滤,弃去滤液,沉淀用草酸洗液(4.8)洗 4~5 次。将沉淀连同滤纸放入已恒重的铂坩埚中,低温灰化后于 1 000℃灼烧 1h。将坩埚及烧成物置于干燥器中冷却至室温,称其质量,将坩埚及烧成物再次在 1 000℃灼烧 1h,称其质量,重复操作,直至质量恒定。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算氧化稀土(RExOy)的百分含量:

$$RExOy(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

式中: m₁——铂坩埚及烧成物的质量,g;

m₂——铂坩埚的质量,g;

m——试料的质量,g。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
氧化稀土总含量	允 许 差	
20.00~40.00	0.40	
>40.00~60.00	0.50	

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、姜维军。

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
氧化稀土总量的测定

GB/T 16484.19—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:155066·1-13334 定价 5.00 元

*

标 目 300—81