



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.12—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 硫酸根量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of sulphate radicle content



C9709695

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
硫酸根量的测定

GB/T 16484.12—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 6 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 • 1-13323 定价 5.00 元

*

标 目 300—75

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
硫酸根量的测定

GB/T 16484.12—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of sulphate radicle content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中硫酸根含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中硫酸根含量的测定。测定范围：0.025%~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

试料用无水碳酸钠熔融，水浸取，干过滤。移取部分滤液，用盐酸调节酸度至 0.01~0.02 mol/L。用氯化钠、丙三醇、乙醇作稳定剂，硫酸根与钡形成硫酸钡悬浊液，于分光光度计波长 400 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 盐酸(1+19)。

4.4 氨水(1+1)。

4.5 氯化钠溶液(300 g/L)。

4.6 丙三醇(1+1)。

4.7 无水乙醇。

4.8 氯化钡溶液(250 g/L)。

4.9 硫酸根标准贮存溶液：称取 1.478 6 g 经 110℃ 烘 1 h 并在干燥器中冷却至室温的基准硫酸钠，置于 100 mL 烧杯中，加 50 mL 水溶清后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硫酸根。

4.10 硫酸根标准溶液：移取 10.00 mL 硫酸根标准贮存溶液(4.9)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 硫酸根。

4.11 对硝基酚指示剂(1 g/L)。



5 仪器

分光光度计。

6 试样

6.1 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。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。立即称量。

7 分析步骤

7.1 测定数量

称取两份试料平行测定,取其平均值。

7.2 试料

按表 1 称取试样(6),精确至 0.000 1 g。

表 1

硫酸根含量 %	试料 g	试液总体积 mL	移取试液体积 mL
0.025~0.050	1.000 0	100.00	20.00
>0.050~0.100	0.500 0	100.00	20.00
>0.10~0.30	0.500 0	100.00	10.00
>0.30~0.50	0.250 0	100.00	10.00

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 按表 1 将试料(7.2)置于预先盛有 4 g 无水碳酸钠(4.1)的 30 mL 镍坩埚中,复盖 4 g 无水碳酸钠(4.1)。置于 1 000℃高温炉中熔融至流体状,摇匀。继续熔融 15 min 取出,冷却。

7.4.2 将坩埚(7.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加 90 mL 水。低温加热溶解,微沸数分钟,待熔块完全浸出后,用水洗出坩埚,再次煮沸后取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。试液干过滤于干燥的 250 mL 三角烧瓶中。

7.4.3 按表 1 移取滤液(7.4.2)置于 100 mL 烧杯中,加 1 滴对硝基酚指示剂(4.11),滴加盐酸(4.1)至黄色消失并过量 1 滴,低温加热煮沸,浓缩至 10 mL,取下,冷却至室温。移入 25 mL 比色管中,滴加氨水(4.4)至黄色出现,用盐酸(4.3)调至黄色刚消失。用水稀释至 15 mL,混匀。

7.4.4 加 0.8 mL 盐酸(4.3),混匀。加 2 mL 丙三醇溶液(4.6),混匀。加 2 mL 无水乙醇(4.7),盖上塞子,用力晃动,放置 1 min。加 4 mL 氯化钡溶液(4.8),用水稀至刻度,混匀。放置 10 min。

7.4.5 移取部分溶液(7.4.4)于 3 cm 比色皿中,以试料空白溶液为参比,于分光光度计波长 400 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的硫酸根量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL 硫酸根标准溶液(4.10),分别置于一组 25 mL 比色管中,用水稀释至 10 mL,加 5 mL 氯化钠溶液(4.5),混匀。以下按 7.4.4 条进行。

7.5.2 移取部分溶液(7.5.1)于 3 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 400 nm 处测量其吸光度。以硫酸根量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算氯化稀土、碳酸稀土中硫酸根的百分含量：

$$\text{SO}_4^{2-}(\%) = \frac{m_1 V \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的硫酸根量， μg ；

V ——试液总体积， mL ；

V_1 ——移取试液体积， mL ；

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表 2 所列允许差。

表 2

%

硫酸根含量	允许差
0.025~0.050	0.008
>0.050~0.100	0.012
>0.10~0.30	0.024
>0.30~0.50	0.030

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。

本标准由上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人忻明龙。