



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.9—2003
代替 GB/T 11074.7—1989
GB/T 12690.18—1990

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 氯量的测定 硝酸银比浊法

Chemical analysis methods for
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides
—Determination of chlorine content
—Silver nitrate turbidimetric method

2003-11-18 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是为了满足相应产品标准的需要而修订的。

本标准与 GB/T 11074.7—1989 及 GB/T 12690.18—1990 相比,主要有如下变动:

——本标准采用硝酸银比浊法测定稀土金属及其氧化物中的氯量;而原标准采用硫氰酸汞-硝酸铁分光光度法测定氯量;

——本标准可测定各种稀土金属及其氧化物中的氯量,解决了原标准不能测定含一定量钨、钼的试样。

本标准由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准由江西南方稀土高技术股份有限公司、上海跃龙新材料股份有限公司参加起草。

本标准主要起草人:杨萍、陈云红、刘鹏宇、刘冰。

本标准主要验证人:潘建忠、杨峰、蔡茜、张飞。

本标准由全国稀土标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 11074.7—1989、GB/T 12690.18—1990。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

氯量的测定 硝酸银比浊法

1 范围

本部分规定了稀土金属及其氧化物中氯含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中氯含量的测定。测定范围(质量分数)0.005%~0.20%。

2 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,氯离子与银离子形成氯化银胶体,氯化银胶体在溶液中成悬浮状态,在稳定剂丙三醇的存在下,于分光光度计波长 430 nm 处进行比浊。

3 试剂和材料

3.1 硝酸(ρ 1.4 g/mL),优级纯。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+3)。

3.5 硝酸银(5 g/L)。

3.6 丙三醇(1+1)。

3.7 二次去离子交换水:使用前需进行 Cl^- 检验,方法是:量取 20 mL H_2O 于比色管中,加入 2 mL 硝酸银(3.5),轻轻摇动,在 60℃ 水浴中保温 10 min,目视看不出有浑浊方可使用。

3.8 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 容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 1 mL 含 1 mg 氯。

3.9 氯标准溶液:移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 1 mL 含 20 μg 氯。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 将氧化物试样于 900℃ 灼烧 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

5.2 金属试样需去掉表面氧化层。取样后,立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.001 g。