

ICS 77.120.99  
H 14



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.15—2009  
代替 GB/T 16484.15—1996

GB/T 16484.15—2009

## 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法

Chemical analysis methods of rare earth chloride  
and light rare earth carbonate—  
Part 15: Determination of chlorine content in light rare earth carbonate—  
Silver nitrate turbidimetry

中华人民共和国  
国家标准  
氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法  
第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定  
硝酸银比浊法

GB/T 16484.15—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

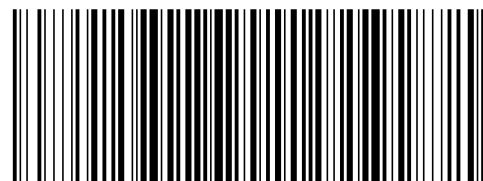
\*

书号：155066·1-39601 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 16484.15—2009

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

表 1

氯含量范围(质量分数)/ %	称样量/ g	溶液总体积/ mL	移取体积/ mL	补加硝酸(3.3)/ mL
0.005 0~0.010	2.00	50	10.00	—
>0.010~0.050	1.00	50	5.00	1
>0.050~0.20	0.50	100	5.00	2

## 6.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

## 6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

## 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.4)低温加热溶解至清亮。按表 1 移入相应的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。分取两份试液于 25 mL 比色管中,补加硝酸(3.3),加入 2 mL 丙三醇(3.6),其中一份用水稀释至刻度,此溶液为补偿溶液;另一份加入 2 mL 硝酸银(3.5),每加一种试剂需轻轻混匀。用水稀释至刻度,混匀。将比色管放入 60 °C~80 °C 的水浴中保温 15 min,冷却至室温。

6.4.2 将部分试料空白溶液(6.3)移入 3 cm 比色皿中,以试剂空白溶液作参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量其吸光度。

6.4.3 将部分试料溶液(6.4.1)移入 3 cm 比色皿中,用补偿溶液(6.4.1)作参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量其吸光度。在工作曲线上查出溶液(6.4.1)的氯量。

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 标准溶液(3.9)于 6 个 25 mL 比色管中,分别加入 2.0 mL 硝酸(3.3),以下按 6.4.1 进行。

6.5.2 移取部分试液(6.5.1)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 430 nm 处测量其吸光度,以氯浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氯的质量分数(%):

$$w(\text{Cl}^-) = \frac{(\rho - \rho_0)V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$ ——在曲线上查得的溶液(6.4.1)的氯量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$\rho_0$ ——在曲线上查得的空白溶液的氯量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法求得。

## 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 15 部分。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 16484.15—1996 相比,主要有如下变动:

- 采用硝酸银比浊法代替硫氰酸汞-硝酸铁分光光度法;
- 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。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分参加起草单位:赣州有色冶金研究所、包钢稀土科技股份有限公司。

本部分主要起草人:杨萍、陈云红。

本部分参加起草人:张文娟、王明珍、张玉龙。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16484.15—1996。