



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.16—2010

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 16 部分：氟量的测定 离子选择性电极法

Chemical analysis methods of non-rare earth impurities
in rare earth metals and the oxides—
Part 16: Determination of fluorine content—
Ion selective electrode analysis

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
稀土金属及其氧化物中非稀土杂质
化学分析方法
第 16 部分：氟量的测定
离子选择性电极法
GB/T 12690.16—2010

*

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.gb168.cn

服务热线：010-68522006

2011 年 7 月第一版

*

书号：155066·1-42490

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》共分 17 个部分：

- 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频红外法；
- 第 2 部分：灼减量的测定 重量法；
- 第 3 部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法；
- 第 4 部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法；
- 第 5 部分：铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅量的测定；
- 第 6 部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 10 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：钪量的测定；
- 第 13 部分：钨、钼量的测定；
- 第 14 部分：钛量的测定；
- 第 15 部分：钙量的测定；
- 第 16 部分：氟量的测定 离子选择性电极法；
- 第 17 部分：稀土金属中铈、钽量的测定。

本部分为第 16 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由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负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分由包头稀土研究院、赣州虔东稀土集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：杨萍、陈云红。

本部分参加起草人：高励珍、姚南红、王安丽、郝茜、陈婕、朱霓。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质

化学分析方法

第 16 部分:氟量的测定

离子选择性电极法

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土金属及氧化物中氟量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及氧化物中氟量的测定。测定范围:0.010%~0.50%。

2 方法原理

试料经稀硝酸溶解后,加入过量氢氧化钠,使氟与铁、稀土等分离。在 pH 6.5~7.0 溶液中,以氟离子选择性电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,测量两极间的平衡电极电位值,用格氏作图法求得氟含量。

3 试剂

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+3)。

3.3 氢氧化钠溶液(300 g/L)。

3.4 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

3.5 柠檬酸钠缓冲液(300 g/L)。

3.6 氟标准贮存溶液:称取 2.210 1 g 优级纯氟化钠(120 °C 干燥至恒重)于 250 mL 塑料烧杯中,加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即保存于塑料瓶中,此溶液 1 mL 含 1 mg 氟。

3.7 氟标准溶液:移取 10.00 mL 氟标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,立即保存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 氟。

3.8 氟标准溶液:移取 20.00 mL 氟标准溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,立即保存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 20 μg 氟。

3.9 溴甲酚绿指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 溴甲酚绿溶于 20 mL 乙醇中,以水稀释至 100 mL,混匀。

4 仪器设备

4.1 电位测量仪,精度 0.1 mV。

4.2 氟离子选择性电极:氟离子检测下限应不大于 2.5×10^{-4} mg/mL,电极在使用前应在 1×10^{-3} mol/L 氟化钠溶液中浸泡 1 h 以上,使之活化,然后用水洗至电极电位不大于 -370 mV 后方可进行测定。

4.3 双液接饱和甘汞电极。