



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.16—2009
代替 GB/T 16484.16—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的 测定 重量法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 16: Determination of water insoluble substance content
in rare earth chloride—Gravimetry

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 16 部分。

本部分代替 GB/T 16484.16—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氯化稀土中水不溶物的测定 重量法》。

本部分与 GB/T 16484.16—1996 相比，主要有如下变动：

- 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。

本部分由包钢稀土科技股份有限公司起草。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、江阴加华新材料有限公司。

本部分主要起草人：苗洪英、董三立、周晓东。

本部分参加起草人：刘兵、姚京璧、朱红春。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.16—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法
第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的
测定 重量法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土中水不溶物量的测定方法。
本部分适用于氯化稀土中水不溶物量的测定。测定范围：0.10%~0.50%。

2 方法原理

试样用水溶解，过滤分离其不溶物，用干燥后的质量值计算水不溶物量。

3 仪器设备

- 3.1 电热恒温干燥箱：200℃±2℃。
- 3.2 玻璃砂漏斗（耐酸滤过漏斗）：G4。

4 试样

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。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 10 g 试样，精确至 0.000 1 g。

5.2 测定数量

称取两份试样进行平行测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

将试料(5.1)置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水(pH=6)，搅拌 2 min，静置 5 min。把试液缓缓倒入已在 105℃~110℃干燥至恒重的玻璃砂漏斗(3.2)中抽滤，用水多次洗涤烧杯，将溶液全部移入玻璃砂漏斗(3.2)中，抽干。将玻璃砂漏斗(3.2)放入电热恒温干燥箱(3.1)中，于 110℃干燥 2 h，再置于干燥器中放置冷却 25 min，于分析天平上称其质量。重复操作，直至相邻两次质量差不超过 1 mg。

6 分析结果的计算与表述

按式(1)计算水不溶物的质量分数(%)：

$$w(\text{水不溶物}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- m_0 ——玻璃砂坩埚质量，单位为克(g)；
- m_1 ——玻璃砂坩埚与水不溶物两者的质量和，单位为克(g)；
- m ——试料的质量，单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

水不溶物(质量分数)/%	重复性限(r)/%
0.10	0.03
0.30	0.04
注:重复性限(r)为 $2.8\times Sr$, Sr 为重复性标准差。	

7.2 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

水不溶物含量范围(质量分数)/%	允许差/%
0.10~0.50	0.04

8 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。