



中华人民共和国国家标准

GB/T 20166.2—2006

稀土抛光粉化学分析方法 氟量的测定 离子选择性电极法

Chemical analysis methods of rare earth polishing powder—
Determination fluorine content—Ion selective electrode analysis

2006-04-13 发布

2006-10-01 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

前 言

本标准由国家发展和改革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并负责解释。

本标准由甘肃稀土新材料股份有限公司负责起草。

本标准由甘肃白银有色金属公司冶炼厂、甘肃白银有色金属公司西北铅锌冶炼厂参加起草。

本标准主要起草人：李宝莹、黄仲汉。

本标准参加起草人：丁向阳、陶明、冯伟。

稀土抛光粉化学分析方法 氟量的测定

离子选择性电极法

1 范围

本标准规定了以铈基稀土为主的稀土抛光粉中氟量的测定方法。

本标准适用于以铈基稀土为主的稀土抛光粉中氟量的测定。测定范围:0.01%~10.0%。

2 方法原理

试料经碱熔融后浸出过滤,使氟与铁、稀土等氢氧化物沉淀分离,在 pH 值为 6.5~7.0 的溶液中,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,测量两电极间的平衡电位值,求得氟含量。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

3.4 二次去离子交换水。

3.5 盐酸(2.5 mol/L)。

3.6 柠檬酸钠缓冲液(pH=6.5~7.0):称取 294 g 柠檬酸钠于 1 000 mL 烧杯中,加入 900 mL 水溶解,在酸度计上用盐酸(3.5)和氢氧化钠溶液(3.3)调节 pH 为 6.5~7.0,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。

3.7 氟离子标准贮存溶液:称取 2.210 1 g 优级纯氟化钠(120℃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。

3.7.1 氟离子标准溶液:移取 50.00 mL 氟标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中,以水稀至刻度,混匀,立即保存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 氟。

3.7.2 氟离子标准溶液:移取 5.00 mL 氟标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中,以水稀至刻度,混匀,立即保存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 氟。

3.8 溴甲酚绿指示剂(1 g/L 的乙醇-水溶液):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

4.1 酸度计。

4.2 电位测量仪,精度 0.1 mV。

4.3 氟离子选择性电极,氟离子检测限应不大于 2.5×10^{-4} mg/mL,电极在使用前应在 10^{-3} mol/L 氟化钠溶液中浸泡 1 h,使之活化,然后以水洗至洗液含氟不大于 10^{-5} mg/mL 后方能进行测定。

4.4 饱和甘汞电极。

5 试样

将试样于 105℃~110℃干燥 1.5 h,在干燥器中冷却至室温。