

文章编号: 1005- 2712( 2001) 03- 0036- 03

# 稀土氧化物中氯量的快速测定研究

李 勤

( 赣州有色冶金研究所, 江西 赣州 341000)

**摘 要:** 介绍了稀土氧化物中氯的快速测定方法, 采用硝酸分解试样, 以硫氰酸汞比色法测定氯量, 通过标准加入回收、标准偏差和结果对照等实验, 说明分析方法在准确度和精密度上已达到了分析质量要求。

**关键词:** 稀土氧化物; 比色法; 氯

**中图分类号:** 0652. 1 **文献标识码:** A

## 0 前 言

随着稀土的广泛应用, 市场对稀土氧化物的需求不断增加, 对其质量要求也不断提高, 氧化稀土中氯杂质的多少直接影响其质量。目前, 稀土氧化物中氯的测定虽有标准加入法<sup>[1]</sup>, 但由于氧化物中氯含量波动较大, 品位不易估计, 采用标准加入法测定比色范围较窄, 方法又较繁琐, 不能满足样品快速测定的要求, 为此进行了对稀土氧化物中氯量的快速测定方法研究, 以满足实际生产需要。

## 1 仪器与试剂

试验主要仪器与试剂如下:

(1) 721 分光光度计。

(2) 硝酸( 1+ 3): 先将硝酸煮沸除尽氮氧化物, 再进行配制。

(3) 硫氰酸汞乙醇溶液( 3. 5g/L): 称取 0. 7g 硫氰酸汞, 加 200mL 无水乙醇溶解。

(4) 硝酸铁溶液( 150g/L): 称取 30g 硝酸铁, 加 10mL 硝酸( 1+ 3), 加 190mL 水溶解。

(5) 氯标准贮存溶液: 准确称取在 400~ 450℃ 灼烧过的氯化钠 1. 6485g, 加水 200mL 溶解, 移入 1L 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 此溶液每毫升含氯 1mg。

(6) 氯标准溶液: 准确称取 10. 00mL 氯标准贮存溶液于 1L 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 此溶液 1mL 含氯 10μg。

(7) 稀土基体溶液: ①选用单一稀土氧化物  $Y_2O_3$ ( 4N) 样品用硝酸分解制成每毫升含  $Y_2O_3$  4mg 的基体溶液。②选用单一稀土氧化物  $Nd_2O_3$ ( 2N) 样品用硝酸分解制成每毫升含  $Nd_2O_3$  4mg 的基体溶液。③选用单一稀土氧化物  $La_2O_3$ ( 4N) 样品用硝酸分解制成每毫升含  $La_2O_3$  4mg 的基体溶液。④选用单一稀土氧化物  $Dy_2O_3$ ( 4N) 样品用硝酸分解制成每毫升含  $Dy_2O_3$  4mg 的基体溶液。

## 2 实验部分

### 2.1 方法原理

在酸性介质中, 氯根与硫氰酸汞作用, 生成稳定的氯化汞, 游离出的硫氰酸根与三价铁形成红色硫氰酸铁络合物, 借此进行比色测定。

### 2.2 分析步骤的拟定

在试验方法研究中, 关于波长及试剂硝酸、硫氰酸汞、硝酸铁的条件试验在国标 GB/T 12690. 18- 90 中已验证过, 这里不再重复, 分析步骤拟定如下。

准确称取 0. 2000~ 1. 0000g 试样于 250mL 锥形瓶中, 加入硝酸( 1+ 3) 20mL, 盖上塑料盖, 低温加热至试样全溶, 取下, 冷却至室温, 将溶液移入 50mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。移取部分试液于 25mL 比色管中, 加入 3. 5mL 硫氰酸汞( 0. 35%)、2. 5mL 硝酸铁溶液( 15%) , 用水稀释至刻度, 摇匀,

收稿日期: 2001- 06- 25

作者简介: 李 勤( 1975- ), 女, 湖南汝城人, 赣州有色冶金研究所分析实验室助理工程师, 主要从事分析化学工作。

放置 10min 后, 以试样空白为参比, 用 3cm 比色皿于波长 460nm 处测定其吸光度(若溶液有颜色, 则应做补偿溶液, 扣除其颜色干扰)。

### 2.3 稀土基体对氯的影响试验

由于测氯时不分离稀土, 因此稀土元素的存在对氯的显色有无干扰非常重要。

吸取氯标准溶液 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0mL 于一列 25.0mL 比色管中, 加入 2.0mL 硝酸(1+3)溶液、3.5mL 硫氰酸汞溶液、2.5mL 硝酸铁溶液, 用水稀释至刻度, 混匀, 显色 10min 后, 用 3cm 比色皿于 460nm 处测其吸光度。

由于各稀土氧化物的颜色和性质有一些差别, 故选取有代表性的  $Y_2O_3$ 、 $Nd_2O_3$ 、 $La_2O_3$ 、 $Dy_2O_3$  共 4 种稀土氧化物作稀土基体溶液, 在氯标准溶液中加入 5.0mL 的稀土基体溶液作标准曲线, 与纯氯标准曲线比较, 数据见表 1。

表 1 稀土基体对氯的影响

氯量 μg	吸光度				
	纯氯标准	加入稀土基体的氯标准			
		$Y_2O_3$	$Nd_2O_3$	$La_2O_3$	$Dy_2O_3$
10.0	0.090	0.095	0.095	0.092	0.096
20.0	0.185	0.180	0.190	0.182	0.182
30.0	0.270	0.270	0.282	0.280	0.280
40.0	0.370	0.370	0.375	0.370	0.372
50.0	0.460	0.460	0.470	0.460	0.470
60.0	0.555	0.560	0.570	0.560	0.565
70.0	0.645	0.650	0.660	0.650	0.650

### 2.6 结果对照

将若干样品按照国标 GB/ T 12690.18- 90 的分析步骤进行测定, 所得结果与试验方法比较, 数据见表 4。

表 4 方法结果对比 %

试样编号	试验方法	标准加入法
1c-4352	0.140	0.130
1c-4367	0.042	0.037
1c-4386	0.019	0.020
1c-4393	0.071	0.071

从表 4 可看出, 试验方法的结果与标准加入法

从表 1 中的数据可看出, 稀土基体对氯的测定基本无影响。

### 2.4 标准回收率试验

在已知含量的样品中加入氯标准溶液, 按分析方法进行操作, 标准回收率见表 2。

表 2 标准回收实验数据及结果

试验编号	样品量 /g	试样中含 氯量/μg	加入氯 标准量/μg	测得总	
				氯量/μg	回收率 /%
1c-4352	0.2015	282.10	100.00	379.00	99.19
	0.2021	282.94	100.00	373.00	97.40
1c-4367	0.2057	86.39	100.00	184.00	98.72
	0.2018	84.76	100.00	184.00	99.59
1c-4386	0.3570	67.83	100.00	163.50	97.42
	0.3478	66.08	100.00	161.50	97.24
1c-4393	0.2382	169.12	100.00	271.00	100.70
	0.2357	167.35	100.00	266.00	99.50

从表 2 可以看出, 标准回收率在 97%~ 101% 之间, 回收率较好, 能满足分析要求。

### 2.5 精密度试验

选取实际样品 1c-4654, 按所拟定的分析步骤测定样品中氯含量, 计算了标准偏差和相对标准偏差<sup>[2]</sup>, 数据及结果见表 3。

由表 3 可知, 试验方法的的标准偏差和相对标准偏差都较小, 方法精密度高, 能满足分析要求。

表 3 精密度试验 %

试样编号	试样中氯含量				标准偏差		相对标准偏差	
1c-4654	0.093	0.094	0.094	0.095	0.095	0.096	0.0017	1.77
	0.096	0.096	0.096	0.097	0.097	0.099		

的结果基本一致, 误差较小。

## 3 结 论

通过实验, 建立了氧化稀土中氯量快速测定的方法, 该方法快速、简便、准确且成本低, 准确度与精密度均较好, 完全能满足分析要求。

### 参考文献:

- [1] 北京有色金属研究总院. 稀土金属及其氧化物化学分析方法[M]. 北京: 中国标准出版社, 1991.
- [2] 武汉大学. 分析化学(第二版)[M]. 北京: 高等教育出版社, 1982.

## A research on determining chlorine of RE oxide quickly

LI Qin

( Ganzhou Nonferrous Metallurgy Research Institute, Ganzhou 341000, Jiangxi, China)

**Abstract:** The research on determining the chlorine of RE oxide quickly had been done. The samples dissolved in nitric acid, the content of the chlorine was determined with colorimetric method of mercuric thiocyanate. Through the experiment of standard addition, standard deviation of chlorine and results' comparing, it was concluded that the accurate and precision of the analytical method used for determining the chlorine of RE oxide quickly can meet the requirements of analytical quality.

**Key words:** rare earth oxide; colorimetric method; chlorine

(上接第 32 页)

## The preparation of high- quality dysprosium fluoride

KUANG Guo- chun

( Ganzhou Nonferrous Metallurgy Research Institute, Ganzhou 341000, Jiangxi, China)

**Abstract:** This paper presents the method of making dysprosium fluoride by using compound fluorinating solvent in dysprosium chloride solution. This dysprosium fluoride product is gained after vacuum drying. The process possesses some characteristics such as: simple process, easy for cleaning and filtering, stable quality product, low oxygen content in dysprosium fluoride and high recovery ratio.

**Key words:** hydrogen fluoride precipitation method; fluorination; vacuum drying

本刊讯

### 《江西有色金属》加入“万方数据——数字化期刊群”的声明

为了实现科技期刊编辑、出版发行工作的电子化,推进科技信息交流的网络化进程,本刊现已入网“万方数据——数字化期刊群”,所以,向本刊投稿并录用的稿件文章,将一律由编辑部统一纳入“万方数据——数字化期刊群”,进入因特网提供信息服务。凡有不同意见者,请另投它刊。本刊所付稿酬包含刊物内容上网服务报酬,不再另付。

“万方数据——数字化期刊群”是国家“九五”重点科技攻关项目。本刊全文内容按照统一格式制作,读者可上网查询浏览本刊内容,并征订本刊。

《江西有色金属》编辑部