



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.21—2009

GB/T 16484.21—2009

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第21部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

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21部分：氧化铁量的测定
1,10-二氮杂菲分光光度法
GB/T 16484.21—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：155066·1-39605 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 16484.21-2009

2009-09-04 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

氧化铁含量范围(质量分数)/%	试料量/g	溶液总体积/mL	移取体积/mL
0.003 0~0.010	1.00	50	10.00
>0.010~0.050	1.00	100	10.00
>0.050~0.20	0.50	100	5.00
>0.20~0.80	0.50	100	2.00
>0.80~1.00	0.20	100	2.00

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烧杯中,加入10 mL盐酸(3.3),低温加热溶解至清亮。若有不溶物,可适量加入过氧化氢(3.2)溶解,并加热煮沸至冒大气泡。按表1移入相应的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表1将试液(6.4.1)移入25 mL比色管中,加2 mL盐酸羟胺(3.4),3 mL柠檬酸溶液(3.6),3 mL饱和乙酸钠溶液(3.7),依次混匀。加1 mL 1,10-邻二氮杂菲溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。放置20 min。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入1 cm比色皿中,以试料空白溶液作参比,于分光光度计波长510 nm处,测量其吸光度。在工作曲线上查出试液(6.4.2)的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL铁标准溶液(3.9)于一组25 mL比色管中,按(6.4.2)操作进行。

6.5.2 移取部分试液(6.5.1)于2 cm比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算待测元素氧化铁的质量分数(%):

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{\rho V_0 \times 1.4297 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

ρ —在曲线上查得的溶液(6.4.2)中铁的含量,单位为微克(μg);

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);

1.4297—氧化铁与铁的换算系数。

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:氧化铕量的测定 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:氧化钆量的测定 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 锰磷钼蓝分光光度法;
- 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、氧化钍量的测定 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21部分。

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、江苏宜兴新威利成稀土有限公司。

本部分主要起草人:佟玲、李娜、高新秀。

本部分参加起草人:黎英、刘鸿、顾国军。