



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.14—2009
代替 GB/T 16484.14—1996

GB/T 16484.14—2009

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 14 部分：磷酸根量的测定 铈磷钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 14: Determination of phosphorus radical content—
Phosphorus-antimonate-molybdenum blue spectrophotometry

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 14 部分：磷酸根量的测定
铈磷钼蓝分光光度法
GB/T 16484.14—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 7 千字
2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

*
书号：155066·1-39600 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 16484.14—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

磷酸根含量范围(质量分数)/%	试料/g	试液总体积/mL	移取试液体积/mL
0.002 5~0.005 0	2.0	50	5.00
>0.005 0~0.010	2.0	50	2.00
>0.010~0.040	1.0	100	5.00
>0.040~0.10	1.0	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 试料的溶解:将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),加热溶解并蒸发溶液至体积 1 mL~2 mL,冷却至室温,按表 1 将溶液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 移取试液(6.4.1),置于 25 mL 比色管或容量瓶中,加一滴对硝基酚指示剂(3.13),用氨水(3.6)调溶液至黄色,加盐酸(3.4)调溶液至黄色刚消失。

6.4.3 依次加入 1.5 mL 盐酸(3.2),2.0 mL 淀粉溶液(3.10),0.5 mL 酒石酸锑钾溶液(3.8),1.5 mL 抗坏血酸溶液(3.9),0.5 mL 钼酸铵溶液(3.7),依次混匀。用水稀释至刻度,混匀,放置 5 min。

6.4.4 移取部分试液(6.4.3)于 3 cm 比色皿中,以试料空白为参比,于分光光度计波长 705 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得磷酸根含量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 磷酸根标准溶液(3.12),分别置于一组 25 mL 比色管或容量瓶中,加 10 mL 水,一滴对硝基酚指示剂(3.13),用氨水(3.6)调溶液至黄色,加盐酸(3.4)调溶液至黄色刚消失,以下按 6.4.3~6.4.4 进行。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算磷酸根的质量分数(%):

$$w(\text{PO}_4^{3-}) = \frac{\rho V_0 \times 10^{-6}}{mV} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的酸根的含量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样重,单位为克(g)。

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 14 部分。

本部分代替 GB/T 16484.14—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 磷酸根量的测定》。

本部分与 GB/T 16484.14—1996 相比,主要有如下变动:

- 测定波长由 690 nm 调整为 705 nm;
- 磷酸根标准溶液浓度由 1 mL 含 4 μg 调整为 1 mL 含 5 μg ;
- 工作曲线线性范围由 0 μg ~20 μg 调整为 0 μg ~30 μg ;
- 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。

本部分主要由包头稀土研究院起草。

本部分参加起草单位:北京有色金属研究总院、内蒙古包钢稀土高科技股份有限公司。

本部分主要起草人:郝茜、高励珍、王海涛。

本部分参加起草人:杨萍、陈云红、王明珍、吴广伟。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16484.14—1996。