



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.7—2010
代替 GB/T 18114.7—2000

GB/T 18114.7—2010

稀土精矿化学分析方法 第7部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 7: Determination of iron oxide content—
Potassium dichromate titration

中华人民共和国
国家标准
稀土精矿化学分析方法
第7部分：氧化铁量的测定
重铬酸钾滴定法
GB/T 18114.7—2010

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

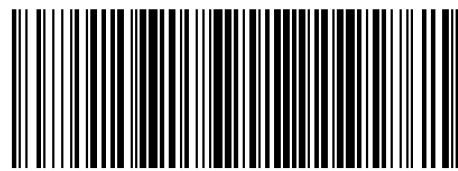
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

书号：155066·1-42508 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 18114.7—2010

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

氧化铁质量分数/%	试料量/g
0.50~4.00	0.5
>4.00~10.00	0.3

5.2 测定次数

称取两份试料(5.1)进行平行测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验,在滴定前加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.12),滴定至终点,消耗重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)体积为 V_1 ,再加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.12),再滴定至终点,消耗重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)体积为 V_2 ,重复 3 次操作,至极差不超过 0.1 mL。

按式(1)计算空白溶液消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积(mL):

$$V_0 = V_1 - V_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——第一次加入硫酸亚铁铵溶液后,消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——第二次加入硫酸亚铁铵溶液后,消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)的体积。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于盛有已烘去水分的 2 g 氢氧化钠(3.1)的刚玉坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(3.2),并覆盖一层过氧化钠(3.2),于 750 °C 马弗炉中,熔融至红色透明(约 15 min),充分摇动后,再于马弗炉中熔融 10 min,取出冷却。

5.4.2 将坩埚外壁洗净,置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,小心加入沸水 150 mL。待剧烈反应完毕后,煮沸约 3 min。用热水吹洗表面皿,用 2 mL 盐酸(3.5)洗涤坩埚,洗液合并于浸取液中,煮沸 1 min。冷却至室温,放置 2 h。

5.4.3 用中速定量滤纸过滤,用温热的氢氧化钠洗液(3.6)洗涤烧杯 2~3 次,滤出物 5~6 次。将滤出物及滤纸一同放入原烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.5),煮沸溶解沉淀。用快速定量滤纸趁热过滤于 300 mL 锥形瓶中,用盐酸洗液(3.7)洗涤烧杯 3~4 次,滤纸 5~6 次。控制滤液体积在 100 mL 左右。

5.4.4 将试液(5.4.3)加热至近沸,趁热滴加二氯化锡溶液(3.8),并充分摇动,至溶液呈浅黄色,立即以流水冷却至室温。加入 1 mL 钨酸钠溶液(3.9),边摇动边滴加三氯化钛溶液(3.10)至溶液出现稳定的蓝色,吹洗瓶壁。用重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)回调溶液至无色(不记读数)。立即加入 20 mL 硫酸、磷酸混合溶液(3.11)和 2 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.14),用重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)滴定溶液至稳定紫色为终点。

6 分析结果的计算与表述

按式(2)计算氧化铁的质量分数(%):

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = \frac{f(V_3 - V_0) \times 10^{-3}}{m} \times 1.430 2 \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

f ——重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)的滴定系数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——滴定分析试液(5.4.4)所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试液(5.3)所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.13)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

前 言

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分:

- 第 1 部分:稀土氧化物总量的测定 重量法;
- 第 2 部分:氧化钪量的测定;
- 第 3 部分:氧化钙量的测定;
- 第 4 部分:氧化铈、氧化镨、氧化钬量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 5 部分:氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 6 部分:二氧化硅量的测定;
- 第 7 部分:氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 8 部分:十五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 9 部分:五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法;
- 第 10 部分:水分的测定 重量法;
- 第 11 部分:氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 7 部分。

本部分是对 GB/T 18114.7—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化铁量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.7—2000 相比,主要有如下变动:

- 测定范围由 0.50%~5.00% 调整为 0.50%~10.0%;
- 样品熔解时间由 40 min 调整为 25 min;
- 由用盐酸直接在漏斗中溶解碱分离后的滤出物调整为将滤出物及滤纸一同放入原烧杯中,加入盐酸煮沸溶解沉淀,趁热过滤;
- 由用二氯化锡作为还原剂调整为用二氯化锡-三氯化钛作为还原剂;
- 增加了精密度条款;
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分由广东珠江稀土有限公司、赣州虔东稀土集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:刘鹏宇、刘兵。

本部分参加起草人:梁志杰、邓汉芹、姚南红、陈婕、朱霓、胡礼海。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18114.7—2000。