



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.1—2009
代替 GB/T 16484.1—1996

GB/T 16484.1—2009

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第1部分：氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 1: Determination of cerium oxide content—
Ammonium ferrous sulfate titrimetry

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1部分：氧化铈量的测定
硫酸亚铁铵滴定法
GB/T 16484.1—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：155066·1-39587 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 16484.1—2009

2009-10-30 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

式中:

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——滴定空白溶液时所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定硫酸亚铁铵标准滴定溶液时所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——移取硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3.11 二苯胺磺酸钠指示剂(0.5 g/L)。

3.12 苯代邻氨基苯甲酸指示剂:称取0.2 g苯代邻氨基苯甲酸,0.2 g无水碳酸钠,溶于100 mL水中,混匀。

4 试样

4.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

4.2 碳酸轻稀土试样的制备:试样开封后立即称量。

5 分析步骤

5.1 试料

迅速称取4 g试样(4),精确至0.000 1 g。

5.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

5.3 空白试验

移取10.00 mL硫酸高铈溶液(3.8)于300 mL三角瓶中,加30 mL磷酸(3.1),80 mL硫酸(3.4),以下步骤同5.4.3操作,至终点后,再移取10.00 mL硫酸高铈溶液(3.8)于该三角瓶中,用相同浓度的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.10)滴定至终点。其两次滴定体积之差即为空白值。

5.4 测定

5.4.1 试料的溶解

将试料(5.1)置于250 mL烧杯中,加20 mL盐酸(3.3),加热煮沸,冷却后,移入200 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 氧化

移取10.00 mL试液(5.4.1)于250 mL三角瓶中,加10 mL磷酸(3.1),3 mL高氯酸(3.2),于电炉上加热,直至高氯酸冒烟,剧烈反应趋于平静后,取下,稍冷,加入50 mL硫酸(3.4),流水冷却至室温。

5.4.3 滴定

在试液(5.4.2)中,加5 mL尿素溶液(3.6),滴加亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液(3.7)至高价锰的紫红色消失,再过量2滴,加2滴苯代邻氨基苯甲酸指示剂(3.12),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.10)滴定至溶液由紫红色刚变为黄绿色为终点。

6 分析结果的计算与表述

按式(2)计算氧化铈的质量分数(%):

$$\omega(\text{CeO}_2) = \frac{cV_0(V_2 - V_3) \times 172.12 \times 10^{-3}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

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1部分。

本部分代替GB/T 16484.1—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化铈量的测定》。

本部分与GB/T 16484.1—1996相比,主要有如下变动:

- 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。

本部分由包钢稀土高科技股份有限公司起草。

本部分参加起草单位:北京有色金属研究总院、淄博加华新材料有限公司。

本部分主要起草人:吴广伟、张桂梅、马永亮。

本部分参加起草人:刘兵、刘延谟、杨霞。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 16484.1—1996。