



中华人民共和国国家标准

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

Methods for chemical analysis of
rare earth chloride and carbonate—Determination
of phosphorus radicle content

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 磷酸根量的测定

GB/T 16484.14—1996

Methods for chemical analysis of
rare earth chloride and carbonate—Determination
of phosphorus radicle content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中磷酸根含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中磷酸根含量的测定。测定范围：0.002 5%~0.10%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试样用酸溶解，在 0.31~0.48mol/L 盐酸介质中，磷与铈、钼酸铵生成杂多酸，用抗坏血酸还原为铈酸钼蓝络合物。于分光光度计波长 690nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 过氧化氢(30%)。

4.2 盐酸(1+2)。

4.3 盐酸(1+10)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 氨水(1+10)。

4.7 钼酸铵溶液(40g/L)，高纯。

4.8 酒石酸锕钾溶液(3g/L)。

4.9 抗坏血酸溶液(20g/L)，用时配制。

4.10 淀粉溶液(10g/L)，用时配制。

4.11 磷酸根标准贮存溶液：称取 0.2863g 经 105℃~110℃烘干 1h 并在干燥器中冷却至室温的优级纯磷酸二氢钾于 250mL 烧杯中，加 100mL 水溶解，移入 1 000mL 容量瓶中，加 10mL 硝酸(ρ 1.42g/mL)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 200 μ g 磷酸根。

4.12 磷酸根标准溶液：移取 20.00mL 磷酸根标准贮存溶液(4.11)于 1 000mL 容量瓶中，加 5mL 硝酸(ρ 1.42g/mL)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 4 μ g 磷酸根。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

4.13 对硝基酚指示剂(10g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 试样

6.1 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。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于 105℃~110℃烘 2h,置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

7.2 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1g。

表 1

磷酸根含量 %	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

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 试料的溶解:将试料(7.2)置于 100mL 烧杯中,加 10mL 盐酸(4.2),加热溶解并蒸发溶液至体积 1~2mL,冷却至室温,按表 1 所述,将溶液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 按表 1 移取试液(7.4.1),置于 25mL 容量瓶中,加一滴对硝基酚指示剂(4.13),用氨水(4.6)调溶液至黄色,加盐酸(4.3)调溶液至黄色刚消失。

7.4.3 加 1.6mL 盐酸(4.4),0.6mL 钼酸铵溶液(4.7),2mL 淀粉溶液(4.10),1.5mL 抗坏血酸溶液(4.9),0.5mL 酒石酸锑钾溶液(4.8)。依次混匀。用水稀释至刻度,混匀。放置 5min。

7.4.4 移取部分试液(7.4.3)于 3cm 比色皿中,以试料空白作参比,于分光光度计波长 690nm 处测量其吸光度,从标准曲线上查出相应的磷酸根量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 磷酸根标准溶液(4.12)分别置于一组 25mL 容量瓶中,加 10mL 水,一滴对硝基酚指示剂(4.13),用氨水(4.6)调溶液呈黄色,滴加盐酸(4.3)调溶液至黄色刚消失。以下按 7.4.3 条进行。

7.5.2 移取部分溶液(7.5.1)于 3cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 690nm 处测量其吸光度。以磷酸根量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算试料中磷酸根的百分含量:

$$\text{PO}_4^{3-}(\%) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自标准曲线上查得的磷酸根量， μg ；

V_0 ——试液总体积， mL ；

V_1 ——移取试液的体积， mL ；

m ——试料的质量， g 。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

磷酸根含量	允 许 差
0.002 5~0.005 0	0.000 5
0.005~0.010	0.001
0.010~0.040	0.002
0.040~0.100	0.005

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由甘肃稀土公司和包头稀土研究院起草。

本标准主要起草人安小宁、陈一南。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
磷酸根量的测定

GB/T 16484.14—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

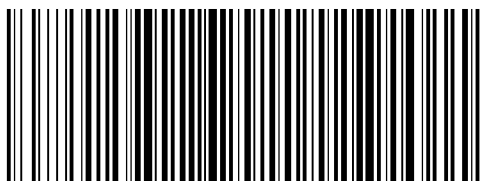
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6千字
1996年12月第一版 1996年12月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号:155066·1-13330 定价 8.00 元

*

标 目 300—77



GB/T 16484.14—1996