



中华人民共和国国家标准

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

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of cerium oxide content



C9709738

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
氧化铈量的测定

GB/T 16484.1—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 5 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 • 1-13306 定价 5.00 元

*

标 目 300—64

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
氧化铈量的测定

GB/T 16484.1—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of cerium oxide content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化铈含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化铈含量的测定。测定范围：20%~40%。

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

3 方法原理

试样用盐酸溶解，在磷酸介质中，高氯酸将三价铈氧化为四价，于稀硫酸介质中，在尿素存在下，用亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液还原高价铈，以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 磷酸(ρ 1.6 g/mL)。

4.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.3 盐酸(1+1)。

4.4 硫酸(1+1 g)。

4.5 硫酸-磷酸混合溶液(3+3+14)。

4.6 尿素溶液(200 g/L)。

4.7 亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液：称取 2 g 亚砷酸钠，1 g 亚硝酸钠于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

4.8 硫酸高铈溶液： $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。

称取 1.66 g 无水硫酸高铈于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 硫酸(4.4)溶解，移入 500 mL 容量瓶中，用硫酸(4.4)稀释至刻度，混匀。

4.9 重铬酸钾标准溶液： $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

称取 0.490 3 g 经 140℃~150℃干燥 2 h 的基准重铬酸钾于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.10 硫酸亚铁铵标准溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.01 \text{ mol/L}$

4.10.1 配制：称取 5.5 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 500 mL 烧杯中，加 150 mL 硫酸(4.4)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以硫酸(4.4)稀释至刻度，混匀。

4.10.2 标定:称取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(4.10.1),置于 250 mL 三角瓶中,加 10 mL 硫酸-磷酸混合溶液(4.5),加水至溶液体积为 100 mL,加 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂(4.11),用重铬酸钾标准溶液(4.9)滴定至蓝紫色不褪为终点。平行滴定四份,所消耗的重铬酸钾标准溶液(4.9)的体积极差值不大于 0.10 mL。取其平均值。

随同标定做空白试验。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液(4.10)的实际浓度:

$$c = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——硫酸亚铁铵标准溶液的实际浓度, mol/L;

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

V_0 ——滴定硫酸亚铁铵标准溶液时所消耗重铬酸钾标准溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定空白溶液时所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积, mL;

V_2 ——移取硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL。

4.11 二苯胺磺酸钠指示剂(0.5 g/L)。

4.12 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。

5 试样

5.1 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。

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

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定, 取其平均值。

6.2 试料

迅速称取 4 g 试料, 精确至 0.000 1 g。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.2)置于 250 mL 烧杯中, 加 20 mL 盐酸(4.3), 加热煮沸, 冷却后, 移入 200 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

6.3.2 移取 10.00 mL 试液(6.3.1)于 250 mL 三角瓶中, 加 10 mL 磷酸(4.1), 3 mL 高氯酸(4.2), 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(4.4), 流水冷却至室温。

6.3.3 加 5 mL 尿素溶液(4.6), 滴加亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液(4.7)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(4.12), 用硫酸亚铁铵标准溶液(4.10)滴定至溶液呈黄绿色为终点。

6.3.4 空白试验:移取 10.00 mL 硫酸高铈溶液(4.8)于 250 mL 三角瓶中, 加 10 mL 磷酸(4.1), 40 mL 硫酸(4.4), 以下步骤同 6.3.3 操作, 至终点后, 再移取 10.00 mL 硫酸高铈溶液(4.8)于上述三角瓶中, 用相同浓度的硫酸亚铁铵标准溶液(4.10)滴定至终点。其两次滴定体积之差即为空白值。

7 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算氧化铈的百分含量:

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

式中: c ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/mL;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

V_2 ——滴定时所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

V_3 ——空白试验时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

172.12——氧化铈的相对摩尔质量。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于 0.3%。

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起草。

本标准主要起草人安小宁、高建兰。