



中华人民共和国国家标准

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

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

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

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 铋磷钼蓝分光光度法；
- 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。

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

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化铈量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化铈量的测定。测定范围：20.00%~40.00%。

2 方法原理

试样用盐酸溶解，在磷酸介质中，高氯酸冒烟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，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行滴定。

3 试剂和材料

3.1 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.2 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硫酸(2+98)。

3.5 硫酸-磷酸混合溶液：在不断搅拌下，分别将 15 mL 硫酸和 15 mL 磷酸，缓慢加入到 70 mL 水中。

3.6 尿素溶液 200 g/L。

3.7 亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液：称取 2 g 亚砷酸钠和 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。

3.8 硫酸高铈溶液 $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.03 \text{ mol/L}$ ：称取 4.98 g 无水硫酸高铈于 250 mL 烧杯中，加 300 mL 硫酸(3.4)溶解，移入 500 mL 容量瓶中，用硫酸(3.4)稀释至刻度，混匀。

3.9 重铬酸钾标准滴定溶液 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.01 \text{ mol/L}$ ：称取 0.490 3 g 基准重铬酸钾(经 140 °C~150 °C 干燥 2 h)置于 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。

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

3.10.1 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(3.4)溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以硫酸(3.4)稀释至刻度，混匀。

3.10.2 标定：移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.10.1)，置于 250 mL 三角瓶中，加 10 mL 硫酸-磷酸混合溶液(3.5)，加水至溶液体积为 100 mL，加 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.11)，用重铬酸钾标准溶液(3.9)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滴定溶液(3.9)的体积极差值不大于 0.10 mL。取其平均值。

3.10.3 随同标定做空白试验。

3.10.4 按式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.10)的实际浓度：

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