



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.14—2009
代替 GB/T 16484.14—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 14 部分：磷酸根量的测定 钨磷钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 14: Determination of phosphorus radical content—
Phosphorus-antimonate-molybdenum blue spectrophotometry

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 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 14 部分。

本部分代替 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》。

本部分与 GB/T 16484.14—1996 相比，主要有如下变动：

- 测定波长由 690 nm 调整为 705 nm；
- 磷酸根标准溶液浓度由 1 mL 含 4 μg 调整为 1 mL 含 5 μg ；
- 工作曲线线性范围由 0 μg ~20 μg 调整为 0 μg ~30 μg ；
- 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。

本部分主要由包头稀土研究院起草。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、内蒙古包钢稀土科技股份有限公司。

本部分主要起草人：郝茜、高励珍、王海涛。

本部分参加起草人：杨萍、陈云红、王明珍、吴广伟。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.14—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第 14 部分:磷酸根量的测定

铈磷钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中磷酸根量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中磷酸根量的测定。测定范围:0.002 5%~0.10%。

2 方法原理

试样用酸溶解,在 0.31 mol/L~0.48 mol/L 盐酸介质中,磷与铈、钼酸铵生成杂多酸,用抗坏血酸还原为磷铈钼蓝络合物,于分光光度计波长 705 nm 处测量其吸光度。

3 试剂和材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+2)。

3.4 盐酸(1+10)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 氨水(1+10),优级纯,贮于塑料瓶中。

3.7 钼酸铵(40 g/L),优级纯,贮于塑料瓶中。

3.8 酒石酸铈钾溶液(3 g/L)。

3.9 抗坏血酸(20 g/L),用时配制。

3.10 淀粉溶液(10 g/L),用时配制。

3.11 磷酸根标准贮存溶液:称取 0.286 3 g 预先经 105 ℃~110 ℃烘干 1 h 置于干燥器中冷却至室温的优级纯磷酸二氢钾于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸(3.5),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 磷酸根。

3.12 磷酸根标准溶液:移取 25.00 mL 磷酸根标准贮存溶液(3.11)置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,加 10 mL 硝酸(3.5),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 磷酸根。

3.13 对硝基酚指示剂(10 g/L)。

4 仪器

分光光度计。

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 碳酸轻稀土试样的制备:试样开封后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。