



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 钼磷钼蓝分光光度法

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 偶氮肿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 钼磷钼蓝分光光度法；
- 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：氧化镱、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。

表 1

| 磷酸根含量范围(质量分数)/% | 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 |

6.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的溶解:将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),加热溶解并蒸发溶液至体积 1 mL~2 mL,冷却至室温,按表 1 将溶液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 移取试液(6.4.1),置于 25 mL 比色管或容量瓶中,加一滴对硝基酚指示剂(3.13),用氨水(3.6)调溶液至黄色,加盐酸(3.4)调溶液至黄色刚消失。

6.4.3 依次加入 1.5 mL 盐酸(3.2),2.0 mL 淀粉溶液(3.10),0.5 mL 酒石酸锑钾溶液(3.8),1.5 mL 抗坏血酸溶液(3.9),0.5 mL 钼酸铵溶液(3.7),依次混匀。用水稀释至刻度,混匀,放置 5 min。

6.4.4 移取部分试液(6.4.3)于 3 cm 比色皿中,以试料空白为参比,于分光光度计波长 705 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得磷酸根含量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 磷酸根标准溶液(3.12),分别置于一组 25 mL 比色管或容量瓶中,加 10 mL 水,一滴对硝基酚指示剂(3.13),用氨水(3.6)调溶液至黄色,加盐酸(3.4)调溶液至黄色刚消失,以下按 6.4.3~6.4.4 进行。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算磷酸根的质量分数(%):

$$w(\text{PO}_4^{3-}) = \frac{\rho V_0 \times 10^{-6}}{mV} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的酸根的含量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样重,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

| 磷酸根质量分数/% | 重复性限(r)/% |
|--|-----------|
| 0.002 9 | 0.000 4 |
| 0.017 | 0.002 |
| 0.11 | 0.012 |
| 注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。 | |

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

| 磷酸根含量范围(质量分数)/% | 允许差/% |
|-----------------|---------|
| 0.002 5~0.005 0 | 0.001 0 |
| >0.005 0~0.010 | 0.002 0 |
| >0.010~0.050 | 0.005 |
| >0.050~0.10 | 0.015 |

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。
