



中华人民共和国国家标准

GB/T 20166.1—2012
代替 GB/T 20166.1—2006

稀土抛光粉化学分析方法 第 1 部分：氧化铈量的测定 滴定法

Chemical analysis methods of rare earth polishing powder—
Part 1: Determination of cerium oxide content—
Titrimetry

2012-11-05 发布

2013-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20166《稀土抛光粉化学分析方法》共分 2 个部分：

- 第 1 部分：氧化铈量的测定 滴定法；
- 第 2 部分：氟量的测定 离子选择性电极法。

本部分为第 1 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 GB/T 20166.1—2006《稀土抛光粉化学分析方法 氧化铈量的测定 滴定法》。

本部分与 GB/T 20166.1—2006 相比主要变化如下：

- 删除了方法原理中的“在尿素存在下，用亚砷酸钠-亚硝酸钠还原三价锰”；
- 删除了试剂尿素和亚砷酸钠-亚硝酸钠；
- 取消了测定步骤中尿素和亚砷酸钠-亚硝酸钠的使用。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位：包头天骄清美稀土抛光粉有限公司。

本部分参加起草单位：包头稀土研究院、北京有色金属研究院。

本部分主要起草人：谢兵、刘致文、崔凌霄、李宝莹、黄仲汉、韩秀芳、渠利娜、郭昱、王素梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20166.1—2006。

稀土抛光粉化学分析方法

第 1 部分:氧化铈量的测定

滴定法

1 范围

GB/T 20166 的本部分规定了以铈基稀土为主的稀土抛光粉中氧化铈量的测定方法。

本部分适用于以铈基稀土为主的稀土抛光粉中氧化铈量的测定。测定范围为 40%~99%。

2 方法原理

试料经磷酸溶解,用高氯酸将三价铈氧化为四价铈,于 1 mol/L 硫酸介质中,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至终点。

3 试剂

3.1 磷酸(ρ 1.69)。

3.2 高氯酸(ρ 1.5)。

3.3 硫酸(ρ 1.84)。

3.4 硫酸(1 mol/L)。

3.5 硫磷混酸:70 mL 水中加入 15 mL 磷酸(3.1)和 15 mL 硫酸(3.3),混均。

3.6 硫酸高铈溶液 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.02 \text{ mol/L}\}$:称取 3.32 g 无水硫酸高铈于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 硫酸(3.4)溶解,移入 500 mL 容量瓶中,以硫酸(3.4)稀释至刻度,混均。

3.7 重铬酸钾标准溶液 $\left[c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.02 \text{ mol/L}\right]$:称取 0.980 6 g 经 110 °C~130 °C 烘干 2 h 的重铬酸钾(基准物质),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,混均。

3.8 硫酸亚铁铵标准溶液 $[c(\text{Fe}^{2+})] \approx 0.02 \text{ mol/L}$:

3.8.1 配制:称取 9 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 500 mL 烧杯中,加硫酸(3.4)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(3.4)稀释至刻度,混均。

3.8.2 标定:移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(3.8.1)3 份,分别置于 3 个 250 mL 的锥形瓶中,加 10 mL 硫磷混酸(3.5),加水至 100 mL,加 4 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.9),用重铬酸钾标准溶液(3.7)滴定至蓝紫色不退为终点。

3.8.3 按式(1)计算 $c(\text{Fe}^{2+})$ 标准溶液的摩尔浓度(mol/L):

$$c(\text{Fe}^{2+}) = \frac{c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)V_1}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)$ ——重铬酸钾标准溶液物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);