



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.21—2009

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 21 部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 21: Determination of iron oxide content—
1, 10-phenanthroline 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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 21 部分。

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。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分参加起草单位：赣州有色冶金研究所、江苏宜兴新威利成稀土有限公司。

本部分主要起草人：佟玲、李娜、高新秀。

本部分参加起草人：黎英、刘鸿、顾国军。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第 21 部分：氧化铁量的测定

1,10-二氮杂菲分光光度法

1 范围

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

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化铁量的测定。测定范围：0.003 0%~1.00%。

2 方法原理

试样以稀盐酸溶解，用盐酸羟胺将三价铁还原成二价铁，在 pH4~pH6 的酸度条件下，二价铁离子与邻二氮杂菲显色，于分光光度计波长 510 nm 处测其吸光度。

3 试剂和材料

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+5)。

3.4 盐酸羟胺(100 g/L)。

3.5 1,10-邻二氮杂菲溶液(10 g/L)：称取 1 g 1,10-邻二氮杂菲溶于无水乙醇中，以水稀释至 100 mL，混匀。

3.6 柠檬酸溶液：(300 g/L)。

3.7 饱和乙酸钠溶液。

3.8 铁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 铁[$w(\text{Fe}) > 99.9\%$]于 150 mL 烧杯中，加 30 mL 盐酸(3.3)低温加热至完全溶解，冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铁。

3.9 铁标准溶液：移取铁标准贮存溶液(3.8)10 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

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。