



中华人民共和国国家标准

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

Chemical analysis methods of rare earth polishing powder—Determination of cerium oxide content—Titrimetric analysis method

2006-04-13 发布

2006-10-01 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

本标准由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准由甘肃稀土新材料股份有限公司负责起草。

本标准由包头稀土研究院、内蒙古包钢稀土科技股份有限公司参加起草。

本标准主要起草人：李宝莹、黄仲汉。

本标准参加起草人：吴广伟、李春晖。

稀土抛光粉化学分析方法

氧化铈量的测定

滴定法

1 范围

本标准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。

本标准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: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,在尿素存在下,用亚砷酸钠-亚硝酸钠还原三价铈,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),混匀。

3.6 尿素(200 g/L)。

3.7 亚砷酸钠—亚硝酸钠:称取 2 g 亚砷酸钠,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 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.02 \text{ mol/L}\}$: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,混匀。

3.9 重铬酸钾标准溶液 $[c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.02 \text{ mol/L}]$:称取 0.980 6 g 经 110℃~130℃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,混匀。

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

3.10.1 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 烧杯中,用硫酸(3.4)稀释至刻度,混匀。

3.10.2 标定:移取 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液(3.10.1)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(3.11),用重铬酸钾标准溶液(3.9)滴定至蓝紫色不退为终点。

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

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

式中:

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