



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.7—2010  
代替 GB/T 18114.7—2000

---

## 稀土精矿化学分析方法 第7部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—  
Part 7: Determination of iron oxide content—  
Potassium dichromate titration

2011-01-14 发布

2011-11-01 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 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化镨、氧化钽量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 部分：十五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 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 7 部分。

本部分是对 GB/T 18114.7—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化铁量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.7—2000 相比，主要有如下变动：

- 测定范围由 0.50%~5.00% 调整为 0.50%~10.0%；
- 样品溶解时间由 40 min 调整为 25 min；
- 由用盐酸直接在漏斗中溶解碱分离后的滤出物调整为将滤出物及滤纸一同放入原烧杯中，加入盐酸煮沸溶解沉淀，趁热过滤；
- 由用二氯化锡作为还原剂调整为用二氯化锡-三氯化钛作为还原剂；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分由广东珠江稀土有限公司、赣州虔东稀土集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：刘鹏宇、刘兵。

本部分参加起草人：梁志杰、邓汉芹、姚南红、陈婕、朱霓、胡礼海。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18114.7—2000。

# 稀土精矿化学分析方法

## 第7部分:氧化铁量的测定

### 重铬酸钾滴定法

#### 1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中氧化铁含量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中氧化铁含量的测定,测定范围 0.50%~10.0%。

#### 2 方法原理

试料经碱熔融、水浸出后,过滤去除大部分共存元素;滤出物经盐酸酸化,先用二氯化锡将大量铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ),再以钨酸钠作指示剂,用三氯化钛将剩余铁(Ⅲ)还原,进一步将钨酸根还原至生成钨蓝,然后滴加重铬酸钾至蓝色消失。在硫磷混酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾滴定。

#### 3 试剂和材料

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 重铬酸钾(基准)。

3.4 三氯化钛 150 g/L~200 g/L(或市售)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 氢氧化钠洗液(10 g/L)。

3.7 盐酸洗液(2+98)。

3.8 二氯化锡溶液:称取 5 g 二氯化锡,加入 10 mL 盐酸(3.5),加热溶解,稀释至 100 mL。用时现配。

3.9 钨酸钠溶液(250 g/L)。

3.10 三氯化钛溶液(20+80),用时现配。

3.11 硫酸、磷酸混合溶液:在不断搅拌下,于 700 mL 水中缓慢加入 150 mL 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)和 150 mL 磷酸( $\rho$ 1.69 g/mL)。

3.12 硫酸亚铁铵溶液(约 0.1 mol/L)。

3.13 重铬酸钾标准滴定溶液:称取 0.439 0 g 经 150 °C 烘干 1 h 的基准重铬酸钾(3.3)于 100 mL 烧杯中,加入适量水溶解至清,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液对铁的滴定系数( $f$ )为 0.500 0 g/L。

3.14 二苯胺磺酸钠溶液(5 g/L)。

#### 4 试样

4.1 试样的粒度应研磨至通过 0.074 mm 筛。

4.2 试样经 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中,冷却至室温后。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样(4),精确至 0.000 1 g。