

中华人民共和国国家标准

稀土金属及其化合物化学分析方法 草酸盐重量法测定稀土总量

GB/T 14635.1—93

Rare earth metals and their compounds—
Determination of total rare earth contents
—Rare earth oxalate gravimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了混合稀土金属中稀土元素总含量及其化合物(氧化物、氢氧化物、氟化物、氯化物)中氧化稀土总含量的测定方法。

本标准适用于混合稀土金属中稀土元素总含量及其化合物(氧化物、氢氧化物、氟化物、氯化物)中氧化稀土总含量的测定,测定范围见表1。

表1

试样	测定范围, %
稀土金属	95.0~99.5
氧化稀土	95.0~99.8
氢氧化稀土	55.0~75.0
氟化稀土	65.0~80.0
氯化稀土	40.0~60.0

本标准不适用于以钪、铈、铈、镧、铈为主体或钍、铅含量各大于0.1%的混合稀土金属中稀土元素总含量及其化合物(氧化物、氢氧化物、氟化物、氯化物)中氧化稀土总含量的测定。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
- GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 编写的基本要求

本标准按 GB 1.4、GB 1467 规定编写。

4 方法原理

试料用酸溶解,经氨水沉淀稀土分离钙、镁等。以盐酸溶解稀土,在 pH 2 条件下用草酸沉淀稀土分离铁等。于 1000℃ 将草酸稀土灼烧成氧化物,称其质量。由氧化稀土总量,根据试样所含各单一稀土的相对比例及其氧化物的组成,求算稀土元素总量。

5 试剂与材料

- 5.1 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。
 5.2 过氧化氧(30%)。
 5.3 盐酸(1+1)。
 5.4 硝酸(1+1)。
 5.5 氨水(1+1)。
 5.6 草酸溶液(50g/L)。
 5.7 氯化铵-氨水洗液:100mL 水中含 2g 氯化铵和 2mL 氨水。
 5.8 草酸洗液(2g/L)。
 5.9 盐酸洗液:100mL 水中含 2mL HCl(5.3)。
 5.10 精密 pH 试纸(0.5~5.0)。

6 仪器与设备

- 6.1 分析天平 感量 0.1mg。
 6.2 高温炉 温度 $>1000^{\circ}\text{C}$ 。
 6.3 干燥箱。
 6.4 铂坩埚。

7 试样

- 7.1 金属试样的制备:去掉金属锭表面油层,钻取不同部位试样,弃去开始钻出部分的试样,其余部分置于称量瓶中,立即称量。
 7.2 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。
 7.3 氧化稀土、氢氧化稀土、氟化稀土试样的制备:将试样于 105°C 烘烤 1.5h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

8 分析步骤

8.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

8.2 试料

按表 2 称取试样(7),准确至 0.0001g。

表 2

试 样	试 料,g
稀土金属、氧化稀土	0.300 0
氟化稀土、氢氧化稀土	0.400 0
氯化稀土	5.000 0

8.3 测定

8.3.1 试料的溶解

8.3.1.1 稀土金属、氧化稀土、氢氧化稀土试料的溶解:将试料(8.2)置于 300mL 烧杯中,加 20 mL 水,5mL HCl(5.3),1mL H_2O_2 (5.2),低温加热至溶解完全,蒸发至 1mL 左右。加 20mL 水,加热使盐类溶解至清。过滤,滤液接收于 300mL 烧杯中,用盐酸洗液(5.9)洗烧杯和滤纸 5~6 次,弃去滤纸。