

稀土金属及其化合物化学分析方法  
EDTA 滴定法测定重稀土金属及其  
化合物中稀土总量

GB/T 14635.3—93

Heavy rare earth metals and their compounds—  
Determination of total rare earth contents  
—EDTA volumetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以重稀土钆、铽、镱、镱、镱为主体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方法。

本标准适用于以重稀土钆、铽、镱、镱、镱为主体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,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
氯化稀土	40.0~60.0
氟化稀土	65.0~80.0

本标准不适用于钍、铀、钷的总含量大于 0.5% 的物料的分析。

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,在 pH5.5 条件下,以二甲酚橙作指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定稀土。采用草酸沉淀法提取试样中的稀土氧化物,并取其一定量用 EDTA 标准滴定溶液滴定之,以求得试样所含氧化稀土的平均摩尔质量。

## 5 试剂

- 5.1 高氯酸( $\rho$ 1.67g/mL)。
- 5.2 硝酸( $\rho$ 1.42g/mL)。
- 5.3 过氧化氢(30%)。
- 5.4 抗坏血酸。
- 5.5 盐酸(1+1)。
- 5.6 氨水(1+1)。
- 5.7 磺基水杨酸溶液(100g/L)。
- 5.8 六次甲基四胺缓冲溶液(pH5.5),称取 200g 六次甲基四胺于 500mL 烧杯中,加 200mL 水溶解。加 70mL 盐酸(5.5),用水稀释至 1 000mL。
- 5.9 锌标准溶液(1.000g/L):称取 0.200 0g 纯锌(>99.9%)于 250mL 烧杯中,加 10mL 水,10mL 盐酸(5.5),低温加热至完全溶解。溶液移入 200mL 容量瓶中,加 5mL 盐酸(5.5),以水稀释至刻度,混匀。
- 5.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[ $c(\text{EDTA})=0.020\ 00\text{mol/L}$ ]。
- 5.10.1 配制:称取 1.488 9g 经 80℃ 烘干 2h 的基准乙二胺四乙酸二钠于 250mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 2 000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。储存于塑料瓶中。
- 5.10.2 标定:移取 25.00mL 锌标准溶液(5.9)于 250mL 三角瓶中,加 50mL 水,用盐酸(5.5)或氨水(5.6)调节溶液 pH 为 5~5.5。加 5mL 六次甲基四胺缓冲溶液(5.8),2 滴二甲酚橙指示剂(5.14),用 EDTA 标准滴定溶液(5.10)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。平行标定三份,所消耗 EDTA 标准滴定溶液(5.10)体积的极差值不应超过 0.1mL。

按公式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液(5.10)的实际摩尔浓度(并计算 3 次标定的平均结果):

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c_0 \times V_1}{M \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准滴定溶液(5.10)的实际摩尔浓度, mol/L;

$c_0$ ——每毫升锌标准溶液所含锌的质量, mg/mL;

$M$ ——锌的摩尔质量;

$V_1$ ——移取锌标准溶液(5.9)的体积, mL;

$V_2$ ——滴定锌所消耗 EDTA 标准滴定溶液(5.10)的体积, mL。

- 5.11 草酸溶液(50g/L)。
- 5.12 草酸洗液(2.5g/L)。
- 5.13 氨水洗液(1+19)。
- 5.14 二甲酚橙指示剂(1g/L)。

## 6 设备

- 6.1 高温炉 温度 >1 000℃
- 6.2 干燥箱 额定工作温度 200℃。
- 6.3 铂坩埚 容积 20~30mL。

## 7 试样

- 7.1 金属试样的制备:去掉金属锭表面氧化层,钻取不同部位试样,弃去表层的试样,其余部分置于称量瓶中,立即称样。
- 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℃ 烘烤 1.5h,置于干燥器中,冷却至