

## 中华人民共和国国家标准

GB/T 14635—2008

代替 GB/T 8762.1—1988、GB/T 12687.1—1990、GB/T 14635.1~14635.3—1993、GB/T 16484.19—1996、GB/T 18882.1—2002

# 稀土金属及其化合物化学分析方法 稀土总量的测定

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

2008-06-17 发布 2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 皮布 国国家标准化管理委员会

### 前 言

本标准是对 GB/T 8762. 1—1988《荧光级氧化钇和氧化铕中稀土氧化物总量的测定》、GB/T 14635. 1—1993《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. 2—1993《稀土金属及其化合物化学分析方法 EDTA 滴定法测定单一稀土金属及其化合物中稀土总量》、GB/T 14635. 3—1993《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 16484. 19—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 草酸盐重量法测定稀土总量》、GB/T 12687. 1—1990《农用硝酸稀土化学分析方法 草酸盐重量法测定稀土总量》、GB/T 18882. 1—2002《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 草酸盐重量法测定稀土总量》的整合修订。

本标准与原标准相比主要变化如下:

- ——将 GB/T 14635. 1—1993、GB/T 16484. 19—1996、GB/T 12687. 1—1990、GB/T 18882. 1—2002 合并为方法 1;
- ——将 GB/T 8762.1—1988、GB/T 14635.2—1993、GB/T 14635.3—1993 合并为方法 2;
- ——方法 1 的测定范围增加了单一稀土金属及其化合物;
- ——方法 1 中碳酸稀土测定下限由原来的 20.0% 调整为 10.0%;
- ——方法 1 中草酸沉淀稀土的酸度由 pH2 调整为 pH1.8~2;
- ——方法 1 中氧化稀土的灼烧温度由 1 000 ℃调整为 950 ℃;
- ——方法 1 中碳酸稀土前处理由原来的采用 105℃烘干,修改为离子型稀土矿的碳酸稀土采用 950℃高温灼烧的方式,其他碳酸稀土采用直接称取大样的方式;
- ——方法 2 中稀土金属和稀土氧化物的测定范围为 95.0%~99.5%, 调整为 98.0%~99.5%;
- ——调整了方法 2 中重稀土钬、铒、铥、镱、镥为主体的混合稀土金属及其化合物中的稀土总量的计算公式;
- ——对部分物料的称样量进行了调整;
- ——增加了精密度(重复性)条款。

两个方法的测定范围出现重叠时,以方法1作为仲裁方法。

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。

本标准由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负责起草。

本标准方法1由北京有色金属研究总院、赣州有色冶金研究所起草。

本标准方法1由江阴加华新材料资源有限公司、赣州虔东稀土集团股份有限公司、包钢稀土高科技股份有限公司、包头稀土研究院、宜兴新威利成稀土有限公司、上海跃龙新材料股份有限公司参加起草。

本标准方法 1 主要起草人:刘鹏宇、刘文华、刘兵、邵荣珍、王仁芳、崔志武。

本标准方法 1 主要验证人:姚文姬、姚南红、张桂梅、张淑杰、忻明龙、吴平、姚京璧、陈婕、王新萍、吴广伟。

本标准方法2由北京有色金属研究总院起草。

本标准方法 2 由包钢稀土高科技股份有限公司、宜兴新威利成稀土有限公司、包头稀土研究院、江 阴加华新材料资源有限公司、上海跃龙新材料股份有限公司、赣州虔东稀土股份有限公司参加起草。

本标准方法2主要起草人:杨萍、刘文华、陈云红、邵荣珍。

### GB/T 14635—2008

本标准方法 2 主要验证人:吴广伟、顾国居、张淑杰、姚文姬、吴平、姚南红、徐宁、张桂梅、姚京璧、陈婕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- ——GB/T 8762.1—1988;
- ----GB/T 12687.1-1990;
- ----GB/T 14635.1--1993;
- ——GB/T 14635.2—1993;
- ----GB/T 14635.3-1993;
- ---GB/T 16484.19--1996;
- ----GB/T 18882.1-2002.

## 稀土金属及其化合物化学分析方法 稀土总量的测定

### 方法 1 草酸盐重量法

#### 1 范围

本方法规定了单一和混合稀土金属及其化合物中稀土总量的测定方法。

本方法适用于单一和混合稀土金属及其化合物中稀土总量的测定,测定范围见表 1。

本方法不适用于以钬、铒、铥、镱、镥为主体或钍、铅含量(质量分数)各大于 0.1%的单一和混合稀土金属及其化合物中稀土总量的测定。

试 样	测定范围(质量分数)/%
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
碳酸稀土	10.0~60.0
硝酸稀土	30.0~70.0
离子型稀土矿混合稀土氧化物	80.0~99.0

表 1

### 2 方法原理

试样经酸分解后,氨水沉淀稀土,以分离钙、镁等。以盐酸溶解稀土,在 pH1.8~2 的条件下用草酸沉淀稀土,以分离铁等。于 950℃将草酸稀土灼烧成氧化物,称其质量,计算稀土总量。

### 3 试剂和材料

- **3.1** 高氯酸(ρ1.67 g/mL)。
- 3.2 过氧化氢(30%)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 氨水(1+1)。
- 3.6 草酸溶液(50 g/L)。
- 3.7 氯化铵-氨水洗液:100 mL水中含2g氯化铵和2 mL氨水。
- 3.8 草酸洗液(2 g/L)。
- 3.9 盐酸洗液:100 mL 水中含 2 mL 盐酸(3.3)。
- 3.10 精密 pH 试纸(0.5~5.0)。
- 3.11 甲酚红溶液(2 g/L),50%乙醇溶液。