



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23594.1—2009

---

## 钐铈钆富集物化学分析方法 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法

Chemical analysis methods of rare earth contents in  
samarium-europium-gadolinium concentrates—  
Part 1: Determination of total rare earth oxide content—Gravimetry

2009-04-23 发布

2010-02-01 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 23594—2009《钐钨钒富集物化学分析方法》共分 2 个部分：

——第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；

——第 2 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。

本部分为第 1 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分由内蒙古包钢稀土高科技股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由江阴加华新材料资源有限公司、包头稀土研究院、包头华美有限公司参加起草。

本部分主要起草人：张桂梅、王新萍、徐宁。

本部分参加起草人：姚京璧、姚文姬、张淑杰、栾红、周凯红、龚建华。

# 钐钕钷富集物化学分析方法

## 第1部分：稀土氧化物总量的测定

### 重量法

#### 1 范围

本部分规定了钐钕钷富集物中稀土氧化物总量的测定方法。

本部分适用于钐钕钷富集物中稀土氧化物总量的测定。测定范围：固体钐钕钷富集物 90.00%~99.00%；液体钐钕钷富集物 100 g/L~300 g/L。

#### 2 方法原理

试样以盐酸溶解，在氯化铵存在的条件下， $\text{pH}>9$  时用氨水沉淀稀土，分离钙、镁。以硝酸和高氯酸破坏滤纸，溶解沉淀，除硅后的滤液中，用草酸沉淀稀土，将沉淀灼烧成氧化物，恒重。

#### 3 试剂和材料

3.1 氯化铵。

3.2 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(0.0119 g/L)。

3.5 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

3.6 高氯酸( $\rho 1.67 \text{ g/mL}$ )。

3.7 过氧化氢(30%)。

3.8 氨水(1+1)。

3.9 氨水-氯化铵洗涤液：2 g 氯化铵溶于 95 mL 水中，使用时用氨水调至  $\text{pH}9\sim\text{pH}10$ 。

3.10 草酸溶液(100 g/L)。

3.11 草酸洗液(10 g/L)。

3.12 间甲酚紫乙醇溶液(1 g/L)。

#### 4 仪器

4.1 高温炉：温度 $>1000 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.2 铂金坩埚。

#### 5 试样

5.1 固体钐钕钷氧化物富集物的试样于  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  灼烧 1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

5.2 固体钐钕钷碳酸盐富集物的试样开封后立即称量。

5.3 液体钐钕钷富集物试样摇匀后分取。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

6.1.1 固体钐钕钷氧化物富集物的试样：称取 0.200 0 g 试样(5.1)，精确至 0.000 1 g。

6.1.2 固体钪钇钪碳酸盐富集物的试样：称取 10.00 试样(5.2)，精确至 0.000 1 g。

6.1.3 液体钪钇钪富集物：准确移取一定体积的试液(5.3)，精确至 0.01 mL。

6.2 测定数量

称取两份试样进行平行测定，取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 试样的溶解

6.3.1.1 将试料(6.1.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸(3.3)，加热分解，并滴加 3 滴~4 滴过氧化氢(3.7)至试料完全分解。

6.3.1.2 将试料(6.1.2)置于 300 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸(3.3)，加热分解至试料溶解完全，移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，分取 5.0 mL 该溶液于 300 mL 烧杯中。

6.3.1.3 按(6.1.3)移取试液于 100 mL 容量瓶中，在容量瓶口停靠 30 s 后，加入 5 mL 盐酸(3.3)，以水稀释至刻度，混匀。使溶液中稀土氧化物总浓度约为 20 mg/mL。分取 10.0 mL 该溶液于 300 mL 烧杯中。

6.3.2 沉淀分离

6.3.2.1 将试料(6.3.1)加入温水至约 150 mL，加入 3 g~4 g 氯化铵(3.1)，加热至近沸，滴加氨水(3.8)至大量沉淀出现并过量 15 mL~20 mL，滴加 1 mL 过氧化氢(3.7)，加热至微沸，2 min 后补加 3 mL 氨水(3.8)，取下稍冷。用中速滤纸过滤，用温热的氨水-氯化铵洗涤液(3.9)洗涤烧杯 2 次~3 次，沉淀 6 次~7 次，弃去滤液。

6.3.2.2 沉淀与滤纸置于原烧杯中，加入 5 mL~7 mL 高氯酸(3.6)，20 mL 硝酸(3.5)，盖上表面皿，加热煮沸，待剧烈作用停止后，继续加热至冒浓厚白烟，并蒸发至体积约为 1 mL~2 mL，取下稍冷，加入 2 mL~3 mL 盐酸(3.2)，约 40 mL 热水，用水洗涤表面皿及烧杯内壁，以中速滤纸过滤，除去二氧化硅及不溶物。用热盐酸(3.4)洗涤烧杯 3 次，滤纸 6 次~8 次。

6.3.2.3 滤液接收于 300 mL 烧杯中，用水稀释至约 150 mL，加热至近沸，在不断搅拌下加入 50 mL 近沸的草酸溶液(3.10)，加入 4 滴间甲酚紫指示剂(3.12)，滴加氨水(3.8)至试液由深粉色变为浅粉色，此时为约 pH1.8(用精密 pH 试纸检验)，在电热板上保温 2 h 后取下，放置 2 h。

6.3.2.4 沉淀用慢速滤纸过滤，用草酸洗液(3.11)洗涤烧杯 3 次~5 次，用滤纸片擦净烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀 8 次~10 次。

6.3.3 恒重

沉淀连同滤纸置于已恒重的铂坩埚中，烘干，灰化，于 950 °C 高温炉中灼烧 1 h。取出，置于干燥器中冷却至室温，称重，重复操作，直至恒重。

7 分析结果的计算

7.1 固体钪钇钪富集物按式(1)计算稀土氧化物(REO)的质量分数(%)：

$$w(\text{REO}) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$m_2$ ——稀土氧化物质量与铂坩埚的质量，单位为克(g)；

$m_1$ ——空铂坩埚的质量，单位为克(g)；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克(g)。

7.2 液体钪钇钪富集物按式(2)计算稀土氧化物(REO)的质量浓度(g/L)：

$$\rho(\text{REO}) = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

$m_2$ ——铂坩埚及烧成物的质量，单位为克(g)；

$m_1$ ——铂坩埚的质量，单位为克(g)；

$V$ ——试料的体积，单位为毫升(mL)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ )，超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%，重复性限( $r$ )按表1数据采用线性内插法求得。

表 1

固体钎钨钼富集物(质量分数)/ %	重复性限( $r$ )/ %	液体钎钨钼富集物(质量浓度)/ (g/L)	重复性限( $r$ )/ (g/L)
93.48	0.36	122.4	1.1
96.58	0.57	234.6	1.2
98.51	0.33	—	—
注：重复性限( $r$ )为 $2.8 \times s_r$ ， $s_r$ 为重复性标准差。			

### 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

固体钎钨钼富集物(质量分数)/%	允许差/%	液体钎钨钼富集物(质量浓度)/(g/L)	允许差/(g/L)
90.00~99.00	0.60	100.0~200.0	1.5
		>200.0~300.0	2.0

## 9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时，应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。