



中华人民共和国国家标准

GB/T 18882.5—2002

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 EDTA 滴定法测定三氧化二铝量

Chemical analysis methods for mixed rare earth oxide
of ion-absorbed type RE ore
—Determination of aluminum oxide content
—EDTA titrimetric method

2002-11-19 发布

2003-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

目前尚未查到与本标准相应的国际标准和国外先进标准。本标准是为了满足离子型稀土矿混合稀土氧化物的产品标准及贸易需要而制定。本标准为首次制定。

本标准由国家发展计划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。

本标准由赣州有色冶金研究所负责起草,上海跃龙有色金属有限公司、广州珠江冶炼厂参加起草。

本标准主要起草人:徐亚源、李智勇。

本标准主要验证人:忻明龙、蔡茜、宋耀。

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 EDTA 滴定法测定三氧化二铝量

1 范围

本标准规定了离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铝含量的测定方法。

本标准适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铝含量的测定。测定范围:1.00%~10.00%。

2 方法原理

试样先用酸溶解,残渣再用无水碳酸钠与硼酸的混合熔剂熔融。在微酸性条件下,用草酸沉淀分离稀土。加入硝酸和高氯酸冒烟,以消除草酸根及硅酸的干扰,加入过量 EDTA 络合铝。在 pH5 条件下,用二甲酚橙作指示剂,先用硫酸锌溶液准确滴定过量 EDTA,加入氟化钠置换 EDTA-Al 络合物中的 EDTA,释放出的 EDTA 用硫酸锌标准溶液滴定,计算铝量。

3 试剂与材料

- 3.1 金属铝片(光谱纯)。
- 3.2 盐酸(1.19 g/mL)。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 硝酸(1.42 g/mL)。
- 3.5 高氯酸(1.67 g/mL)。
- 3.6 无水碳酸钠与硼酸混合熔剂(3+1)。
- 3.7 盐酸(1+1)。
- 3.8 盐酸洗液:(1+49)。
- 3.9 氨水(1+1)。
- 3.10 草酸溶液(200 g/L)。
- 3.11 甲酚红溶液(2 g/L,50%乙醇溶液)。
- 3.12 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 3.13 乙二胺四乙酸二钠溶液 $[c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}]$:18.6 g EDTA 溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.14 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。
- 3.15 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5):100 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 24 mL 乙酸(1.049 g/mL),用水稀释至刻度,混匀。
- 3.16 氟化钠溶液(40 g/L)。
- 3.17 硫酸锌溶液 $[c(\text{ZnSO}_4)=0.1 \text{ mol/L}]$:称取 28.7 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 固体溶于适量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.18 铝标准溶液:称取 1.000 0 g 已擦净表面氧化物的纯金属铝片(3.1)于 500 mL 烧杯中,加入水