



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.11—2010

---

## 稀土精矿化学分析方法 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—  
Part 11: Determination of fluorine content—  
EDTA titration

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
稀土精矿化学分析方法  
第 11 部分：氟量的测定  
EDTA 滴定法

GB/T 18114.11—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址：[www.gb168.cn](http://www.gb168.cn)

服务热线：010-68522006

2011 年 7 月第一版

\*

书号：155066·1-42512

版权专有 侵权必究

## 前 言

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化镨、氧化钽量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 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；
- 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 11 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由包头稀土研究院起草。

本部分由赣州虔东稀土集团股份有限公司、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：孙志峰、于勇海。

本部分参加起草人：姚南红、陈婕、郭永娇、吴广伟、马永亮、王新萍。

# 稀土精矿化学分析方法

## 第 11 部分:氟量的测定

### EDTA 滴定法

#### 1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中氟量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中氟量的测定。测定范围:2.00%~20.00%。

#### 2 方法原理

试料用高氯酸在 135℃~140℃水蒸气蒸馏,使氟与其他元素分离。在 pH2.0~2.5 加入氯化镧标准溶液使之与氟生成氟化镧沉淀,在 pH5.5~6.0 六胺缓冲溶液中,以二甲酚橙为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定过量的氯化镧,计算出氟的质量分数。

#### 3 试剂与材料

3.1 盐酸羟胺。

3.2 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸(1+4)。

3.5 氢氧化钠溶液(400 g/L)。

3.6 氨水(1+1)。

3.7 六次甲基四胺缓冲溶液(200 g 六次甲基四胺,加 70 mL 盐酸,用水稀释至 1 000 mL)。

3.8 百里酚蓝指示剂溶液(5 g/L):称取 0.5 g 百里酚蓝溶解于 100 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L)中。

3.9 二甲酚橙指示剂溶液(5 g/L)。

3.10 锌标准溶液[ $c(\text{Zn}^{2+}) = 0.020 \text{ mol/L}$ ]:称取 1.300 0 g 纯锌[ $w(\text{Zn}) > 99.9\%$ ,去掉表面氧化层]于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 水,20 mL 盐酸(3.3)低温加热至完全溶解,溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液[ $c(\text{EDTA}) = 0.020 \text{ mol/L}$ ]。

3.11.1 配制:称取 15 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.11.2 标定:分取 20.00 mL 锌标液(3.10)于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 水,用盐酸(3.4)或氨水(3.6)调节溶液 pH 为 5~5.5,加 5 mL 六次甲基四胺缓冲溶液(3.7),2 滴二甲酚橙(3.9),用 EDTA 标准滴定溶液(3.11.1)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点。平行标定 3 份,所消耗 EDTA 标准溶液(3.11.1)体积的极差值应不大于 0.10 mL,取其平均值。

按式(1)计算 EDTA 标准溶液(3.11.1)的实际浓度  $c$ :

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

式中:

$c_0$ ——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——分取锌标准溶液(3.10)的体积,单位为毫升(mL);