

ICS 77.120.99
CCS H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.11—2025

代替 GB/T 18114.11—2010

稀土精矿化学分析方法 第 11 部分：氟含量的测定

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

2025-08-01 发布

2026-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准管理委员会 发布

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》的第 11 部分。GB/T 18114 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钍量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙含量的测定；
- 第 4 部分：氧化铌、氧化锆、氧化钛量的测定 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：稀土氧化物量和配分量的测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷含量的测定；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟含量的测定。

本文件代替 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》，与 GB/T 18114.11—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了文件的适用范围(见第 1 章，2010 年版的第 1 章)；
- b) 更改了蒸馏温度(见 4.1,2010 年版的第 2 章)；
- c) 更改了 EDTA 滴定法(方法 1)馏出液 pH 调节用指示剂(见 4.2.9,2010 年版的 3.8)；
- d) 更改了乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的配制和标定方法(见 4.2.12,2010 年版的 3.11)；
- e) 更改了氯化镧标准溶液的配制和标定方法(见 4.2.13,2010 年版的 3.12)；
- f) 更改了蒸馏装置图(见 4.3,2010 年版的第 4 章)；
- g) 更改了 EDTA 滴定法(方法 1)试料的称取量(见 4.5.1,2010 年版的 6.1)；
- h) 更改了 EDTA 滴定法(方法 1)高氯酸用量(见 4.5.3.1,2010 年版的 6.3.1)；
- i) 更改了镧标准溶液加入体积(见 4.5.3.1,2010 年版的 6.3.1 表 1)；
- j) 将精密度的“允许差”更改为“再现性”(见 4.7.3,2010 年版的 8.2)；
- k) 增加了茜素分光光度法(方法 2)、氟离子选择电极法(方法 3)的测定要求(见第 5 章、第 6 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本文件起草单位：包头稀土研究院、虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土新材料技术研发中心、国标(北京)检验认证有限公司、包头华美稀土高科有限公司、中稀(凉山)稀土有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司。

本文件主要起草人：刘春、高立红、张慧珍、李志强、张宇婕、张秀艳、张立锋、邢嵘嵘、刘通、李立刚、温斌、王晓轩、朱霓、董琳、钟群英、王可、赵霞、薛建萍、袁红霞、强文志、胡改霞、王立、杨春林、张锦梅。

本文件于 2010 年首次发布，本次为第一次修订。

引　　言

稀土精矿是指稀土矿石经选矿富集后,稀土含量达到冶炼要求的产品。其稀土元素自然配分不发生变化。包括氟碳铈矿精矿、独居石精矿、氟碳铈矿-独居石混合精矿、氟碳铈镧矿精矿等。由于稀土具有优良的光电磁等物理特性,能与其他材料组成性能各异、品类繁多的新型原材料,能大幅度地提高其他产品的质量和性能。化学成分是稀土精矿产品的重要考核指标。制定科学、准确的化学成分分析方法标准,通过明确适用范围,规范试剂和材料、试验设备和步骤,并经过反复多次的试验和验证给出精密度数据,可以增强不同实验室间数据的一致性和可比性,为稀土精矿产品的品质核查提供严谨、规范的技术手段,有利于促进稀土精矿产品的生产与贸易。

本系列标准 GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》重点针对稀土精矿中稀土氧化物总量、15 个稀土元素氧化物配分量、共存非稀土元素的检测,共由 11 个部分构成。

- 第 1 部分:稀土氧化物总量的测定 重量法。目的在于建立重量法测定稀土精矿中稀土氧化物含量的方法。
- 第 2 部分:氧化钍量的测定。目的在于建立等离子发射光谱法和等离子质谱法测定稀土精矿中氧化钍含量的方法。
- 第 3 部分:氧化钙含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法、EDTA 滴定法、电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土精矿中氧化钙含量的方法。
- 第 4 部分:氧化铌、氧化锆、氧化钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于建立电感耦合等离子发射光谱法测定稀土精矿中氧化铌、氧化锆、氧化钛含量的方法。
- 第 5 部分:氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土精矿中氧化铝含量的方法。
- 第 6 部分:二氧化硅量的测定。目的在于建立钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土精矿中二氧化硅含量的方法。
- 第 7 部分:氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法。目的在于建立重铬酸钾滴定法测定稀土精矿中氧化铁含量的方法。
- 第 8 部分:稀土氧化物量和配分量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土精矿中稀土氧化物配分含量和 X 荧光光谱法测定稀土精矿中稀土氧化物含量的方法。
- 第 9 部分:五氧化二磷含量的测定。目的在于建立磷铋钼蓝分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土精矿中五氧化二磷含量的方法。
- 第 10 部分:水分的测定 重量法。目的在于建立重量法测定稀土精矿中水分含量的方法。
- 第 11 部分:氟含量的测定。目的在于建立 EDTA 滴定法、茜素分光光度法和氟离子选择电极法测定稀土精矿中氟含量的方法。

本文件规定的所有标准方法均通过多家实验室试验、验证,修改“允许差”条款为“再现性”条款,在标准中给出了至少覆盖高、中、低氟含量的重复性、再现性限值,使方法的精密度要求更趋于完善。

本系列标准第 11 部分修订以 GB/T 18114.11—2010 为基础,在完善原有方法“EDTA 滴定法”(方法 1)的基础上,增加了“茜素分光光度法(方法 2)”和“氟离子选择电极法(方法 3)”,覆盖现有稀土精矿产品中关注的氟量指标的要求,为稀土精矿化学成分的测定提供了多种测定方法,具有良好的操作性。

稀土精矿化学分析方法

第 11 部分: 氟含量的测定

1 范围

本文件描述了稀土精矿中氟含量的测定方法。

本文件适用于稀土精矿中氟含量的测定。

本文件共包含 3 个方法:EDTA 滴定法(方法 1)、茜素分光光度法(方法 2)、氟离子选择电极法(方法 3)。方法 1 测定范围(质量分数):2.00%~20.00%,方法 2 测定范围(质量分数):0.10%~2.00%,方法 3 测定范围(质量分数):0.10%~20.00%。

当本文件中测定范围 0.10%~5.00% 出现重叠时,以方法 3 作为仲裁方法;测定范围 >5.00%~20.00% 出现重叠时,以方法 1 作为仲裁方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 178 紫外、可见、近红外分光光度计

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 EDTA 滴定法(方法 1)

4.1 原理

试样用高氯酸在 130 °C~140 °C 进行水蒸气蒸馏,使氟与其他元素分离。在 pH 2.0~2.5 溶液中,加入氯化镧标准溶液使之与氟生成氟化镧沉淀,在 pH 5.5~6.0 的六次甲基四胺缓冲溶液中,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。

4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中应使用确认为分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。液体试剂均保存于塑料瓶中,宜使用有证标准溶液。