



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.24—2020
代替 GB/T 20975.24—2008

铝及铝合金化学分析方法 第 24 部分：稀土总含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—
Part 24: Determination of total rare earth content

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锶含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铋含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铈含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 24 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.24—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 24 部分：稀土总含量的测定》，与 GB/T 20975.24—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 增加了“规范性引用文件”(见第 2 章)；
- 增加了“术语和定义”(见第 3 章)；
- 增加了分析使用试剂和水的要求(见 4.2 和 5.2)；
- 修改了三溴偶氮胂分光光度法的测定范围，由 0.001 0%~1.50%调整为 0.001 0%~2.50% (见第 1 章,2008 年版的第 1 章)；
- 修改了草酸盐重量法中的测定范围，由 >1.50%调整为 1.50%~16.00%(见第 1 章,2008 年版的第 10 章)；
- 修改了三溴偶氮胂分光光度法的三溴偶氮胂使用量(见表 1,2008 年版的 6.4.3)；
- 修改了草酸盐重量法中沉淀剂，由草酸丙酮溶液调整为草酸乙醇溶液(见 5.2.5,2008 年版的 12.5)；
- 修改了草酸盐重量法中酸度指示剂，由百里酚蓝乙醇溶液调整为甲酚红乙醇溶液(见 5.2.7, 2008 年版的 12.6)；
- 修改了草酸盐重量法中溶样方式，增加了过氧化氢(见 5.5.3.1,2008 年版的 15.3.1)；
- 修改了草酸盐重量法中由自然冷却至室温调整为取下放置 2 h 以上(见 5.5.3.2,2008 年版的 15.3.2)；
- 修改了草酸盐重量法中“以草酸洗液洗涤烧杯和沉淀各 7 次~8 次”调整为以草酸洗液洗涤烧杯 3 次，洗涤沉淀 7 次~8 次(见 5.5.3.2,2008 年版的 15.3.2)；
- 修改了草酸盐重量法中高温炉灼烧温度，由 900 °C 调整为 950 °C(见 5.5.3.3,2008 年版的 15.3.3)；
- 删除了“质量保证与控制”(见 2008 年版的第 9 章和第 18 章)；
- 增加了“试验报告”(见第 6 章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：包头铝业有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、有研亿金新材料有限公司、通标标准技术服务(天津)有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、北矿检测技术有限公司、华南理工大学。

本部分主要起草人：沈利、张晓平、高宝堂、鲍叶琳、李凤艳、张婉、席欢、周兵、韩啸、吴豫强、胡璇、刘朝方、颜立新、刘争达、刘春峰、戴凤英、郭艳萍、单鑫、张志恒。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.24—1988、GB/T 6987.24—2001；
- GB/T 6987.32—2001；
- GB/T 20975.24—2008。



铝及铝合金化学分析方法

第 24 部分：稀土总含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了三溴偶氮胂分光光度法和草酸盐重量法测定铝及铝合金中铈组稀土元素总含量。

本部分适用于铝及铝合金中铈组稀土元素总含量的仲裁测定。三溴偶氮胂分光光度法测定范围:0.001 0%~2.50%;草酸盐重量法测定范围:1.50%~16.00%。

铈组稀土元素总含量>1.50%~2.50%时,采用草酸盐重量法作为仲裁方法。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15676 稀土术语

3 术语和定义

GB/T 8005.2、GB/T 15676 界定的术语和定义适用于本文件。

4 三溴偶氮胂分光光度法

4.1 方法提要

试料以盐酸溶解,在盐酸-草酸介质中,以过氧化氢和乙醇消除四价钛离子和三价铁离子共存时的干扰,铈组稀土元素与三溴偶氮胂生成稳定的蓝紫色络合物,于分光光度计波长 634.0 nm 处测量其吸光度,以此测定铈组稀土元素总含量。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 无水乙醇。

4.2.2 盐酸(1+1)。

4.2.3 过氧化氢(1+19)。

4.2.4 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(80 g/L)。

4.2.5 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$, $w_{\text{RE}} \leq 0.001 0\%$)于 1 000 mL 烧杯中,盖

上表面皿, 分次加入总量为 600 mL 的盐酸(4.2.2)。缓慢加热至溶解完全, 取下, 冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

4.2.6 三溴偶氮胂[2-(2-胂酸基苯偶氮)-7-(2,4,6-三溴苯偶氮)-1,8-二羟基-3,6-萘二磺酸]溶液(0.5 g/L)。

4.2.7 铈标准贮存溶液: 优先使用有证标准溶液配制。或称取 0.614 2 g 二氧化铈[$w(\text{CeO}_2) \geq 99.9\%$, 预先在 800 °C ~ 900 °C 高温炉中灼烧 30 min, 取下稍冷, 于干燥器中放置 60 min 后称量], 精确至 0.000 1 g, 置于 200 mL 烧杯中, 加入 5 mL 高氯酸($\rho = 1.67 \text{ g/mL}$)、2 mL 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$), 盖上表面皿, 低温加热至二氧化铈完全溶解, 蒸发至近干。取下, 稍冷, 加入 50 mL 盐酸(4.2.2), 6 滴过氧化氢(4.2.3), 加热煮沸使盐类完全溶解并使过氧化氢分解完全, 取下, 冷却至室温, 移入 500 mL 容量瓶中, 加入 35 mL 盐酸(4.2.2), 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

注: 在本部分测定条件下, 铈或铈组稀土元素与三溴偶氮胂所生成络合物的吸光度一致, 故可用铈代替铈组稀土元素总量为标准。

4.2.8 铈标准溶液 A: 移取 5.00 mL 铈标准贮存溶液(4.2.7)于 250 mL 容量瓶中, 加入 40 mL 盐酸(4.2.2), 以水稀释至刻度, 混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 20 μg 铈。

4.2.9 铈标准溶液 B: 移取 50.00 mL 铈标准溶液 A(4.2.8)于 500 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 2 μg 铈。

4.2.10 铈标准溶液 C: 移取 1.00 mL 铈标准贮存溶液(4.2.7)于 100 mL 容量瓶中, 加入 40 mL 盐酸(4.2.2), 以水稀释至刻度, 混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 10 μg 铈。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

根据铈组稀土元素总含量, 按表 1 称取相应质量(m_0)的试样(4.4), 精确至 0.000 1 g。

表 1

质量分数 w_{RE} %	试料质量 m_0 g	试液体积 V_0 mL	移取试液体积 V_1 mL	三溴偶氮胂体积 mL	补加铝溶液体积 mL
0.001 0~0.010	1.00	100	10.00	5.00	—
>0.010~0.10	0.50	250	5.00	5.00	4.50
>0.10~0.60	0.25	500	5.00	5.00	5.00
>0.60~1.50	0.25	500	2.00	10.00	5.00
>1.50~2.50	0.25	500	2.00	10.00	5.00

4.5.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

4.5.3 空白试验

移取 5.0 mL 铝溶液(4.2.5)于 25 mL 容量瓶(或比色管)中,以下按 4.5.4.3 进行操作。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,分次加入总量为 30 mL 的盐酸(4.2.2),低温加热至试料溶解完全,取下,冷却,用中速滤纸过滤于如表 1 所示试液体积相对应的容量瓶中,吹洗烧杯及滤纸各 5 次~8 次,以水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.2 按表 1 要求移取试液(4.5.4.1)于 25 mL 容量瓶(或比色管)中,并补加相应体积的铝溶液(4.2.5)。

4.5.4.3 加入 2 mL 盐酸(4.2.2)、2 mL 草酸溶液(4.2.4)、2 mL 无水乙醇(4.2.1)、3 滴过氧化氢(4.2.3),充分摇匀。加入表 1 中相应体积的三溴偶氮胂溶液(4.2.6),以水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.4 将部分试液(4.5.4.3)置于相应的吸收池中,以空白试验(4.5.3)溶液为参比,于分光光度计波长 634.0 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铈组稀土元素总量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 根据铈组稀土元素质量分数,工作曲线系列标准溶液的配制分为以下三种:

- a) 铈组稀土元素质量分数为 0.001 0%~0.10%时:于一组 25 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(4.2.5),依次分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、3.50 mL、5.00 mL 铈标准溶液 B(4.2.9),以下按 4.5.4.3 进行操作。
- b) 铈组稀土元素质量分数为 >0.10%~0.60%时:于一组 25 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(4.2.5),依次分别加入 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、6.50 mL、7.50 mL 铈标准溶液 B(4.2.9),以下按 4.5.4.3 进行操作。
- c) 铈组稀土元素中总质量分数为 >0.60%~2.50%时:于一组 25 mL 容量瓶(或比色管)中,各加入 5.0 mL 铝溶液(4.2.5),依次分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铈标准溶液 C(4.2.10),以下按 4.5.4.3 进行操作。

4.5.5.2 将部分系列标准溶液(4.5.5.1)置于相应的吸收池中,以试剂空白溶液(未加铈标准溶液者)为参比,于分光光度计波长 634.0 nm 处测量其吸光度,以铈质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

铈组稀土元素总含量以铈组稀土质量分数 ω_{RE} 计,按式(1)计算:

$$\omega_{RE} = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铈组稀土元素总量,单位为微克(μg);

V_0 ——表 1 中的试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——称取试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——表 1 中的移取试液体积,单位为毫升(mL)。

铈组稀土元素总量的质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,计算结果表示到小数点后两位数字;铈组稀土元素总量的质量分数 $< 1.00\%$ 时,计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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 2 中数据采用线性内插法求得。

表 2

$w_{RE}/\%$	0.001 0	0.020	0.16	1.50	2.50
$r/\%$	0.000 2	0.002	0.01	0.05	0.08

4.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列的允许差。

表 3

铈组稀土元素质量分数 $w_{RE}/\%$	允许差/ $\%$
0.001 0~0.002 5	0.000 3
>0.002 5~0.005 0	0.000 7
>0.005 0~0.007 5	0.001 0
>0.007 5~0.010	0.001 2
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.007
>0.050~0.075	0.010
>0.075~0.10	0.012
>0.10~0.25	0.02
>0.25~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~1.50	0.08
>1.50~2.50	0.12

5 草酸盐重量法

5.1 方法提要

用氢氧化钠溶液溶解试料, 以分离 Al、Mg、Ca、Zn、Si 等干扰元素, 在 pH2.0 条件下, 用草酸乙醇溶液作为沉淀剂沉淀稀土, 形成的稀土草酸盐于 950 °C 灼烧为稀土氧化物。根据试样所含稀土的比例计算出稀土金属与其氧化物的换算系数, 并求出铈组稀土元素总含量。

5.2 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

5.2.2 氨水($\rho=0.91$ g/mL)。

5.2.3 盐酸(1+1)。

- 5.2.4 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 5.2.5 草酸乙醇溶液(40 g/L):称取 40 g 草酸溶解于 1 L 无水乙醇中。
- 5.2.6 草酸洗液(2 g/L):溶解 2 g 草酸于 1 L 水中。
- 5.2.7 甲酚红乙醇溶液(2 g/L):溶解 0.2 g 甲酚红溶解于 50 mL 无水乙醇中,补加水至 100 mL。

5.3 仪器和设备

高温炉:温度可控制在 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取质量(m_2)为 1.00 g 试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.5.3 测定

5.5.3.1 试料(5.5.1)于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 40 mL 氢氧化钠溶液(5.2.4),待剧烈反应停止后,滴加 3 mL 过氧化氢(5.2.1),继续加热煮沸至过氧化氢完全分解,补加 100 mL 热水,煮沸 1 min。取下稍冷,以慢速定量滤纸过滤,沉淀用热水洗涤至 pH7~8。

5.5.3.2 将沉淀连同滤纸转移入原烧杯中,加入 5 mL 盐酸(5.2.3),3 mL 过氧化氢(5.2.1),加热至沉淀溶解,用玻璃棒将滤纸捣碎,继续煮沸至无小气泡。加入 120 mL 热水,煮沸,取下稍冷,趁热在不断搅拌下加入 20 mL 草酸乙醇溶液(5.2.5),加入 2 滴~3 滴甲酚红乙醇溶液(5.2.7),用氨水(5.2.2)和盐酸(5.2.3)调节 pH 值为 1.8~2.2(精密 pH 试纸)后,在 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 1 h,取下放置 2 h 以上。用慢速定量滤纸过滤,以草酸洗液(5.2.6)洗涤烧杯 3 次,洗涤沉淀 7 次~8 次。将滤纸及沉淀转移入已恒重的空铂坩埚或瓷坩埚(m_3)中,在电炉上灰化。

5.5.3.3 于高温炉中 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h,取出,置于干燥器中冷却 1 h 后称量(m_4),至恒重。

5.6 试验数据处理

铈组稀土元素总量以铈组稀土质量分数 w_{RE} 计,按式(2)计算:

$$w_{\text{RE}} = \frac{(m_4 - m_3) \times 0.831}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——已恒重的铂坩埚或瓷坩埚和沉淀质量,单位为克(g);

m_3 ——已恒重的空铂坩埚或瓷坩埚质量,单位为克(g);

0.831 ——铈组稀土氧化物换算为相应金属的系数;

m_2 ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.7 精密度

5.7.1 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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$\omega_{RE}/\%$	2.02	4.99	10.11	14.46
$r/\%$	0.13	0.15	0.18	0.20

5.7.2 再现性

在再现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再现性限 R ，超过再现性限 R 的情况不超过 5%，再现性限 R 按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$\omega_{RE}/\%$	2.02	4.99	10.11	14.46
$R/\%$	0.15	0.19	0.22	0.25

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分编号、名称及所用的方法；
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
- c) 以适当的形式表达试验结果；
- d) 试验过程中出现的异常现象；
- e) 审核、批准等人员的签名。

