



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.49—94

钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-偶氮氯膦mA分光光度 法测定稀土总量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
Extraction separation-chlorophosphonazo mA spectrophotometric
method for the determination of the total rare earth content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-偶氮氯膦mA分光光度 法测定稀土总量

GB/T 223.49—94

代替 GB 223.49—85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
Extraction separation-chlorophosphonazo mA spectrophotometric
method for the determination of the total rare earth content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 PMBP-苯萃取分离-偶氮氯膦 mA 分光光度法测定稀土总量。

本标准适用于碳钢、合金钢、高温合金和精密合金中稀土总量的测定。测定范围：0.001 0%~0.20%。

2 方法提要

在 pH 为 2 左右时,用乙酰丙酮-三氯甲烷萃取分离铁。pH 为 5.5 时,在硫氰酸铵和磺基水杨酸存在下,用 PMBP-苯萃取稀土与其他共存元素分离。用稀盐酸反萃取。偶氮氯膦 mA 与稀土生成蓝色配合物,于分光光度计波长 670 nm 处测量其吸光度。

以一定量的草酸和 Zn-EDTA 存在下钪的发色曲线作为测定稀土总量的工作曲线。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+24)。

3.3 硝酸(ρ 1.42g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 氨水(1+2)。

3.6 乙酰丙酮-三氯甲烷混合液:二份乙酰丙酮与三份三氯甲烷混匀。

3.7 抗坏血酸溶液(10%)。用时现配。

3.8 硫氰酸铵溶液(60%):将 300 g 硫氰酸铵溶于水,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.9 磺基水杨酸溶液(60%):将 300 g 磺基水杨酸溶于少量水后,以氨水(3.4)中和至 pH5 左右,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.10 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH5.5):将 77 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)溶于 420 mL 水中,加入 11 mL 冰乙酸,混匀。

3.11 萃洗液:于 100 mL 硫氰酸铵溶液(3.8)中,加入 10 mL 磺基水杨酸溶液(3.9)、120 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(3.10)、270 mL 水,混匀。

3.12 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰-5-吡唑酮(PMBP)-苯溶液(0.5%):称取 2.5 g PMBP 溶于 500 mL 苯