

GB 7630—87

1 适应范围

本标准适用于大米、小麦中氧化稀土总量的测定。测定范围在0.05ppm以上。

2 方法原理

试样经灰化后,用PMBP——异戊醇+环己烷萃取分离钙、铁等干扰元素,然后在pH3.1的氯乙酸缓冲液介质中,稀土与三溴偶氮胂生成蓝紫色络合物,于分光光度计波长为635nm处测量其吸光度。

3 仪器

- 3.1 分光光度计。
- 3.2 酸度计。
- 3.3 石英皿 Φ 50~100mm。
- 3.4 天平1/10000g。

4 试剂及其配制

除注明者外,试剂均为分析纯,水为去离子水或蒸馏水。

- 4.1 硝酸(GB 626—78)；
- 4.2 盐酸(GB 622—77)；
 - 4.2.1 盐酸(6M)
 - 4.2.2 盐酸(1.2M)
 - 4.2.3 盐酸(0.1M)
- 4.3 过氧化氢(30%)
- 4.4 磺基水杨酸溶液: 60% (W/V)。
- 4.5 抗坏血酸
 - 4.5.1 抗坏血酸溶液: 2% (W/V)。
- 4.6 硫氰酸铵溶液: 60% (W/V)。
- 4.7 二甲基黄指示剂: 0.1%乙醇溶液(W/V)。
- 4.8 氨水
 - 4.8.1 氨水(7M)

4.8.2 氨水 (1M)

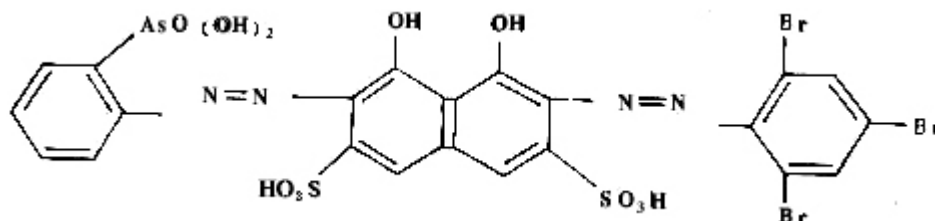
4.9 高氯酸 (GB 623—77)

4.10 冰乙酸 (GB 676—78)

4.11 甲基橙指示剂: 0.1% (W/V)。

4.12 三溴偶氮胂溶液: 0.02% (W/V)。

结构式为:



4.13 pH4.3缓冲溶液: 在1000mL容量瓶中, 加入28.5mL冰乙酸 (4.10), 10mL 氨水 (4.8), 800mL水, 在酸度计上调pH为4.3, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.14 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰-吡唑酮⁽⁵⁾ (PMBP)

4.15 环己烷

4.16 异戊醇 (HG 3—996—76)

4.17 萃取液: 3gPMBP溶解于800mL环己烷 (4.15) 中再加200mL异戊醇 (4.6) 摇匀。

4.18 洗涤液: 5mL磺基水杨酸 (4.4) 加50mL硫氰酸铵 (4.6), 60mL缓冲液 (4.13), 稀至300mL。

4.19 pH3.1缓冲液: 1M氯乙酸和1M氨水, 1+1混合, 在酸度计上调pH为3.1。

5 稀土标准溶液

5.1 包头混合稀土标准贮备液: 称取0.2000g包头混合稀土氧化物 (提纯方法见附录A) 置于200mL烧杯中, 加20mL盐酸 (4.2.1), 缓慢加热并逐次滴加总体积为1~2mL的过氧化氢 (4.3), 待溶液清亮后蒸发至2~3mL。加10mL盐酸 (4.2), 移入200mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此贮备液1mL含1mg氧化稀土。

5.2 包头混合稀土标准工作液: 移取贮备液10mL于200mL容量瓶中, 加4mL盐酸 (4.2), 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1mL含50 μ g氧化稀土。用时移取上述溶液2mL于100mL容量瓶中用水稀释至刻度, 摇匀。此工作液1mL含1 μ g氧化稀土 (可使用一周)。

6 测定准备

6.1 试样需全部通过60目筛。

6.2 试样需预先在50~60 $^{\circ}$ C烘6h, 置于干燥器中冷至室温, 充分混匀, 装入磨口瓶中备用。