

钢铁及合金化学分析方法  
萃取分离—偶氮氯膦  
mA 光度法测定铈量

UDC 669.14/.15  
:543.7

GB 223.33—84

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The chlorophosphonazo mA photometric method for the  
determination of cerium content after extraction separation

本标准适用于碳钢、合金钢、高温合金和精密合金中铈量的测定。测定范围：0.0010~0.200%。  
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

在7~8 N盐酸介质中，用甲基异丁基酮萃取分离铁。在pH5.5，用PMBP—苯萃取使稀土与其他共存元素分离。用PMBP—钒(V)螯合物的三氯甲烷溶液氧化铈(III)为铈(IV)，使铈与其他稀土分离。铈与偶氮氯膦mA生成蓝色络合物，测量其吸光度。

当有草酸和EDTA存在时，25ml显色液中可以允许存在100mg钼(VI)，120mg硼，15mg铁(III)，铬(III)、铝(III)，钨(VI)各4mg，锰(II)、锌、镁各3mg，镍(II)、钴(II)、锆各2mg，硅1.5mg，钒(V)、铜(II)各1mg，铈(V)、钽(V)各0.5mg，钛(IV)0.2mg，钙、铬(VI)各0.1mg，铵离子50mg，硝酸根、硫酸根和磷酸根离子各300mg，氟离子2.5mg。

### 2 试剂

- 2.1 盐酸(比重1.19)。
- 2.2 盐酸(2+1)。
- 2.3 盐酸(1+9)。
- 2.4 硝酸(比重1.42)。
- 2.5 高氯酸(比重1.67)。
- 2.6 氢氧化铵(比重0.90)。
- 2.7 氢氧化铵(1+1)。
- 2.8 氢氧化铵(1+9)。
- 2.9 甲基异丁基酮(MIBK)。
- 2.10 抗坏血酸溶液(10%)。用时配制。
- 2.11 盐酸—抗坏血酸反萃取液：称取2g抗坏血酸溶于98ml水中，加2ml盐酸(2.1)混匀。
- 2.12 草酸溶液(5%)
- 2.13 磺基水杨酸溶液(60%)：称取300g磺基水杨酸置于600ml烧杯中，加入50ml水，以氢氧化铵(2.6)溶解并中和至pH5左右，用水稀释至500ml，混匀。
- 2.14 硫氰酸铵溶液(60%)。
- 2.15 乙酸—乙酸铵缓冲溶液(pH5.5)：称取77g乙酸铵溶于500ml水中，加11ml冰乙酸，混匀。
- 2.16 二甲基黄乙醇溶液(0.2%)。

**2.17** 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰基-吡唑酮-[5] (PMBP)-苯溶液 (0.5%)：称取2.5g PMBP溶于500ml苯中。

**2.18** 萃洗液：移取100ml硫氰酸铵溶液 (2.14)，加10ml磺基水杨酸溶液 (2.13)和120ml乙酸-乙酸铵缓冲溶液 (2.15)，加270ml水，混匀。

**2.19** 钒溶液：称取1.15g偏钒酸铵溶于10ml盐酸 (2.2) 中，用水稀释至100ml，混匀。此溶液1ml含钒 (V) 5mg。

**2.20** PMBP-钒 (V) 螯合物溶液：移取10ml钒溶液 (2.19) 置于100ml分液漏斗中，加入10ml水、20ml PMBP-三氯甲烷溶液 (5%)，萃取2min，分层后，有机相贮于干燥的磨口滴瓶中，立即加入2ml无水乙醇，混匀。

**2.21** 稀土萃取液：称取12.5g-氯乙酸溶于水中，加5g无水乙酸钠和0.8ml盐酸 (2.1)，用水稀释至1000ml，混匀。

**2.22** 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液 (1%)。

**2.23** 偶氮氯膦mA溶液 (0.05%)。

**2.24** 铈标准溶液

**2.24.1** 称取0.1228g (经750℃灼烧30min，置于干燥器中冷却至室温的) 二氧化铈 (基准试剂)，置于烧杯中，加入30ml硝酸 (1+1)、2ml过氧化氢 (30%)，加热溶解，煮沸破坏过量的过氧化氢，冷至室温，移入200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.50mg铈。

**2.24.2** 移取10.00ml铈标准溶液 (2.24.1)，置于1000ml容量瓶中，加入5ml盐酸 (2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg铈。

### 3 分析步骤

#### 3.1 试样量

按表1称取试样量。

表 1

| 铈含量, %     | 试样量, g |
|------------|--------|
| 0.001~0.01 | 1.0000 |
| >0.01~0.04 | 0.5000 |
| >0.04~0.10 | 0.2000 |
| >0.10~0.20 | 0.1000 |

#### 3.2 空白试验

称取与试样同基体但不含铈的标样，随同试样做空白试验。

#### 3.3 测定

##### 3.3.1 钢铁及铁基合金试样

**3.3.1.1** 将试样置于150ml锥形瓶中，加入15~30ml (根据称样量而定) 适宜比例的盐酸 (2.1)、硝酸 (2.4) 混合酸，加入10ml高氯酸 (2.5)，加热溶解蒸发至冒高氯酸烟。取下冷却，加水溶解盐类，移入50ml容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。试液如浑浊，静置使沉淀下沉或干过滤。移取5.00ml试液，置于100ml分液漏斗中，加入8ml盐酸 (2.1)、10ml甲基异丁基酮 (2.9)。

**3.3.1.2** 振荡1min，静置分层后，将水相移入200ml烧杯中，有机相再用5ml盐酸 (2.2) 萃洗一次，合并水相。加1ml硝酸 (2.4)，加热蒸发至冒高氯酸烟，取下稍冷，用少量水吹洗杯壁，将溶液移入100ml分液漏斗中 (保持体积约15ml左右)。

**3.3.1.3** 加入1~2ml抗坏血酸溶液 (2.10)、5ml硫氰酸铵溶液 (2.14)、2ml磺基水杨酸溶