

钢铁及合金化学分析方法
萃取分离 - 偶氮氯膦
mA光度法测定稀土总量

UDC 669.14/.15
:543.42:546
.65
GB 223.49-85

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The extraction separation-chlorophosphonazo mA
photometric method for the determination of rare earth elements

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:0.0010~0.200%。
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PH 2左右,用乙酰丙酮-三氯甲烷萃取分离铁。调至PH5.5,在有硫氰酸铵和磺基水杨酸存在下用PMBP-苯萃取稀土与其它共存元素分离。用稀盐酸反萃取。偶氮氯膦mA与稀土生成蓝色络合物,于分光光度计波长670nm处测量其吸光度。

以一定量的草酸和Zn-EDTA存在下钆的显色曲线作为测定稀土总量的工作曲线。

2 试剂

- 2.1 盐酸(比重1.19)。
- 2.2 盐酸(1+24)。
- 2.3 硝酸(比重1.42)。
- 2.4 氢氧化铵(比重0.90)。
- 2.5 氢氧化铵(1+2)。
- 2.6 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。
- 2.7 抗坏血酸溶液(10%)。用时配制。
- 2.8 硫氰酸铵溶液(60%):将300g硫氰酸铵溶于水,用水稀释至500ml,混匀。
- 2.9 磺基水杨酸溶液(60%):将300g磺基水杨酸溶于少量水后,以氢氧化铵(2.4)中和至PH 5左右,用水稀释至500ml,混匀。
- 2.10 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(PH5.5):77g乙酸铵溶于420ml水中,加入11ml冰乙酸,混匀。
- 2.11 萃洗液:于100ml硫氰酸铵溶液(2.8)中,加入10ml磺基水杨酸溶液(2.9)、120ml乙酸-乙酸铵缓冲溶液(2.10)、270ml水,混匀。
- 2.12 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰-5-吡唑酮(PMBP)-苯溶液(0.5%):称取2.5gPMBP溶于500ml苯中,混匀。
- 2.13 PMBP-苯溶液(1%):称取5gPMBP溶于500ml苯中,混匀。
- 2.14 PMBP-苯溶液(2%):称取10gPMBP溶于500ml苯中,混匀。
- 2.15 草酸溶液(2.5%)。
- 2.16 Zn-EDTA溶液:14.7g乙酸锌和25g乙二胺四乙酸二钠(EDTA),用水溶解并稀释至1000ml,混匀。
- 2.17 偶氮氯膦mA溶液(0.02%)。

2.18 钆标准溶液:

2.18.1 称取0.1154g预先在750℃灼烧20min并在干燥器中冷却至室温的高纯氧化钆,置于100ml烧杯中,加入40ml盐酸(1+1),加热使之完全溶解,冷却,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.10mg钆。

2.18.2 移取10.00ml钆标准溶液(2.18.1),置于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.01mg钆。

2.18.3 移取10.00ml钆标准溶液(2.18.2),置于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含0.001mg钆。

3 分析步骤**3.1 试样量**

按表1称取试样。

表1

稀土量, %	试样量, g
0.001~0.01	1.000
>0.01~0.02	0.5000
>0.02~0.05	0.2000
>0.05~0.20	0.1000

3.2 空白试验

随同试样做空白试验。

3.3 测定**3.3.1 钢铁、铁基及铁镍基合金试样**

3.3.1.1 将试样(3.1)置于100ml烧杯中,加入10~30ml(根据试样量而定)适宜比例的盐酸(2.1)、硝酸(2.3)混合酸,加热溶解,蒸发至约3ml,加入50ml水,加热煮沸2min,移入100ml容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。如有沉淀,干过滤。

3.3.1.2 移取10.00ml溶液,置于50ml分液漏斗中(稀土含量为0.10~0.20%时,移取5.00ml,并省去以下除铁步骤)。用氢氧化铵(2.5)调节至PH2左右(用精密PH试纸检查,为减少试液的损失可将试纸剪成小片),此时大量氢氧化铁沉淀生成,用10ml乙酰丙酮-三氯甲烷(2.6)振荡1min,沉淀消失,铁被萃取到有机相中,分层后弃去有机相。如试液还呈深红色,再以氢氧化铵(2.5)调节至PH2左右,用10ml乙酰丙酮-三氯甲烷(2.6)再萃取一次,分层后弃去有机相。

3.3.1.3 加入2ml抗坏血酸溶液(2.7),混匀,放置5min。加入5ml硫氰酸铵溶液(2.8)、2ml磺基水杨酸溶液(2.9),用氢氧化铵(2.5)调节至PH3~4(用精密PH试纸检查),加入5ml缓冲溶液(2.10),混匀,加入15mlPMBP-苯溶液(2.12)[稀土含量为0.10~0.20%移取5.00ml试液又不除铁时用PMBP-苯溶液(2.13);稀土含量为0.05~0.10%移取10.00ml试液又不除铁时用PMBP-苯溶液(2.14)],振荡1min,静置分层后,弃去水相。有机相每次用5ml萃洗液(2.11)萃洗两次,每次振荡10s,静置分层后弃去水相,再用4~5ml水冲洗分液漏斗壁2次,弃去水相。

3.3.1.4 向有机相中加入5ml盐酸(2.2),振荡0.5min,静置分层后,将水相放入25ml容量瓶中,用4~5ml水冲洗分液漏斗壁2次,水相合并于25ml容量瓶中。