

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 575.14—2007
代替 YS/T 575.14—2006

铝土矿石化学分析方法 第 14 部分：稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法

Methods for chemical analysis of bauxite—
Part 14: Determination the total content of rare earth oxide—
Tribromo-arsenazo photometric method

2007-11-14 发布

2008-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 575—2007《铝土矿石化学分析方法》是对 YS/T 575—2006(原 GB/T 3257—1999)的修订,共有 24 部分:

- 第 1 部分:氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法
- 第 2 部分:二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法
- 第 3 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法
- 第 4 部分:三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第 5 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法
- 第 6 部分:二氧化钛含量的测定 二安替吡啉甲烷光度法
- 第 7 部分:氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分:氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分:氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分:氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分:三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分:五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法
- 第 13 部分:锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 14 部分:稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法
- 第 15 部分:三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法
- 第 16 部分:五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法
- 第 17 部分:硫含量的测定 燃烧-碘量法
- 第 18 部分:总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法
- 第 19 部分:烧减量的测定 重量法
- 第 20 部分:预先干燥试样的制备
- 第 21 部分:有机碳含量的测定 滴定法
- 第 22 部分:分析样品中湿存水含量的测定 重量法
- 第 23 部分:化学成分含量的测定 X 射线荧光光谱法
- 第 24 部分:碳和硫含量的测定 红外吸收法

本部分为第 14 部分。

本部分代替 YS/T 575.14—2006(原 GB/T 3257.15—1999)。

本部分是对 YS/T 575.14—2006 的修订,与 YS/T 575.14—2006 相比,主要变化如下:

- 将试样的干燥温度统一为 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- 增加了精密度。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司河南分公司起草。

本部分主要起草人:梁倩、任联营、李春潮、黄健、王书勤、白文静。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 575.14—2006(原 GB/T 3257.15—1999)。

铝土矿石化学分析方法

第 14 部分：稀土氧化物总量的测定

三溴偶氮胂光度法

1 范围

本部分规定了铝土矿石中稀土氧化物总量的测定方法。

本部分适用于铝土矿石中稀土氧化物总量的测定,测定范围:0.020%~0.300%。

2 方法原理

试料用氢氧化钠熔融,熔体用少量热水浸取,并用盐酸酸化;再用氢氧化钠溶液调至 pH 为 2~2.5,在磺基水杨酸和过氧化氢存在下,用 EDTA 络合三价铁,加入一定量盐酸-乙酸钠缓冲溶液、三溴偶氮胂溶液,分别在波长 639 nm、621 nm、652 nm 处测吸光度。

3 试剂

3.1 氢氧化钠,优级纯。

3.2 高氯酸,优级纯。

3.3 过氧化氢。

3.4 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 混合指示剂:按甲酚红和百里酚蓝 1:1 配制。

甲酚红,1 g/L 的乙醇(1+1)溶液;百里酚蓝,1 g/L 的乙醇(1+4)溶液。

3.7 磺基水杨酸(40 g/L):称 20.0 g 磺基水杨酸、4.50 g 氢氧化钠于 300 mL 烧杯中,用少量水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。其 pH 为 2~2.5。

3.8 二水合乙二胺四乙酸(EDTA)溶液(0.02 mol/L)。

3.9 盐酸-乙酸钠(0.5 mol/L)缓冲溶液:称取 34.02 g $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 于 300 mL 烧杯中,用适量水溶解,用盐酸调至 pH 为 2~2.5,用水定容于 500 mL 容量瓶中。

3.10 三溴偶氮胂溶液(0.5 g/L)。

3.11 基体溶液:称取 3.12 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、0.2 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、12.0 g 氢氧化钠(3.1)于 250 mL 烧杯中,加入 60 mL 0.5 mg/mL 硫酸钛标准溶液(1.11 mol/L),用少量水溶解,加入 70 mL 盐酸(3.5),并移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.66 mg 三氧化二铝、0.03 mg 二氧化钛、0.06 mg 三氧化二铁。

3.12 单一稀土氧化物标准溶液:

3.12.1 准确称取 0.100 0 g 于 120℃ 已烘干过的各单一稀土氧化物(99.99% La_2O_3 、 Nd_2O_3 、 Gd_2O_3 、 Y_2O_3 等)于一组 100 mL 烧杯中,分别加 80 mL 盐酸(3.5),低温加热溶解,冷却至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 各单一稀土氧化物。

3.12.2 准确称取 0.100 0 g 于 120℃ 已烘干过的二氧化铈(99.99% CeO_2)于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 高氯酸(3.2),低温加热溶解,冷却至室温后,加 80 mL 盐酸(3.5),再移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 二氧化铈。

3.13 稀土氧化物总量标准贮存溶液: