



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3257.15—1999

---

## 铝土矿石化学分析方法 三溴偶氮胂光度法测定 稀土氧化物总量

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

1999-08-30 发布

2000-04-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准按 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》和 GB/T 1.4—1988《标准化工作导则 化学分析方法编写规定》编写。

本标准修订的主要内容有：将原 GB/T 3257.15—1982 中的刚玉坩埚熔样改为银坩埚熔样；将原 GB/T 3257.15—1982 中的分离、萃取后再测定改为直接测定，即：由偶氮胂Ⅲ-萃取光度法测定稀土氧化物总量改为三溴偶氮胂光度法直接测定稀土氧化物总量。

本标准自生效之日起，同时代替 GB/T 3257.15—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所和郑州轻金属研究院负责起草。

本标准由中国长城铝业公司研究所起草。

本标准主要起草人：任联营、李春潮、王新亮、严丽华。

# 中华人民共和国国家标准

## 铝土矿石化学分析方法 三溴偶氮胂光度法测定 稀土氧化物总量

GB/T 3257.15—1999

代替 GB/T 3257.15—1982

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

### 1 范围

本标准规定了铝土矿石中稀土氧化物总量的测定方法。

本标准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 方法提要

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 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 高氯酸(优级纯)。

3.5 混合指示剂:按甲酚红和百里酚蓝 1:1 配制。

其中:①甲酚红,1 g/L 的乙醇(1+1)溶液;

②百里酚蓝,1 g/L 的乙醇(1+4)溶液。

3.6 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。

3.7 过氧化氢。

3.8 二水合乙二胺四乙酸钠(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( $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.11 \text{ mol/L}$ ),用少量水溶解,加入 70 mL 盐酸(3.3),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、