



中华人民共和国国家标准

GB/T 16478.1~16478.11—1996

硝酸钍化学分析方法

Methods for chemical analysis of thorium nitrate

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

目 次

GB/T 16478.1—1996	硝酸钪化学分析方法	水溶解试验	1
GB/T 16478.2—1996	硝酸钪化学分析方法	钪量的测定	2
GB/T 16478.3—1996	硝酸钪化学分析方法	硫量的测定	5
GB/T 16478.4—1996	硝酸钪化学分析方法	磷量的测定	8
GB/T 16478.5—1996	硝酸钪化学分析方法	氯量的测定	11
GB/T 16478.6—1996	硝酸钪化学分析方法	铁量的测定	13
GB/T 16478.7—1996	硝酸钪化学分析方法	钛量的测定	15
GB/T 16478.8—1996	硝酸钪化学分析方法	硅量的测定	18
GB/T 16478.9—1996	硝酸钪化学分析方法	铀量的测定	21
GB/T 16478.10—1996	硝酸钪化学分析方法	稀土总量的测定	24
GB/T 16478.11—1996	硝酸钪化学分析方法	铅量的测定	27

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 水溶解试验

Methods for chemical analysis of thorium nitrate
—Insoluble substance in water

GB/T 16478.1—1996

代替 YB 1502—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中水溶解试验测定方法。

本标准适用于硝酸钍中水溶解试验方法。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用水溶解,用目视法观察溶解液。

4 分析步骤

4.1 试料

称取 20 g 试料,精确至 0.01 g。

4.2 测定

将试料(4.1)置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,盖上表面皿,加热至微沸,待试料溶解完全,取下冷却。于光线明亮处目视观察溶液清晰无混浊、悬浮物为水溶解试验合格。

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人周腊钦、李敬三、姜关祥、陆世鑫。

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 钍量的测定

GB/T 16478.2—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate
—Determination of thorium content

代替 YB 1502—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中钍含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中钍含量的测定。测定范围:45.0%~50.0%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用水溶解,在 pH1.6~2.0 条件下,以二甲酚橙、次甲基蓝作混合指示剂,用乙二胺四乙酸(EDTA)标准溶液滴定钍量。

4 试剂

4.1 氨水(2 mol/L)。

4.2 盐酸-氯化钾缓冲溶液(pH1.6):移取 35 mL 氯化钾溶液(0.2 mol/L),加入 29.9 mL 盐酸(0.1 mol/L),用水稀释至 100 mL,混匀。用 pH0.5~5.0 精密试纸测定,此溶液 pH 应为 1.6。

4.3 钍标准溶液

4.3.1 配制:称取 10.00 g 经 700℃灼烧 1 h 的优级纯二氧化钍(或 20 g 左右优级纯硝酸钍)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶解,再加入 0.10 g 氟化钠助溶(硝酸钍只需以水溶解),待完全溶解后,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

4.3.2 标定:移取 10.00 mL 溶液(4.3.1)于 250 mL 烧杯中,用盐酸(1.5 mol/L)调节酸度,稀释至 100 mL,小心加热至沸,慢慢注入 80 mL 煮沸的草酸溶液(100 g/L),不断搅拌,煮沸 1 min 后取下,静置 4 h。以中速定量滤纸过滤,以草酸溶液(10 g/L)洗涤沉淀 7~8 次。将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中,灰化,于 800℃灼烧至恒重。

按公式(1)计算钍标准溶液的实际浓度:

$$c_0 = \frac{m_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c_0 ——钍标准溶液(4.3.1)实际浓度,mg/mL;

V_0 ——分取钍标准溶液的体积,mL;

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

m_0 ——二氧化钍的质量,mg。

4.4 乙二胺四乙酸(EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.0200\text{ mol/L}$]。

4.4.1 配制:称取 75.00 g 乙二胺四乙酸(EDTA)于 400 mL 烧杯中,以水加热溶解,冷却后移入 10 000 mL 下口瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 标定:移取 20.00 mL 钍标准溶液(4.3.1)于 300 mL 锥形瓶中,加 30 mL 水,以氨水(4.1)调至 pH1.6~2.0,加入 10 mL 缓冲液(4.2),加 1 滴次甲基蓝指示剂(4.6)、2 滴二甲酚橙指示剂(4.5),用 EDTA 标准滴定溶液(4.4)滴定至溶液呈亮绿色即为终点。平行标定 3 份,所消耗 EDTA 标准滴定溶液(4.4)体积的极差值不应超过 0.10 mL,取其平均值。

按公式(2)计算 EDTA 标准滴定液(4.4)的实际摩尔浓度:

$$c(\text{EDTA}) = \frac{c_0 \times V_1}{M \times V_2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: $c(\text{EDTA})$ ——标准滴定溶液(4.4)的实际摩尔浓度, mol/L;

c_0 ——每毫升钍标准溶液所含钍的质量, mg/mL;

M ——二氧化钍的摩尔质量, g/mol;

V_1 ——移取钍标准溶液(4.3)的体积, mL;

V_2 ——滴定钍所消耗 EDTA 标准滴定溶液(4.4)的体积, mL。

4.5 二甲酚橙指示剂(2.5 g/L)。

4.6 次甲基蓝指示剂(1 g/L)。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水,加热至试料完全溶解,取下,冷却至室温。移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 移取 5.00 mL 试液(5.3.1)于 300 mL 锥形瓶中,加 30 mL 水,以氨水(4.1)调至 pH1.6~2.0 (以精密试纸测试)。

5.3.3 加入 10 mL 盐酸-氯化钾缓冲液(4.2),加 2 滴二甲酚橙指示剂(4.5)、1 滴次甲基蓝指示剂(4.6),使溶液呈紫红色为佳,以 EDTA 标准滴定溶液(4.4)滴至溶液呈亮绿色即为终点。

6 分析结果的计算与表述

按公式(3)计算二氧化钍的百分含量:

$$\text{ThO}_2(\%) = \frac{M \cdot V \cdot c \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液(4.4)的摩尔浓度, mol/L;

M ——二氧化钍的摩尔质量, g/mol;

V ——滴定试液消耗 EDTA 标准滴定液(4.4)的体积, mL;

V_1 ——试液总体积, mL;

V_2 ——分取试液的体积, mL;

m ——试料的质量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
钍 含 量	允 许 差	
45.0~50.0	0.30	

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人周腊钦、李敬三、姜关祥、陆世鑫。

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 硫量的测定

GB/T 16478.3—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate

代替 YB 1502—77

—Determination of sulphate content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中硫含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中硫含量的测定。测定范围:0.01%~0.10%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

采用强酸性阳离子交换树脂,控制酸度 pH 为 1.5,在此条件下使钍与硫酸根离子分离,加少量碳酸钠于淋出液中,蒸干,驱尽硝酸根,残渣溶解后用氯化钡与硫酸根生成硫酸钡沉淀,选用乙醇-甘油作稳定剂,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

4 试剂与材料

4.1 氯化钡(固体),0.83~0.42 mm。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸(1 mol/L)。

4.4 碳酸钠溶液(0.1 mol/L)。

4.5 硫酸根标准贮存液:准确称取 1.478 6 g 经 105℃ 烘过 1 h 的无水硫酸钠(优级纯)于 100 mL 烧杯中,以水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg SO_4^{2-} 。

4.6 硫酸根标准溶液:移取 10.00 mL 硫酸根标准贮存液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg SO_4^{2-} 。

4.7 甘油-乙醇混合液(1+2):取 100 mL 甘油、20 mL 无水乙醇混匀。

4.8 强酸性阳离子树脂:国产 732 型(上海树脂厂)。

4.8.1 树脂处理:新树脂,先用水洗去浮粒,再用盐酸(5 mol/L)浸泡过夜,洗涤,直至浸泡液不再显黄色为止,再以水洗至淋出液中无硫酸根为止(以本方法检验)。

4.8.2 离子交换柱的制备:用 50 mL 酸式滴定管,截断,取下部长约 20 cm,以酒精喷灯烘圆毛口即可。

4.8.3 装柱:取 10 mL 树脂,注入管内,以 20 mL pH 为 1.5 的盐酸淋洗一次备用。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水,加热溶解至清亮,取下,冷至室温。移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 移取 10.00 mL 溶液(6.3.1)于 50 mL 烧杯中,以盐酸(4.2)调至 pH 约 1.5,小心注入已处理好的离子交换柱中(4.8.3),以 1 mL/min 流速通过树脂。再以 pH 为 1.5 的盐酸淋洗树脂,流速为 2 mL/min,流出液收集于 100 mL 烧杯中,待总体积至 50 mL,取下。

6.3.3 加入 0.2 mL 碳酸钠溶液(4.4),低温蒸干,取下冷却,加入 1 mL 盐酸(4.3),以水洗入 25 mL 比色管中,稀释至 10 mL。

6.3.4 加入 4 mL 甘油-乙醇混合液(4.7),摇匀,加入 50 mg 氯化钡(4.1),均匀摇动,溶解后用水稀释至刻度。

6.3.5 将部分溶液(6.3.4)移入 3 cm 比色皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测其吸光度。从工作曲线上查出硫酸根量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 硫酸根标准溶液(4.6),分别置于 6 个 25 mL 比色管中,各加入 1 mL 盐酸(4.3),以水稀释至 10 mL,以下步骤按 6.3.4 条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入 3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 420 nm 处测其吸光度,以硫酸根量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算硫酸根的百分含量:

$$\text{SO}_4^{2-}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查出的硫酸根量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
硫酸根含量	允 许 差	
0.010~0.070	0.001	
>0.070~0.100	0.002	

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人周腊钦、李敬三、姜关祥、陆世鑫。

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 磷量的测定

GB/T 16478.4—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate
—Determination of phosphorus content

代替 YB 1502—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中磷含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中磷含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.010%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料在硝酸介质中,用无水硫酸钠络合掩蔽钍的干扰,磷与钼酸铵生成磷钼杂多酸,以甲基异丁基酮将其萃入有机相中,以氯化亚锡还原成磷钼蓝后,于分光光度计波长 640 nm 处测其吸光度。

4 试剂

4.1 无水硫酸钠,优级纯。

4.2 硝酸 (2.25 mol/L)。

4.3 硫酸 (1+17)。

4.4 氯化亚锡盐酸溶液(120 g/L):称取 12 g 氯化亚锡溶于 100 mL 浓盐酸中。

4.5 氯化亚锡盐酸溶液(20 g/L):将氯化亚锡盐酸溶液(4.4)以水稀释 6 倍。用时现配。

4.6 磷酸根标准贮存溶液:称取 0.143 3 g 经 105℃烘 2 h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)于 100 mL 烧杯中,以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg PO_4^{3-} 。

4.7 磷酸根标准溶液:移取 10.00 mL 磷酸根标准贮存液(4.6)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg PO_4^{3-} 。

4.8 钼酸铵溶液(100 g/L)。

4.9 甲基异丁基酮。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

称取 20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 30 mL 水,加热至试料完全溶解,取下,冷至室温。移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 移取 10.00 mL 溶液(6.3.1)于 60 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 硝酸(4.2),加入 2 g 无水硫酸钠(4.1),摇动,使其溶解。

6.3.3 加入 2.5 mL 钼酸铵溶液(4.8),5 min 后加入 6 mL 甲基异丁基酮(4.9),剧烈振荡 1 min。静置分层后弃去水相,加入 5 mL 硫酸(4.3)洗涤有机相,振荡 0.5 min 后弃去水相。于有机相中加入 4 mL 氯化亚锡盐酸溶液(4.5),剧烈振荡 1 min,静置分层后弃去水相。

6.3.4 将部分有机相(6.3.3)移入 1 cm 比色皿中,以随同试料的空白溶液作参比,于分光光度计波长 640 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得磷酸根量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0,0.50,1.00,3.00,5.00,7.00,10.00 mL 磷酸根标准溶液(4.7),分别置于 7 个 60 mL 分液漏斗中,各加入 10 mL 硝酸(4.2),以水稀至 20 mL,加入 2 g 无水硫酸钠(4.1),以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入 1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 640 nm 处测其吸光度。以磷酸根量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算磷酸根的百分含量:

$$\text{PO}_4^{3-}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查出的磷酸根量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
磷酸根含量	允许差	
0.000 1~0.000 5	0.000 1	
>0.000 5~0.002 0	0.000 2	
>0.002 0~0.005 0	0.000 4	
>0.005 0~0.010 0	0.000 8	

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人周腊钦、李敬三、姜关祥、陆世鑫。

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 氯量的测定

GB/T 16478.5—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate
—Determination of chlorine content

代替 YB 1502—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中氯含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中氯含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.010%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料在硝酸介质中,氯根与硫氰酸汞反应生成稳定的氯化汞络合物而游离出硫氰酸根并使之与三价铁反应生成红色络合物,于分光光度计波长 460 nm 处测其吸光度。

4 试剂

4.1 硫氰酸汞饱和溶液:称取 0.35 g 硫氰酸汞溶解于 100 mL 无水乙醇中。

4.2 硝酸铁溶液(150 g/L):称取 30 g 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 加入 68 mL 浓硝酸,加水溶解,稀释至 200 mL。

4.3 氯根标准贮存溶液:称取 0.164 6 g 经 500℃烘 1 h 的氯化钠(优级纯)于 100 mL 烧杯中,以水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100 μg Cl^- 。

4.4 氯根标准溶液:移取 10.00 mL 氯根标准贮存溶液(4.3)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg Cl^- 。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

6.3 测定

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

6.3.1 将试料(6.1)置于100 mL烧杯中,加30 mL水,加热至试料溶解清亮,冷至室温。移入200 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 移取10.00 mL试液(6.3.1)于25 mL比色管中,加入2 mL硫氰酸汞溶液(4.1),2 mL硝酸铁溶液(4.2),摇匀,以水稀释至刻度,放置15 min。

6.3.3 移取部分溶液(6.3.2)于3 cm比色皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的氯含量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL氯根标准溶液(4.4)分别置于6个25 mL比色管中。以下按6.3.2条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入3 cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。以氯根量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算氯根的百分含量:

$$\text{Cl}^- (\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的氯根量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
氯根含量	允许差	
0.000 1~0.000 8	0.000 2	
>0.000 8~0.005 0	0.000 6	
>0.005 0~0.010 0	0.000 8	

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人周腊钦、李敬三、姜关祥、陆世鑫。

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 铁量的测定

GB/T 16478.6—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate
—Determination of iron content

代替 YB 1502—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中铁含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中铁含量的测定。测定范围:0.000 05%~0.001 0%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料在酸性介质中,铁(Ⅲ)与硫氰酸盐及邻菲罗啉生成稳定的三元络合物,以甲基异丁基酮萃取,于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 柠檬酸溶液(500 g/L)。

4.2 硫氰酸钾溶液(50 g/L)。

4.3 邻菲罗啉乙醇溶液(2.5 g/L)。

4.4 硝酸(4 mol/L)。

4.5 铁标准贮存溶液:称取 0.015 09 g 硫酸高铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,用 10 mL 浓硝酸溶解,移入 250 mL 容量瓶中并稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100 μg Fe_2O_3 。

4.6 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(4.5)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg Fe_2O_3 。

4.7 甲基异丁基酮。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

6.2 空白试验

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

随同试料作空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于100 mL烧杯中,加30 mL水,加热溶解至清亮,取下,冷却至室温,移入200 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 移取10.00 mL溶液(6.3.1)于60 mL分液漏斗中,加入5 mL柠檬酸溶液(4.1),摇匀。再依次加入2 mL硫氰酸钾溶液(4.2),1 mL邻菲罗啉溶液(4.3),用水稀释至25 mL,混匀。

6.3.3 加入5 mL甲基异丁基酮(4.7),振荡1 min。静置分层,弃去水相。

6.3.4 将部分有机相(6.3.3)移入1 cm比色皿中,以随同试料的空白溶液作参比,于分光光度计波长525 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应铁量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0,0.50,1.00,2.00,4.00,6.00 mL铁标准溶液(4.6)分别置于6个60 mL分液漏斗中,各加入1 mL硝酸(4.4),5 mL柠檬酸溶液(4.1),摇匀,再依次加入2 mL硫氰酸钾(4.2)、1 mL邻菲罗啉溶液(4.3),用水稀释至25 mL,摇匀。以下按6.3.3条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入1 cm比色皿中,以试剂空白溶液作参比,于分光光度计波长525 nm处测其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算三氧化二铁的百分含量:

$$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铁量, μg ;

m_0 ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

%

铁 含 量	允 许 差
0.000 05~0.000 10	0.000 05
>0.000 1~0.000 5	0.000 1
>0.000 5~0.001 0	0.000 2

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准由湖南桃江稀土金属冶炼厂、上海跃龙有色金属有限公司起草。

本标准主要起草人周腊钦、李敬三、姜关祥、陆世鑫。

中华人民共和国国家标准

硝酸钍化学分析方法 钛量的测定

GB/T 16478.7—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate
—Determination of titanium content

代替 YB 1502—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中钛含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中钛含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.050%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料在酸性介质中,用 TBP-CCl₄ 萃取分离以消除钍的干扰,三价铁、铀酰的干扰,加抗坏血酸掩蔽。钛与二安替比啉甲烷(DAPM)生成黄色络合物,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 磷酸三丁脂(TBP)-四氯化碳(CCl₄)萃取溶液:取 60 mL TBP 加入 40 mL CCl₄,混匀。

4.4 抗坏血酸溶液(100 g/L),用时现配。

4.5 二安替比啉甲烷(DAPM)溶液(20 g/L):称取 2 g DAPM 溶于 100 mL 盐酸(1 mol/L)中,用时现配。

4.6 钛标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 二氧化钛于刚玉坩埚中,加 2 g 焦硫酸钾,在酒精喷灯上熔融至透明,保持 5 min,冷却后用硫酸(1 mol/L)浸出,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 100 μ g 二氧化钛。

4.7 钛标准溶液:称取 10.00 mL 钛标准贮存溶液(4.6)于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 二氧化钛。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施