



中华人民共和国国家标准

GB/T 17863—2008
代替 GB/T 17863—1999

钍矿石中钍的测定

Determination of thorium in thorium ores

2008-07-02 发布

2009-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

钽矿石中钽的测定

GB/T 17863—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字

2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号:155066·1-33700 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 17863-2008

前 言

本标准代替 GB/T 17863—1999《钍矿石中钍的测定 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法》。

本标准与 GB/T 17863—1999 相比主要变化如下：

——在 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法主要技术内容不变的情况下，将 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法的测定范围由 0.02%~ $n\%$ ($1 < n < 10$) 改为 0.1%~10%，并对文字表述及结果计算进行了修改。

——对钍含量在 0.02%~0.2% 的样品，增加了 N₂₆₃萃取色层分离偶氮胂Ⅲ分光光度法。

本标准由中国核工业集团公司提出。

本标准由全国核能标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：核工业北京地质研究院。

本标准主要起草人：裴玲云。

本标准所代替的标准历次版本发布情况为：

——GB/T 17863—1999。

钍矿石中钍的测定

1 范围

本标准规定了钍矿石中钍的 N_{263} 分离 EDTA 滴定法和 N_{263} 分离偶氮胂Ⅲ分光光度法的测定原理、步骤、试剂和仪器、结果计算和方法的精密度。

N_{263} 分离 EDTA 滴定法适用于花岗岩、火山岩、碱性岩类型钍矿石中钍含量的测定,也适用于氧化钍等钍化合物中钍含量的测定。测定范围 0.1%~10%。小于或等于 20 mg 镭(Ⅱ)、20 mg 钍(Ⅳ)、100 mg 镧(Ⅲ)、100 mg 铈(Ⅳ)、25 mg 镨(Ⅲ)、20 mg 钆(Ⅲ)、40 mg 铀(VI)、20 mg 铈(Ⅱ)、100 mg 镁(Ⅱ)、200 mg 钙(Ⅱ)、200 mg 铁(Ⅲ)、52 mg 钽(Ⅲ)、55 mg 钡(Ⅱ)、100 mg 铝(Ⅲ)不干扰测定。

N_{263} 分离偶氮胂Ⅲ分光光度法适用于花岗岩、火山岩、碱性岩类型钍矿石中钍含量的测定。测定范围 0.02%~0.2%。小于或等于 200 mg 的铀(VI)、铁(Ⅲ)、100 mg 的钽(Ⅲ)、钍(Ⅳ)、钙(Ⅱ)、镁(Ⅱ)、铝(Ⅲ)、铈(Ⅱ)、铜(Ⅱ)、50 mg 的镧(Ⅲ)、铈(Ⅳ)、镨(Ⅲ)、钆(Ⅲ)、20 mg 的钒(V)不干扰测定。

2 N_{263} 分离 EDTA 滴定法

2.1 方法提要

试样用过氧化钠高温熔融分解,提取时加入适量的三氯化铁载体(遇杂质或磷酸盐多的试样改用三乙醇胺和 EDTA 进行粗分离),试液通过 N_{263} 萃取色谱柱分离,除去绝大部分对钍测定干扰的元素。在 pH1.65~1.70 的酸性溶液中,EDTA 与钍的络合比为 1+1。用显示滴定终点突跃明显的二甲酚橙-半二甲酚橙-萘酚绿 B 三元复合指示剂,以 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红或鲜桃红变成亮黄绿色为终点。

2.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水。

2.2.1 过氧化钠。

2.2.2 三氯化铁溶液,150 g/L。

2.2.3 三乙醇胺溶液,1+1。

2.2.4 EDTA 溶液,50 g/L。

2.2.5 盐酸溶液,1+1。

2.2.6 氢氧化钠溶液,10 g/L。

2.2.7 硝酸-酒石酸溶液

将 2 g 酒石酸溶解于水中,加入 30 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 100 mL。

2.2.8 硝酸溶液

在 100 mL 容量瓶中加入 15 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 100 mL。

2.2.9 硝酸-酒石酸溶液

将 2 g 酒石酸溶解于水中,加入 15 mL 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$),用水稀释至 100 mL。

2.2.10 盐酸溶液,1+3。

2.2.11 N_{263} (氯化甲基三烷基胺)。

2.2.12 汽油 200 号。

2.2.13 第二辛醇。

2.2.14 无水乙醇。

2.2.15 玻璃纤维,用盐酸(2.2.10)煮沸 0.5 h,用水洗净备用。

2.2.16 N_{263} 萃取色谱柱2.2.16.1 DA_{201} 大孔吸附树脂(二乙烯苯-丙烯腈共聚物)

取 0.177 mm~0.250 mm 颗粒。使用前需预处理:用无水乙醇(2.2.14)浸泡 DA_{201} 吸附树脂后,装入一大交换柱(2.3.5)中,下垫适量玻璃纤维(2.2.15),用无水乙醇(2.2.14)淋洗除去残存的引发剂,洗至用表面皿收集 5~6 滴流出液,加 1 滴水无浑浊出现为止。沥干树脂后放入瓷盘中凉干,置于烘箱中于 80℃ 恒温至无乙醇味,备用。

2.2.16.2 N_{263} 萃取色谱柱的制备

取若干规格一致的色谱柱(2.3.6),将预先用水浸泡的填充料[称取 30 g N_{263} (2.2.11)于 500 mL 干烧杯中,加汽油(2.2.12)45 g,加三滴第二辛醇(2.2.13),用玻璃棒充分搅匀后加 30 g DA_{201} 大孔吸附树脂(2.2.16.1)后,迅速充分搅匀,使其均匀吸附。盖上表面皿放置(10~15)min 后再搅拌。放置(4~5)h 至呈沙粒状后]用盐酸(2.2.10)浸泡 2 h,用湿法装入柱底垫有适量玻璃纤维(2.2.15)的色层柱使无气泡,柱上面再用适量玻璃纤维(2.2.15)盖一层。控制流速为(1.3~1.5)mL/min。使用前,用 20 mL 硝酸(3.8)平衡色谱柱。

2.2.17 氯化钾-盐酸缓冲液

称取 0.372 8 g 氯化钾,加 9 mL 盐酸(2.2.10),用水稀释至 1 L,用盐酸(3.5)和氨水(3.19)调至 pH1.65~1.70。

2.2.18 尿素溶液,200 g/L。

2.2.19 氨水溶液,1+1。

2.2.20 二甲酚橙,5 g/L。

2.2.21 半二甲酚橙溶液,2 g/L。

2.2.22 蔡酚绿 B 溶液,2 g/L。

2.2.23 标准 EDTA 滴定液

分别称取 0.121 0 g、0.232 7 g、3.722 6 g 的基准 EDTA 标准物质(GBW06102,络合量值 99.979%)于 150 mL 烧杯中,用二次蒸馏水溶解后转入 500 mL 容量瓶中,用二次蒸馏水稀释至标线,摇匀。这些 EDTA 标准滴定溶液每毫升分别可滴定 0.032 5 mg Th、0.062 5 mg Th、1.000 mg Th。

不同钍含量应配制相应浓度的 EDTA 滴定液,使标准 EDTA 滴定液消耗的体积,尽量是滴定管最大容量的 80%~90%。

2.2.24 钍标准溶液

2.2.24.1 按以下步骤配制:称取一定量的硝酸钍[$Th(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$]于烧杯中,加 200 mL 盐酸(2.2.10),溶解后转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。根据不同要求,配制成钍含量为(0.1~10)mg/mL 的钍标准溶液。

2.2.24.2 按以下方法标定:准确移取 5 份以上相应浓度的钍标准溶液于 50 mL 高腰烧杯中,用 10 mL 氯化钾-盐酸缓冲液(2.2.17)洗烧杯内壁,加 1 mL 尿素溶液(2.2.18)按测定步骤进行滴定,所得结果的极差小于 3%~5%,以算术平均值为标定值。

2.3 仪器设备

2.3.1 酸度计,分度值为 0.01 pH。

2.3.2 分析天平,分度值为 0.000 1 g。

2.3.3 电磁搅拌器。

2.3.4 调压电炉,(0~220)V 调压器串联 1 000 W 电炉。

2.3.5 玻璃交换柱,(35~40)mm×400 mm,下端带活塞。

2.3.6 玻璃色谱柱,(7~8)mm×(70~80)mm。

2.3.7 微量滴定管,5 mL、10 mL,一级,分度值为 0.01 mL。

2.3.8 马弗炉,(0~1100)℃。

2.4 试样

2.4.1 试样粒度小于 0.097 mm, 取样的分布应对总体有足够的代表性。

2.4.2 测定前试样应于 105 ℃~110 ℃干燥 2 h, 试样厚度在(4~5)mm, 干燥后置于干燥器中保存。试样如含有机物, 称重后需在 600 ℃高温电炉中灼烧 30 min, 再进行试样分解。

2.5 测定步骤

2.5.1 称取试样(0.1~0.5)g(精确至 0.000 1 g), 放入预先已放有 3 g 过氧化钠(2.2.1)的(25~30)mL 刚玉坩埚中, 用小玻璃棒搅匀, 用小块定量滤纸擦净玻璃棒后放在试样的混合物上, 再用 1.5 g 左右的过氧化钠(2.2.1)覆盖一层。于 800 ℃马弗炉中熔融(5~6)min, 取出冷却后, 放入预先加有 3 滴三氯化铁(2.2.2)的 150 mL 烧杯中, 加 3 mL 三乙醇胺(2.2.3), 再加 2 mL EDTA 溶液(2.2.4), 加入 50 ℃~55 ℃热水 80 mL, 待熔块从坩埚中脱离后, 用 2~3 滴盐酸(2.2.5)和水洗净坩埚。

2.5.2 将盛有提取液的烧杯置于电热板上煮沸, 取下冷却澄清后, 用快速或中速定性滤纸过滤。用氢氧化钠(2.2.6)溶液洗涤烧杯、沉淀各 4~5 次。然后用热水洗烧杯, 并将此洗烧杯水洗一下沉淀, 再用热水洗一次沉淀, 弃去滤出液。沉淀用(20~25)mL 的近沸热硝酸-酒石酸溶液(2.2.7)溶解于原烧杯中。溶解完全后用热水洗滤纸 1~2 次, 滤出液并入原烧杯。冷至室温, 待上柱。

2.5.3 试液分两次转入已平衡好的色谱柱(2.2.16)中, 用硝酸-酒石酸溶液(2.2.9)(25~30)mL 分别洗烧杯、柱各 4~5 次(每次用量约 6 mL), 弃去流出液。待柱上部杯子中的溶液流过后, 加入 0.5 mL 盐酸(2.2.10), 弃去流出液。再用 25 mL 盐酸(2.2.10)分 5 次解析钍, 钍的解析液用 50 mL 高腰烧杯承接。将盛有钍解析液的烧杯放在调压电炉(2.3.4)上, 使其在不沸腾的状态下加热浓缩体积至约 2.5 mL。

2.5.4 用(6~7)mL 水冲洗烧杯内壁后, 再加 10 mL 氯化钾-盐酸缓冲液(2.2.17)、1 mL 尿素溶液(2.2.18), 加入搅拌子, 在电磁搅拌器(2.3.3)上充分搅匀。然后用氨水(2.2.19)和盐酸(2.2.5)调节酸度至 pH 为 1.65。保持溶液体积在(20~25)mL。在电磁搅拌器(2.3.3)上, 边搅拌边滴加 1 滴二甲酚橙(2.2.20)、1 滴半二甲酚橙(2.2.21)、2 滴萘酚绿 B(2.2.22)。试液搅匀时呈鲜桃红或紫红色。继续边搅拌边用微量滴定管(2.3.7), 以相应浓度的标准 EDTA 滴定液(2.2.23)滴定, 至待测试液呈明显的亮黄绿色, 30 s 内不退色即为终点。

2.5.5 空白试验是在不同时间里于刚玉坩埚中加约 2.5 g 过氧化钠(2.2.1), 不加样品, 于 800 ℃马弗炉熔融 5 min。冷却后按测定步骤用每毫升可滴定 0.032 5 mg Th 的标准 EDTA 滴定液(2.2.23)进行测定, 其平均值即为空白值。由于实际空白值一般(少于 0.02 mL 滴定液)相当的钍含量小于 0.000 1%, 故可以忽略不计。如空白值高时, 应予扣除。

2.6 质量控制

使用本标准时, 需要对方法的回收率进行控制(回收率应保持在 97% 以上, 否则应查明原因, 解决后再进行)。准确移取若干份钍标准溶液(2.2.24), 分别转入已平衡好的相应色谱柱(2.2.16)中, 按测定步骤进行。将测定出的上柱与否的钍含量进行比较, 即为该批柱平均的回收率。精确测量时, 可将测定值除以实际回收率作为测定结果; 亦可用相应的国家一级标准物质进行质量控制。

2.7 分析结果计算

钍的质量分数按式(1)计算, 分析结果保留至小数点后三位小数:

$$w = \frac{V \times T_{\text{Th/EDTA}}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——钍矿石中钍的质量分数, %;

V ——试样消耗 EDTA 滴定液体积, 单位为毫升(mL);

$T_{\text{Th/EDTA}}$ ——与 1.00 mL EDTA 基准滴定液相当的以克表示的钍的质量, 单位为克每毫升(g/mL);

m ——称取试样质量, 单位为克(g)。

2.8 精密度

本方法精密度见表 1。

表 1 N₂₆₃ 分离 EDTA 滴定法的精密度 *r*、*R*

水平	1	2	3
钍含量平均值 $\bar{m}/\%$	0.063 4	0.231 7	1.085 0
重复性临界差 <i>r</i>	0.004 2	0.009 5	0.031 7
再现性临界差 <i>R</i>	0.011 2	0.025 1	0.083 8

3 N₂₆₃ 萃取色层分离偶氮胂Ⅲ分光光度法

3.1 方法提要

试样用过氧化钠熔融,水浸取熔块,过滤。沉淀用含酒石酸的硝酸溶液溶解。将试液通过 N₂₆₃(氯化甲基三烷基胺)萃取色层柱,钍被定量吸附,以含酒石酸(2%)的硝酸(15%)溶液淋洗杂质,用盐酸(4 mol/L)洗脱钍,偶氮胂Ⅲ显色,于波长 660 nm 处测其吸光度。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水。

- 3.2.1 硝酸钍[Th(NO₃)₄ · 4H₂O]。
- 3.2.2 过氧化钠。
- 3.2.3 酒石酸。
- 3.2.4 尿素溶液,200 g/L。
- 3.2.5 草酸溶液,50 g/L。
- 3.2.6 抗坏血酸。
- 3.2.7 DA₂₀₁ 吸附树脂,(0.177~0.250)mm。
- 3.2.8 N₂₆₃(氯化甲基三烷基胺)。
- 3.2.9 200 号溶剂煤油。
- 3.2.10 第二辛醇。
- 3.2.11 硝酸, $\rho(\text{HNO}_3)=1.42\text{ g/cm}^3$ 。
- 3.2.12 硝酸溶液:在 100 mL 容量瓶中加入 15 mL 硝酸(3.2.11),用水稀释至 100 mL。
- 3.2.13 盐酸, $\rho(\text{HCl})=1.18\text{ g/cm}^3$ 。
- 3.2.14 盐酸溶液:在 100 mL 容量瓶中加入 33.3 mL 盐酸(3.2.13),用水稀释至 100 mL。
- 3.2.15 氢氧化钠溶液,20 g/L。
- 3.2.16 硝酸-酒石酸溶液
将 2 g 酒石酸溶解于水中,加入 15 mL 硝酸(3.2.11),用水稀释至 100 mL。
- 3.2.17 三氯化铁溶液,150 g/L。
- 3.2.18 三乙醇胺溶液,1+1。
- 3.2.19 过氧化氢。
- 3.2.20 无水乙醇。
- 3.2.21 硝酸铵溶液。
将 15 g 硝酸铵溶解于水中,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.22 吡啶-硝酸溶液
将 34 mL 吡啶溶解于水中,加入 15 mL 硝酸(3.2.11),用水稀释至 100 mL。
- 3.2.23 吡啶-硝酸铵溶液
将 3 g 硝酸铵溶解于水中,加入 5 mL 吡啶,用水稀释至 100 mL。

3.2.24 氨水, $\rho=0.88\text{ g/cm}^3$, 不含二氧化碳。

3.2.25 偶氮肿Ⅲ溶液, 0.5 g/L。

3.2.26 玻璃纤维

用盐酸(3.2.14)煮沸 0.5 h, 再用水洗净。

3.2.27 色层柱

3.2.27.1 DA₂₀₁ 吸附树脂预处理方法如下: 将树脂装入交换柱中, 用无水乙醇淋洗, 洗至用表面皿收集 5~6 滴流出液, 加 1 滴水无浑浊出现为止。将树脂取出, 在 (60~80)℃ 时烘干, 装入磨口瓶中, 备用。

3.2.27.2 色层柱的制备: 称取 1 g N₂₆₃ (3.2.8) 于 100 mL 干烧杯中, 加 1.5 mL 溶剂煤油 (3.2.9), 加入 3 滴第二辛醇 (3.2.10), 搅匀使溶液清亮, 加入已处理的 1 g DA₂₀₁ 吸附树脂, 搅匀, 在水浴上蒸至湿盐状, 用盐酸 (3.2.14) 浸泡 2 h 以上, 装入柱底垫有玻璃纤维 (3.2.26) 的色层柱 ($\phi 7\text{ mm}\times 70\text{ mm}$) 中, 使用前依次用 10 mL 盐酸 (3.2.14)、20 mL 硝酸 (3.2.12) 洗柱, 备用。

3.2.28 钍标准溶液

3.2.28.1 按以下步骤配制: 称取硝酸钍 (3.2.1) 2.379 g 于 200 mL 烧杯中, 用 20 mL 硝酸 (3.2.11) 加热溶解, 转入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液 1 mL 约含 1 mg 钍。

3.2.28.2 按以下方法标定: 准确移取 50.0 mL 钍标准溶液 (3.2.28.1) 5 份于 250 mL 烧杯中, 加入 40 mL 硝酸铵溶液 (3.2.21)、50 mL 水, 加热至约 80℃, 用氨水 (3.2.24) 逐滴中和至溶液呈现浑浊, 再加入 5~6 滴硝酸 (3.2.11), 加热至沸, 取下, 缓慢加入 15 mL 吡啶-硝酸溶液 (3.2.22), 重新加热至沸并保温 30 min, 用中速定量滤纸过滤, 用吡啶-硝酸铵溶液 (3.2.23) 洗烧杯一次, 并用一小片滤纸擦净玻璃棒和烧杯, 用吡啶-硝酸铵溶液 (3.2.23) 洗烧杯及沉淀 5~6 次。将沉淀连同滤纸移入已恒重的铂坩埚 (3.3.3) 中, 灰化, 移入马弗炉中, 升温至 850℃~900℃ 灼烧 1.5 h 取出, 置于干燥器中冷至室温, 称重, 并灼烧至恒重。由式 (2) 算出标准溶液浓度:

$$\rho_1 = \frac{m_2 - m_1}{V_1} \times 1\,000 \times 0.878\,8 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——标准溶液中钍的浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

m_1 ——铂坩埚重, 单位为克 (g);

m_2 ——铂坩埚加二氧化钍的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——移取钍标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

0.878 8——换算系数。

3.2.28.3 按以下步骤稀释: 准确移取 10.0 mL 已标定的钍标准溶液 (3.2.28) 于 1 000 mL 容量瓶中, 加入 143 mL 硝酸 (3.2.11), 用水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

3.3 主要仪器和设备

3.3.1 分光光度计, (360~800) nm。

3.3.2 玻璃色层柱 ($\phi 7\text{ mm}\times 70\text{ mm}$)。

3.3.3 铂坩埚, (25~30) mL。

3.3.4 刚玉坩埚, (25~30) mL。

3.3.5 马弗炉, (0~1 100)℃。

3.4 测定步骤

3.4.1 工作曲线的绘制

于碱熔试剂的空白溶液中, 分别准确加入 0 mL, 0.50 mL, 1.0 mL, 1.5 mL, 2.0 mL, 2.5 mL, 3.0 mL 钍标准溶液 (3.2.28.3) 于 100 mL 烧杯中, 将溶液转入已平衡好的色层柱 (3.2.27) 中, 待溶液流过后, 用 15 mL 硝酸 (3.2.16) 分 3 次洗涤烧杯, 并将溶液转入色层柱中, 待溶液全部流过色层柱后, 用 10 mL 硝酸 (3.2.16) 分 2 次淋洗色层柱, 弃去流出液。再用 1 mL 盐酸 (3.2.14) 淋洗色层柱, 弃去流出

液。用 20 mL 盐酸(3.2.14)分 4 次洗脱钍,洗脱液承接于预先加有 50 mg 抗坏血酸(3.2.6)和 0.5 mL 尿素(3.2.4)25 mL 容量瓶中,加入 2 mL 草酸(3.2.5)摇匀。加入 2 mL 偶氮胂Ⅲ(3.2.25),用盐酸(3.2.14)稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,用 1 cm 比色皿,以试剂空白做参比,于波长 660 nm 处测其吸光度,绘制工作曲线。

3.4.2 样品分析

3.4.2.1 称取试样 0.1 g(精确至 0.000 1 g),放入预先已放有 3 g 过氧化钠(3.2.2)的刚玉坩埚(3.3.4)中,用小玻璃棒搅匀,用小块定量滤纸擦净玻璃棒后放在试样的混合物上,再用 1.5 g 左右的过氧化钠(3.2.2)覆盖一层。于 800 °C 马弗炉中熔融(5~6)min,取出后小心摇匀,冷却。

3.4.2.2 将刚玉坩埚放入预先加有 2~3 滴三氯化铁(3.2.17)的 150 mL 烧杯中,加入 3 mL 三乙醇胺(3.2.18),加入(50~55)°C 热水 80 mL,待熔块从坩埚中脱离后,用 2~3 滴盐酸(3.2.14)和水洗净坩埚。将盛有提取液的烧杯置于电热板上煮沸,取下冷却澄清后,用快速定性滤纸过滤。用氢氧化钠(3.2.15)溶液洗涤烧杯、沉淀各 4~5 次。然后用热水洗烧杯和沉淀各 1 次,再用热水洗 1 次沉淀,弃去滤出液。沉淀用 25 mL 近沸的热硝酸溶液(3.2.16)溶解于原烧杯中,冷至室温,试液分两次转入已平衡好的色层柱中,待溶液全部流过色层柱后,用 25~30 mL 硝酸溶液(3.2.16)分别洗烧杯、色层柱各 4~5 次,弃去流出液。用 1 mL 盐酸(3.2.14)淋洗色层柱,弃去流出液。用 24 mL 盐酸(3.2.14)分 5 次洗脱钍,洗脱液承接于 25 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2.14)稀释至刻度,摇匀。根据样品中钍含量的高低,稀释一定的倍数。

3.4.2.3 分取适当体积的试液于预先加有 50 mg 抗坏血酸(3.2.6)和 0.5 mL 尿素(3.2.4)25 mL 容量瓶中,加入 2 mL 草酸(3.2.5)摇匀。加入 2 mL 偶氮胂Ⅲ(3.2.25),用盐酸(3.2.14)稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,用 1 cm 比色皿,以试剂空白做参比,于波长 660 nm 处测其吸光度。

3.5 分析结果计算

按照式(3)计算试样中钍的质量分数:

$$w_2 = \frac{m_3}{m} \times 10^{-4} \times k \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w_2 ——样品中钍的质量分数,%;
- m_3 ——从工作曲线中查得的钍量,单位为微克(μg);
- m ——称样量,单位为克(g);
- k ——稀释倍数。

3.6 精密度

本方法的相对标准偏差小于 3%。