

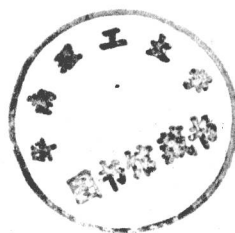


中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.4—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化钍量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of thorium oxide content



C9709702

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
氧化钪量的测定

GB/T 16484.4—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1996 年 12 月第一版 1996 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-13309 定价 5.00 元

*

标 目 300—67

中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化钍量的测定

GB/T 16484.4—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of thorium oxide content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化钍含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化钍含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.3%。

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

试样经盐酸溶解，在 pH 为 2 的盐酸介质中，用 PMBP-乙酸乙酯溶液萃取钍以分离稀土。用 6 mol/L 盐酸反萃取钍，于分光光度计波长 650 nm 处测量钍与偶氮胂Ⅲ络合物的吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.4 过氧化氢(30%)。

4.5 盐酸(1+1)。

4.6 盐酸(1+49)。

4.7 氨水(1+9)。

4.8 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰基-吡唑酮-5(PMBP)-乙酸丁酯溶液(10 g/L)：称取 5 g PMBP，加 500 mL 乙酸丁酯溶解。

4.9 氯乙酸缓冲溶液：称取 87 g 氯乙酸，加 1 L 水溶解，用盐酸(4.5)和氨水(4.7)调节 pH 为 2.0。

4.10 钍标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 经 110℃ 烘干并置于干燥器中冷却至室温的二氧化钍于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸(4.5)，1 滴氢氟酸(1+19)，低温加热至溶解完全并蒸发至 1 mL 左右，加 5 mL 盐酸(4.5)，继续蒸发至 1 mL 左右重复操作一次以赶尽氟离子。冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氧化钍。

4.11 钍标准溶液：移取 25.00 mL 钍标准贮存溶液(4.10)于 500 mL 容量瓶中，用盐酸(4.6)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 氧化钍。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

4.12 偶氮胂Ⅲ溶液(1 g/L)。

4.13 甲酚红溶液(1 g/L)。

5 仪器

分光光度计。

6 试样

6.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于 105℃ 烘烤 1.5 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

7 分析步骤

7.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

7.2 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化钪含量 %	试料 g	试液总体积 mL	移取试液体积 mL
0.000 1~0.000 5	2.000 0	10.00	全量
>0.000 5~0.002 0	1.000 0	10.00	全量
>0.002 0~0.005 0	0.400 0	10.00	全量
>0.005 0~0.020	0.100 0	10.00	全量
>0.020~0.050	0.200 0	100.00	20.00
>0.050~0.100	0.200 0	100.00	10.00

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.2)置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(4.5)[若试样难溶改为加 5 mL 硝酸(4.2),1 mL 高氯酸(4.3)],加 1 mL 过氧化氢(4.4),低温加热至溶解完全,蒸发至体积约为 1 mL,冷却至室温,按表 1 将溶液移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 按表 1 将溶液(6.4.1)移入 60 mL 分液漏斗中,加 2 滴甲酚红溶液(4.13),滴加氨水(4.7)和盐酸(4.6),调节溶液呈橙色(pH 约 1~2),加 2.5 mL 氯乙酸缓冲溶液(4.9),加水至体积为 30 mL 左右,加 10 mL PMBP-乙酸丁酯溶液(4.8),振荡 2 min,静置分层,弃去水相。

7.4.3 加 10 mL 盐酸(4.6)于分液漏斗中,振荡 2 min,静置分层,弃去水相。再重复操作一次。

7.4.4 加 10 mL 盐酸(4.5)于分液漏斗中,振荡 2 min,静置分层,反萃水相放入 100 mL 烧杯中。

7.4.5 加 5 mL 盐酸(4.5)于分液漏斗中,振荡 2 min,静置分层,水相合并于反萃水相(6.4.4)中。

7.4.6 反萃水相(6.4.4)中加 2 mL 硝酸(4.2),1 mL 高氯酸(4.3),加热至冒高氯酸白烟 30 s,稍冷,加 5 mL 水,加热至溶液清亮。冷却至室温,移入 25 mL 容量瓶中,加 6 mL 盐酸(4.1),混匀,加 1.00 mL 偶氮胂Ⅲ溶液(4.12),用水稀释至刻度,混匀。

7.4.7 移取部分溶液(6.4.6)于 2 cm 比色皿中,以试料空白溶液为参比,于分光光度计波长 650 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的氧化钪量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0, 0.20, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00 mL 钍标准溶液, 分别置于一组 25 mL 容量瓶中, 各加 6 mL 盐酸(4.1)混匀。加 1.00 mL 偶氮胂 II 溶液(4.12), 用水稀释至刻度, 混匀。

7.5.2 移取部分试液(7.5.1)于 2 cm 比色皿中, 以试剂空白溶液为参比, 于分光光度计波长 650 nm 处测量其吸光度, 以氧化钍量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 分析结果的计算与表述

按下式计算氧化钍的百分含量:

$$\text{ThO}_2(\%) = \frac{m_1 V \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的氧化钍量, μg ;

V ——试液总体积, mL;

V_1 ——移取试液体积, mL;

m ——试料的质量, g。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差:

表 2

%

氧化钍含量	允许差
0.000 1~0.000 5	0.000 1
>0.000 5~0.002 0	0.000 2
>0.002 0~0.004 0	0.000 4
>0.004 0~0.008 0	0.000 8
>0.008 0~0.016 0	0.001 6
>0.016 0~0.040 0	0.003 2
>0.040 0~0.100	0.008

附加说明:

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人刘文华, 姜维军。

