



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

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