



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.4—2009
代替 GB/T 16484.4—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第4部分：氧化钍量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 4: Determination of thorium oxide content—
Arsenazo III spectrophotometry

2009-10-30 发布

2010-05-01 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

前 言

GB/T 16484—2009《氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法》共分 22 个部分：

- 第 1 部分：氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：氧化铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：15 个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：氧化钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法；
- 第 5 部分：氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：硫酸根量的测定；
- 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法；
- 第 14 部分：磷酸根量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法；
- 第 17 部分：碳酸稀土中水分量的测定；
- 第 18 部分：碳酸轻稀土中灼减量的测定 重量法；
- 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 21 部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 22 部分：氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 23 部分：碳酸轻稀土中酸不溶物量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 16484 的第 4 部分。

本部分代替《GB/T 16484.4—1996 氯化稀土、碳酸稀土化学分析法 氧化钪量的测定》。

本部分与 GB/T 16484.4—1996 相比，主要有如下变动：

- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制；
- 删除了原标准中的附加说明；
- 对标准文本进行了编辑性修改。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分参加起草单位：江西赣州冶金研究所。

本部分主要起草人：刘兵、刘文华、姜维军。

本部分参加起草人：杨峰、潘建忠。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.4—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第4部分：氧化钪量的测定

偶氮胂Ⅲ分光光度法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钪量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钪量的测定。测定范围：0.000 1%~0.30%。

2 原理

试样经盐酸或硝酸溶解，在 $\text{pH} < 2$ 的盐酸介质中，用 PMBP-乙酸丁酯溶液萃取钪以分离稀土。用 6 mol/L 盐酸反萃取钪，于分光光度计波长 650 nm 处测量钪与偶氮胂Ⅲ络合物的吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.3 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+49)。

3.7 氨水(1+9)。

3.8 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。

3.9 氯乙酸缓冲溶液：称取 87 g 氯乙酸，加 1 L 水溶解，用盐酸(3.5)和氨水(3.7)调节 pH 为 2.0。

3.10 氧化钪标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 经 110 °C 烘干并置于干燥器中冷却至室温的二氧化钪于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸(3.5)，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(3.5)，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 μg 氧化钪。

3.11 氧化钪标准溶液：移取 5.00 mL 钪标准贮存溶液(3.10)于 200 mL 容量瓶中，用盐酸(3.6)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2.5 μg 氧化钪。

3.12 偶氮胂Ⅲ溶液(1 g/L)。

3.13 甲酚红溶液(1 g/L)。

4 仪器设备

分光光度计。

5 试样

5.1 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。

5.2 碳酸轻稀土试样的制备：试样开封后立即称量。