



中华人民共和国国家标准

GB/T 17863—1999

钍矿石中钍的测定 N₂₆₃分离 EDTA 滴定法

Determination of thorium in thorium ores
N₂₆₃ separation EDTA titration method

1999-09-13 发布

2000-06-01 实施

国家质量技术监督局 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 引用标准	1
3 方法提要	1
4 试剂	1
5 仪器设备	2
6 试样	3
7 测定步骤	3
8 结果计算	4
9 精密度	4

前 言

至今中高含量钍的分析方法在国内外没有类似的标准。本标准是在长期实际工作的基础上,吸收了国内外很多相应方法的长处,经不断改进完善,编制而成的。

本标准基本原理合理,方法规程严密,操作简便易掌握,精密度好、准确度高,与国内外钍的相应标准物质验证相符。

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由核工业标准化研究所归口。

本标准由核工业北京地质研究院负责起草。

本标准主要起草人:李寿兴、沈珠琴。

中华人民共和国国家标准

钍矿石中钍的测定

N₂₆₃分离 EDTA 滴定法

GB/T 17863—1999

Determination of thorium in thorium ores

N₂₆₃ separation EDTA titration method

1 范围

本标准规定了钍矿石中钍的 N₂₆₃分离 EDTA 滴定的测定方法。

本标准适用于花岗岩、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的测定。测定范围 0.02%~n%,其中 1<n<10。小于或等于 20 mg 锶(Ⅱ)、20 mg 锆(Ⅳ)、100 mg 镧(Ⅲ)、100 mg 铈(Ⅳ)、25 mg 镨(Ⅲ)、20 mg 钇(Ⅲ)、40 mg 铀(VI)、20 mg 锌(Ⅱ)、100 mg 镁(Ⅱ)、200 mg 钙(Ⅱ)、200 mg 铁(Ⅲ)、52 mg 钛(Ⅲ)、55 mg 钡(Ⅱ)、100 mg 铝(Ⅲ)不干扰测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6379—1986 测试方法的精密度的 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

试样用过氧化钠高温熔融分解,提取时加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 N₂₆₃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。

4 试剂

除注明外所用试剂均为分析纯,配制溶液用水系蒸馏水或去离子水。

4.1 过氧化钠

4.2 三氯化铁(15%)(m/V)

4.3 三乙醇胺(1+1)

4.4 EDTA(5%)(m/V)

4.5 盐酸(1+1)

4.6 氢氧化钠(1%)(m/V)

4.7 硝酸-酒石酸

硝酸(30%)(V/V)-酒石酸(2%)(m/V)