

ICS 71.060.50  
H 14



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16478.3—1996

---

## 硝酸钍化学分析方法 硫量的测定

Methods for chemical analysis of thorium nitrate  
—Determination of sulphate 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

## 硝酸钍化学分析方法 硫量的测定

GB/T 16478.3—1996

Methods for chemical analysis of thorium nitrate  
—Determination of sulphate content

代替 YB 1502—77

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸钍中硫含量的测定方法。

本标准适用于硝酸钍中硫含量的测定。测定范围:0.01%~0.10%。

### 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

采用强酸性阳离子交换树脂,控制酸度 pH 为 1.5,在此条件下使钍与硫酸根离子分离,加少量碳酸钠于淋出液中,蒸干,驱尽硝酸根,残渣溶解后用氯化钡与硫酸根生成硫酸钡沉淀,选用乙醇-甘油作稳定剂,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂与材料

4.1 氯化钡(固体),0.83~0.42 mm。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸(1 mol/L)。

4.4 碳酸钠溶液(0.1 mol/L)。

4.5 硫酸根标准贮存液:准确称取 1.478 6 g 经 105℃ 烘过 1 h 的无水硫酸钠(优级纯)于 100 mL 烧杯中,以水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ 。

4.6 硫酸根标准溶液:移取 10.00 mL 硫酸根标准贮存液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$   $\text{SO}_4^{2-}$ 。

4.7 甘油-乙醇混合液(1+2):取 100 mL 甘油、20 mL 无水乙醇混匀。

4.8 强酸性阳离子树脂:国产 732 型(上海树脂厂)。

4.8.1 树脂处理:新树脂,先用水洗去浮粒,再用盐酸(5 mol/L)浸泡过夜,洗涤,直至浸泡液不再显黄色为止,再以水洗至淋出液中无硫酸根为止(以本方法检验)。

4.8.2 离子交换柱的制备:用 50 mL 酸式滴定管,截断,取下部长约 20 cm,以酒精喷灯烘圆毛口即可。

4.8.3 装柱:取 10 mL 树脂,注入管内,以 20 mL pH 为 1.5 的盐酸淋洗一次备用。