

化学実資料. 8

3533.3.22

トリウム含有鉍石中の  
トリウム分析方法

関根節郎

AB 34

# 1 總論

この規格はトリウム銻五中のトリウム分析法について規定する。トリウム含量5%以上の試料は重量法、5%以下の試料は吸光光度法を適用する。

## 2 分析法

### 2.1 重量法<sup>(注1)</sup>

#### 2.1.1 要旨

試料を希化ナトリウム+ピロ硫酸カリウムの合剤にて溶解し、過硫酸に溶解する。沈殿は硝酸に溶解し蒸発乾固して硝酸塩を硝酸塩とする。硝酸アロミニウム溶液に溶解し、メジチルオキサイドによりトリウムを抽出分離する。硝酸塩は水で処理しトリウムを水相にうつし、硝酸を添加して硝酸を加え、トリウムを分離定量する。

#### 2.1.2 装置および試薬

##### 硝子口過器

希化ナトリウム+ピロ硫酸カリウム合剤：希化ナトリウム2，ピロ硫酸カリ3，を良く混合する。

硝酸アロミニウム溶液：硝酸(15+85)500ccに $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  0.50gを加熱溶解し、口過する。

##### 発煙硝酸

#### 2.1.3 操作

白金ルツボに試料0.5gをほかりとり3gの希化ナトリウム+ピロ硫酸カリウム合剤<sup>(注1)</sup>を加え2分間溶解する。冷後硫酸2mlを加え徐熱して希化水素を除去する。次に熱を高め最後に澄明となるまで溶解する。300mlビーカーに硝酸4gをとり80mlの水を加えて加熱溶解後この中に白金ルツボを投入する。四聯物がとれば白金ルツボをとり出して少量の水で洗浄する。1分間蒸発後湯浴上で2分間加熱する。2分間後沈殿を生らさなければ1夜放置する。硝子口過器で口過し、硝酸(2%)溶液で洗浄する。沈殿は熱硝酸(1:1)10mlで3回<sup>(注2)</sup>洗浄して溶解する。この際最小限り熱水と交互に洗浄する。口過器上の不溶物は棄却する。溶液は蒸発乾固し、3~4mlの発煙硝酸<sup>(注3)</sup>を加え数分間湯浴上で加熱後蒸発乾固する。10mlの硝酸(15+85)に溶解し、更に15gの硝酸アロミニウム水塩を加え加熱溶解する。冷後100ml分液ロートにうつす。(ビーカーは洗浄しない)20mlのメジチルオキサイドを元のビーカーに入れよく<sup>(注4)</sup>ふりまぜて分液ロートにうつす。約20分ふりまぜ静置する。水溶液層は別の100ml分液ロートにうつしメジチルオキサイド20mlを加えてふりまぜ<sup>(注4)</sup>溶液層は元の抽出液と合併する。此に硝酸アロミニウム溶液<sup>(注5)</sup>20mlを加えふりまぜて静置後水溶液は棄却する。此の操作をもう一度繰り返す。次に水20mlを加え、ふりまぜ、トリウムを水相

へ逆抽出する。この操作はもう一度繰返し、300ml ビーカーへうつす、1 鹹の硫酸を加え液量を 80ml にうすめ沸騰するまで加熱する。1 鹹の硫酸を加え 1 分間煮沸する。3 時間湯浴上で加熱後口通する。硫酸(2%)で数回洗淨後液量は白金ロツボにうつし 900°C で強熱後  $TiO_2$  としてはかる。

次式によりトリウムを算出する。

$$TiO_2(\%) = \frac{TiO_2(g) \times 100}{試料(g)}$$

- (注1) この条件はトリウムを含むほとんどのすべての化合物を分解する。  
 (注2) 塩酸、うすめ、シリコニウムの加水分解がわかる。  
 (注3) 硫酸塩を完全に分解する。  
 (注4) メジチルオキサイドによるトリウムの抽出条件は余り厳密でなくてよい。  
 (注5) この操作により抽出された少量の希土類は完全に除去される。

## 2.2.1 吸光光度法

### 2.2.1 要 旨

試料を希酸、塩基系酸で分解し、不溶物があれば過酸化ソーダにより完全に分解する。トリウムを硝酸化物として沈殿せしめ、過硝酸アルミニウム溶液に溶解しメジチルオキサイドによりトリウムを抽出する。溶液相のトリウムは水で逆抽出し、ネオトロンにより比色定量する。

### 2.2.2 装置及び試薬

#### 分り々必要度計

#### 遠心分離器

塩化ホウ酸溶液： $H_2O_2$  4g を塩酸(5:95) 500ml に溶解する。

塩酸(1+1)：塩酸 250ml、水 250ml を混合し、比色用として保存する。

アスコルビン酸(10%)溶液：使用の都度 1-アスコルビン酸 2g を 18ml に溶解する。

ネオトロン(0.1%) 溶液：ネオトロン 0.1g を水 100ml に溶解し正確に 500ml とする。

### 2.2.3 操 作

白金皿に試料 1g をとり硝酸 15ml を加え湯浴上で約 15 分徐熱後塩基酸 10ml を加えて加熱分解し約 5 ml になるまで濃縮する。白金皿の内容物をビーカー(300ml)に移し塩酸 10ml を加え 100ml にうすめ加熱し可溶性塩を溶解し口通し塩酸(2:100)で数回洗淨する。不溶物があればニッケル・ロツボにうつし灰化後炭酸ソーダ 1g、過酸化ソーダ 1g を加えて融解する。冷後塩酸(10+90) 100ml に溶解し、塩化鉄溶液 1 鹹を加えアソモニア水でトリウムを沈殿せしめる。温湯で洗淨後少量の塩酸(1+3)に溶解し主液に合併する。

溶液は中性ソーダ(40%)で中和し過剰に 10ml を加え沸騰に近く加熱後口通し、

温力狂ソーダ(1%)溶液で2~3回洗浄する。沈殿は塩酸(1+3)に溶解し遠心沈殿管にうつしアンモニア水を加えてトリウムなどを沈殿せしめ遠心分離する。上澄液は棄却し水で2~3回洗浄する。沈殿は硝酸アルミニウム溶液10mlに溶解し分液漏斗(100ml)にうつし、沈殿管は硝酸アルミニウム溶液10mlで洗浄し分液漏斗にうつす。メシチルオキサイド20mlを加え約20秒ふりませ静置して水溶液層は別の分液漏斗(100ml)にうつしメシチルオキサイド10mlで再び抽出を行う。水溶液層は棄却し溶媒層は合併し硝酸アルミニウム溶液20mlを加え約20秒ふりませ静置し、硝酸アルミニウム層は棄却する。この操作を更に1度繰返す。次に水20mlを加え約20秒ふりませトリウムを水溶液層に逆抽出する。この操作を更に1度繰返す。水溶液は合併し50mlメスフラスコにうつし標線までうすめる。この適當量(注6)をビーカー(50ml)にうつし砂浴上で乾固に近く蒸発後過塩素酸2mlを加えて蒸発乾固する。硝酸2mlを加えて溶解易浴上で蒸発乾固する。塩酸(1+1)1mlを少量を加えて溶解し、アスコルビン酸(10%)1ml、酒石酸カリソーダ(4%)<sup>(注3)</sup>1ml、ネオトロン(0.1%)2mlを加え、50mlメスフラスコにうつし標線までうすめる。5分間放置後溶液の一部を光度計のセル(50mm)にとり580mμにおける吸光度を測定し、あらかじめ作製した検量線によりトリウムを定量する。

(注1) 本法はジルコニウム、ニオブ、タンタル含有量の多い試料には適用しない。

(注2) 昇降せしめると口敵を通る。

(注3) 水酸化物の沈殿が多い時は硝酸2mlを加えて溶解し硝酸アルミニウム9、水蒸19分を加える。沈殿管はメシチルオキサイドで洗浄する。

(注4) 乾固すれば乾散する。

(注5) 検量線の作り方

数個のメスフラスコに酸化トリウムとして10~100γの範囲でトリウム標準溶液を加えて水で約20mlとし塩酸(1+1)1mlアスコルビン酸(10%)1ml、酒石酸カリソーダ(4%)1ml、ネオトロン(0.1%)2mlを加え50ml標線までうすめよくふりませた後、吸光度を測定する。

(注6) 酸化トリウム10~100γになるように分取する。

### ＜参 考 文 献＞

- 1 "Collected papers on methods of analysis for uranium and thorium" Part 2 of "G.S. Bulletin 1006" (1954)
- 2 石橋雅義・東 慎之介：分化 3, 312 (1954)  
分化 4, 14 (1955)
- 3 F.S. Grimaldi, M.H. Fletcher; Anal Chem 28, 812 (1956)

トリウム含有鉱石中のトリウム分析方法正誤表

頁	行	誤	正
1	下 13	熱を高かめ	熱をたかめ
1	下 10	生じなければ	生じなければ
2	下 10, 11 間↑		“酒石酸カリソダ(4%)溶液、 酒石酸カリソダ 4g を 100 ml に溶 解する” を入れる。
2	下 8	塩素酸	過塩素酸
3	下 7	(注6) 酸化ナトリウム	酸化トリウム