

独居石、磷钇矿中铀的容量法测定

郭亚男

用通常的磷酸加热分解或混合铵盐熔融的方法，来分解独居石、磷钇矿是难以达到预期效果的。我们采用过氧化钠熔融、盐酸酸化，然后以亚铁容量法测定，获得了较为满意的结果，表明对于此类难分解矿样，采用碱熔方法较之用几种酸反复处理的方法要简便可靠一些。

分析方法：称样 0.1 克于刚玉坩埚中，加 2 克过氧化钠，搅匀，并盖以薄层，送入已升温至 500°C 左右的马弗炉中，继续升温至 700°C ，熔融 10 分钟。取出冷却，置于 150 毫升烧杯中，用热水 15 毫升提取，洗出坩埚后，在不断搅拌下，一次加入 10—15 毫升浓盐酸，使完全溶解，在电炉上加热蒸发至体积约为 20 毫升（以不析出硅胶为宜）；加磷酸 10 毫升，煮沸 3—5 分钟，取下稍冷，加亚铁液 1—2 毫升还原，冷却，加水 15 毫升，再用磷酸—尿素混合洗液将溶液转入 250 毫升锥形瓶中，在 25°C 左右，加亚硝酸钠 1 毫升，剧烈摇动至棕色褪去，继续摇动至气泡消失，放置 5 分钟，加邻氨基苯甲酸及二苯胺磺酸钠各 2 滴，用标准钼酸钠滴定至微红色终点。

本方法亦适用于锆英石中铀的分析，但称样量宜少（一般 0.2 克即可），不然酸溶稀释过程中会出现磷酸锆的白色沉淀。