

ICS 27.120.30
F 46
备案号: 23546-2008

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ/T 1212.5—2008

烧结氧化钆—二氧化铀芯块分析方法 第5部分: 硫酸亚铁铵还原 重铬酸钾电位 滴定法测定铀含量

**Test methods for analysis of sintered gadolinium oxide-uranium dioxide pellets-
Part5: Determination of uranium content by ferrous sulfate reduction in
phosphoric acid and dichromate titration method**

2008-03-17 发布

2008-10-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

EJ/T 1212《烧结氧化钐-二氧化铀芯块分析方法》分为以下 11 个部分：

- 第 1 部分：烧结氧化钐-二氧化铀芯块氧金属比的测定—平衡气氛法；
- 第 2 部分：热电离质谱法测定铀同位素丰度；
- 第 3 部分：波长色散 X 射线荧光光谱法测定氧化钐含量；
- 第 4 部分：微量杂质元素的测定—ICP-AES 多元图谱拟合法；
- 第 5 部分：硫酸亚铁铵还原 重铬酸钾电位滴定法测定铀含量；
- 第 6 部分：高温水解离子选择性电极法测定氟；
- 第 7 部分：惰性气体熔融法测定氢；
- 第 8 部分：蒸馏奈斯勒试剂光度法测定氮；
- 第 9 部分：高温水解离子选择性电极法测定氟；
- 第 10 部分：高频感应燃烧红外检测法测定碳；
- 第 11 部分：热真空提取法测定总气体量。

本部分为 EJ/T 1212 的第 5 部分。

本部分由中国核工业集团公司提出。

本部分由核工业标准化研究所归口。

本部分起草单位：国营八一二厂。

本部分主要起草人：张柯、张时红、孙自福、陈卫。

烧结氧化钆-二氧化铀芯块分析方法

第5部分：硫酸亚铁铵还原 重铬酸钾电位滴定法测定铀含量

1 范围

本部分规定了烧结氧化钆-二氧化铀芯块中硫酸亚铁铵还原重铬酸钾电位滴定法测定铀含量的试剂、仪器设备、试样、分析步骤、结果计算及方法精密度。

本部分适用于氧化钆质量分数最大值为12%的烧结 $Gd_2O_3-UO_2$ 芯块中铀含量测定。也适用于核纯级含钆八氧化三铀粉末中铀含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包含勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB 10731 第一基准试剂（容量）重铬酸钾

3 方法提要

试样在低于100℃温度下，以硝酸溶解完全，蒸干后用硫酸赶硝酸。在含有氨基磺酸的浓磷酸溶液中，用硫酸亚铁铵将铀(VI)还原到铀(IV)，钼(VI)作催化剂用硝酸氧化过量的亚铁离子，然后加入水和硫酸钒酰，用略少于化学计量的固体重铬酸钾氧化铀(IV)，剩余的铀由重铬酸钾标准溶液滴定，以电位法确定滴定的终点。

4 试剂

4.1 磷酸(H_3PO_4)， $\rho(H_3PO_4)$ 约1.69 g/cm³。

4.2 硫酸， $c(H_2SO_4)=2.0$ mol/L。

4.3 硝酸，1+1。

4.4 硫酸，1+1。

在用水冷却的情况下，边搅拌边将500 mL硫酸[H_2SO_4 ， ρ 约1.84 g/cm³]缓慢地加入到500 mL水中。

4.5 硫酸亚铁铵溶液，300 g/L。

在不断搅拌下将50 mL硫酸[H_2SO_4 ， ρ 约1.84 g/cm³]加入到300 mL水中，加入(150±1) g硫酸亚铁铵[(NH_4)₂Fe(SO_4)₂·6H₂O]，搅拌溶解后转入至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液有效期为两周。

4.6 氨基磺酸溶液，150 g/L。

将(150±1) g氨基磺酸(NH_2SO_3H)溶解在1 L水中。

4.7 氧化剂溶液。

称取(2.0±0.1) g钼酸铵[(NH_4)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]，溶解于200 mL水中，加入250 mL硝酸[HNO_3 ， ρ 约1.42 g/cm³]和50 mL氨基磺酸溶液(4.6)，混匀。此溶液有效期为一周。

4.8 重铬酸钾溶液，10 g/L。

称取1 g重铬酸钾(精确至0.0002 g)，用水溶解后转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后待用。