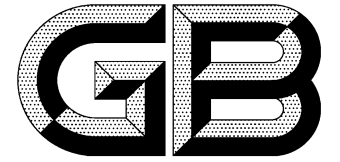


ICS 27.120.30
F 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 11848.3—1999

GB/T 11848.3—1999

铀矿石浓缩物中可萃有机物的测定

Determination of extractable organic material
in uranium ore concentrate

中华人民共和国
国家标准
铀矿石浓缩物中可萃有机物的测定
GB/T 11848.3—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 10 千字

1999年9月第一版 1999年9月第一次印刷

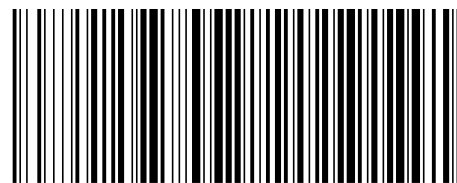
印数 1—600

*

书号: 155066·1-16156 定价10.00元

*

标目 385—26



GB/T 11848.3—1999

1999-05-19 发布

1999-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

非等效采用美国 ASTM C1022:1984《铀矿石浓缩物的化学和原子吸收分析的标准方法》中 26~33 节所制定的国家标准 GB/T 11848.3—1989《铀矿石浓缩物中可萃有机物的测定》已实施多年,在应用中使用单位提出,原国家标准已不能满足国内生产的需要。为了使本标准能覆盖国内外不同工艺流程铀矿石浓缩物产品的分析检定的要求,根据目前国际国内生产铀矿石浓缩物所用萃取剂的实际情况,并参考美国 ASTM 最新版本 C1022:1993《铀矿石浓缩物的化学和原子吸收分析方法》中 26~33 节的内容,除对于非胺类可萃有机物的测定,等效采用美国 ASTM C1022:1993《铀矿石浓缩物的化学和原子吸收分析方法》26~33 节的内容之外,增加了适合我国生产实际的胺类可萃有机物的分析方法。我国生产铀矿石浓缩物所用萃取剂主要为三脂肪胺,三脂肪胺属高沸点有机物,沸点在 180~230℃(压力为 1.7 kPa 时)。因此,萃取低沸点有机物步骤可省略,同时增加萃取液洗涤步骤。

本标准从实施之日起,代替 GB/T 11848.3—1989。

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。

本标准起草单位:核工业北京化工冶金研究院。

本标准主要起草人:王海生。

6.2.1 称取 50 g (m_a) 样品, 准确到 0.1 g, 于 400 mL 烧杯中, 加入 100 mL 硝酸(4.4), 搅拌至样品完全溶解或样品明显地不再溶解为止。

6.2.2 冷却到室温, 溶液转移到 500 mL 分液漏斗(5.7)中, 加入 100 mL 三氯甲烷(4.2), 塞紧塞子, 用力摇动 1 min。

6.2.3 放置分层, 有机相放入另一干燥的 500 mL 分液漏斗(5.7)中。

6.2.4 加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.5), 塞紧塞子, 用力摇动 0.5 min。

6.2.5 放置分层, 有机相放入一个干燥的 100 mL 量筒内。

6.2.6 取 50 mL 有机相置于经 900°C 灼烧过的铂皿(5.6)中, 在通风罩内, 用红外灯(5.5)加热蒸发, 蒸发的温度控制在 60°C 左右。

6.2.7 三氯甲烷(4.2)完全挥发后, 继续蒸发 2 min, 停止加热, 冷却到室温, 称量, 记录此质量 W_5 。

6.2.8 再将铂皿(5.6)在 900°C 至少灼烧 30 min, 取出, 在干燥器中冷却到室温, 称量, 记录此质量 W_6 。

6.2.9 以相同的步骤做一空白, 分别记录质量 W_5' 、 W_6' 。

7 分析结果的计算

7.1 非胺类可萃有机物的计算

按式(1)计算样品中可萃有机物的百分含量:

$$Q_{o(f)} = \frac{[(W_2 - W_1) + 2(W_3 - W_4)] \times 100}{m_f} \dots\dots\dots(1)$$

式(1)中: $Q_{o(f)}$ ——可萃有机物的百分含量, %;

W_2 ——铂皿和可萃有机物质量, g;

W_1 ——铂皿质量, g;

W_3 ——铂皿与被三氯甲烷萃取的有机物质量, g;

W_4 ——铂皿质量, g;

m_f ——称取样品质量, g。

7.2 胺类可萃有机物的计算

按式(2)计算样品中可萃有机物的百分含量:

$$Q_{o(a)} = \frac{[2(W_5 - W_6) - 2(W_5' - W_6')] \times 100}{m_a} \dots\dots\dots(2)$$

式(2)中: $Q_{o(a)}$ ——可萃有机物的百分含量, %;

W_5 ——铂皿和可萃有机物质量, g;

W_6 ——铂皿质量, g;

W_5' ——空白中铂皿和可萃有机物质量, g;

W_6' ——空白中铂皿质量, g;

m_a ——称取样品质量, g。

分析结果为两位有效数字。

中华人民共和国国家标准

铀矿石浓缩物中可萃有机物的测定

GB/T 11848.3—1999

Determination of extractable organic material
in uranium ore concentrate

代替 GB/T 11848.3 1989

1 范围

本标准规定了铀矿石浓缩物中可萃有机物的测定原理, 适用范围, 使用的试剂和仪器, 分析步骤, 分析结果的计算和方法的精密度。

本标准适用于铀矿石浓缩物中含量在 0.05% 以上的可萃有机物的测定, 不适用于某些水溶性有机物, 如絮凝剂的测定。

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 10268—1988 铀矿石浓缩物

3 方法提要

3.1 非胺类可萃有机物的测定

样品先以三氯氟代甲烷提取后, 用硝酸溶解, 再以三氯甲烷萃取, 蒸发各萃取液, 称量, 即测得可萃有机物的含量。

3.2 胺类可萃有机物的测定

样品用硝酸溶解, 以三氯甲烷萃取, 萃取液中夹带的微量硝酸以稀氢氧化钠溶液除去。蒸发萃取液, 称量, 即测得可萃有机物的含量。

3.3 杂质含量在 GB/T 10268—1988 中 2.5 规定的指标范围内, 其干扰可忽略不计。

4 试剂

所用试剂除注明者外, 均为分析纯试剂。所用水均为去离子水。

4.1 三氯氟代甲烷(或 1,1,2-三氯三氟乙烷)。

注: 每使用一批新试剂, 必须检查其不挥发残渣。即将 100 mL 试剂放在已知重量的铂皿中蒸发至干, 冷却至室温后, 再称铂皿重。如果有残渣, 必须做空白校正。

4.2 三氯甲烷(CHCl_3 , 密度 1.484 g/mL)。

注: 每使用一批新试剂, 必须按 4.1 检查不挥发物。

4.3 硝酸(HNO_3 , 密度 1.42 g/mL)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 氢氧化钠溶液(NaOH , 0.1 mol/L)。