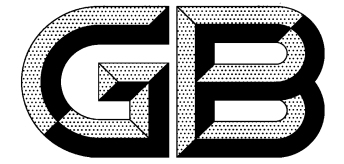


UDC 621.039.54:543  
F 46



# 中华人民共和国国家标准

GB 11841—89  
GB 11843~11846—89

GB 11841—89  
GB 11843~11846—89

## 二氧化铀粉末和芯块中铀、氮、氟、 钨和硅的测定

Uranium dioxide powder and pellets  
—Determination of uranium, nitrogen,  
fluorine, tungsten and silicon

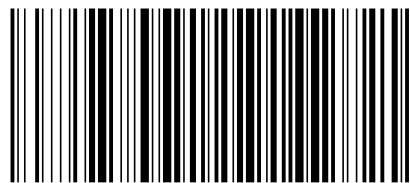
中华人民共和国  
国家标准  
二氧化铀粉末和芯块中铀、氮、氟、  
钨和硅的测定  
GB 11841—89  
GB 11843~11846—89

\*  
中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)  
中国标准出版社北京印刷厂印刷  
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 11/2 字数 33 千字  
1990年10月第一版 1990年10月第一次印刷  
印数 1—1500

\*  
书号: 155066·1-7463 定价 14.00 元

\*  
标目 147—21



GB 11841-1989 H

1989-10-21发布

1990-08-01实施

国家技术监督局 发布

8 方法精密度

μg/g

样 品	平均值 <i>m</i>	重复性 <i>r</i>	再现性 <i>R</i>
1	75.27	5.98	30.54
2	65.39	5.90	20.73

目 录

GB 11841—89	二氧化铀粉末和芯块中铀的测定	硫酸亚铁还原-重铬酸钾氧化滴定法	…… (1)
GB 11843—89	二氧化铀粉末和芯块中氮的测定	分光光度法	…… (6)
GB 11844—89	二氧化铀粉末和芯块中氟的测定	高温水解-离子选择性电极法	…… (9)
GB 11845—89	二氧化铀粉末和芯块中钨的测定	分光光度法	…… (13)
GB 11846—89	二氧化铀粉末和芯块中硅的测定	分光光度法	…… (16)

附加说明:

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由国营八一二厂负责起草。

本标准主要起草人王炳昆。

# 二氧化铀粉末和芯块中硅的测定

## 分光光度法

GB 11846—89

Uranium dioxide powder and pellets—Determination  
of silicon—Spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了二氧化铀中硅的测定原理、操作步骤、结果计算和方法精密度。

本标准适用于二氧化铀硅的测定。取样量为0.5g时,测定范围:二氧化铀中硅含量为10~80μg/g。

### 2 方法提要

本标准采用无水碳酸钠熔样,用硝酸溶解熔融物,加入钼酸铵与硅形成硅钼黄,在混合酸介质中,加入抗坏血酸还原成硅钼蓝,于波长800nm处,用3cm比色皿,以水为参比进行光度测定。二氧化铀中主要干扰元素允许量:As 30μg/g、P 250μg/g。

### 3 试剂

除特殊指明外,分析时均使用符合国家标准分析纯试剂。分析用水均为去离子水,电阻率为 $2 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上。

3.1 硼酸(优级纯)溶液 3.5% (m/m)。

3.2 钼酸铵[(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O]溶液 5% (m/m),此溶液澄清后使用。

3.3 草酸(H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O)(优级纯)。

3.4 硫酸(优级纯) 95%~98%。

3.5 硫酸(优级纯)溶液 1.5 mol/L。

3.6 抗坏血酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>)溶液 1% (m/m),此溶液当天配制。

3.7 硝酸(优级纯)溶液(1+1) 用65%~68%硝酸配制。

3.8 2,4-二硝基酚[(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>OH] 0.1% (m/V)

称取0.1g 2,4-二硝基酚,溶解于100mL无水乙醇中。

3.9 混合酸溶液 称取45g草酸(3.3)于1000mL烧杯中,加入826mL水溶解后,在不断地搅拌下,慢慢加入174mL硫酸(3.4),冷却后,转入1000mL磨口瓶中,盖上橡胶塞保存。

3.10 氨水 25%~28%,用前采用蒸馏法提纯。

3.11 硅标准溶液 准确称取0.2140g二氧化硅于铂坩埚中,加入无水碳酸钠1g,混匀,加铂盖,放入马弗炉升温至950℃后,恒温20min,冷却后取出,用热水浸出,浸出液移入500mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入聚乙烯瓶中保存。

3.12 移取标准溶液(3.11) 25mL于500mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入聚乙烯瓶中保存,此溶液每毫升含硅10μg。

### 4 仪器和设备

4.1 分光光度计 波长范围190~900nm;

国家技术监督局1989-10-21批准

1990-08-01实施

# 二氧化铀粉末和芯块中铀的测定

## 硫酸亚铁还原-重铬酸钾氧化滴定法

GB 11841—89

Uranium dioxide powder and pellets—Determination  
of uranium—Ferrous sulfate reduction-potassium  
dichromate oxidation titrimetric method

本标准等效采用ISO 7097《反应堆燃料溶液和铀产品溶液中铀的测定 硫酸亚铁还原-重铬酸钾氧化滴定法》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了核级二氧化铀粉末和芯块中铀的测定原理、方法的适用范围、使用的试剂和仪器设备、分析步骤、分析结果的计算和精密度。

本标准适用于核级二氧化铀粉末和芯块中铀的测定。

### 2 方法提要

2.1 采用减量法称取样品,小量样品用硝酸溶解、蒸干、用水溶解残渣,加入磷酸后进行测定;大量样品直接用磷酸溶解后进行测定。

2.2 在含有亚磷酸的浓磷酸溶液中,用过量的硫酸亚铁将铀(VI)还原到铀(IV),过量的亚铁离子以钼(VI)作催化剂用硝酸氧化,然后加入水和硫酸钒酰,用标准重铬酸钾溶液滴定铀(IV)至铀(VI),以电位法确定滴定的终点。

2.3 核级二氧化铀粉末和芯块中存在的杂质元素不干扰铀的测定。

### 3 试剂

所用试剂除指明者外,均为符合国家标准分析纯试剂。

3.1 氢氟酸(HF, 40%)。

3.2 硝酸(HNO<sub>3</sub>, 65.0%~68.0%)。

3.3 磷酸(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 85%)。

3.4 硫酸溶液(1+1)。

在用水冷却的情况下,边搅拌边将500mL硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 95.0%~98.0%)缓慢地加入到500mL水中。

3.5 硫酸亚铁溶液(280g/L)

在不断搅拌下将50mL硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 95.0%~98.0%)加入到300mL水中,加入140±1g硫酸亚铁(FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O, 不少于99.0%),搅拌至溶解,用水稀释至500mL。此溶液容易氧化,宜现配现用。

3.6 氨基磺酸溶液(150g/L)

将150±1g氨基磺酸(NH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>H, 不少于99.5%)溶解在1L水中。

3.7 氧化剂溶液

将4.0±0.1g钼酸铵[(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O, 不少于99.0%],溶解在400mL水中,加入

国家技术监督局1989-10-21批准

1990-08-01实施