

中华人民共和国国家标准

铀矿石浓缩物中卤素的测定  
伏尔哈德法

GB 11848.7-89

Determination of halidess in uranium ore  
concentrate — Volhard titration

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铀矿石浓缩物中除氟外卤素的测定原理、适用范围、使用的试剂和仪器、分析步骤、分析结果的计算及方法的精密度。

本标准适用于铀矿石浓缩物中含量为0.025%~0.8%的卤素（除氟外）总量的测定。

2 引用标准

GB 10268 铀矿石浓缩物

3 方法提要

3.1 样品用稀硝酸加热分解后，加入一定量过量的硝酸银标准溶液，使 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 离子与 $\text{Ag}^+$ 离子生成卤化银沉淀，以硫酸高铁铵作指示剂，用硫氰酸钾标准溶液回滴过量的硝酸银。

3.2 样品中卤素含量以氯表示。

3.3 杂质含量在GB 10268中规定的指标范围内，其干扰可忽略不计。

4 试剂和材料

所用试剂除特殊注明者外，均为符合国家标准分析纯试剂。

4.1 硝酸（ $\text{HNO}_3$ ，密度1.42g/mL）。

4.2 硝酸溶液（1+4）

将200mL硝酸（4.1）加入到500mL水中，煮沸除去氧化氮，冷却，用水稀释至1L。

4.3 硝酸银标准溶液（0.0500mol/L）

准确称取在110℃烘干的粉末硝酸银8.494g，置于烧杯中，用少量水溶解后，转入1L容量瓶内，并用水稀释至刻度。摇匀。贮于棕色瓶中备用。

4.4 硫酸高铁铵溶液

称取50g硫酸高铁铵，置于500mL烧杯中，加入200mL水，在低温下加热至溶解。然后，在搅拌下滴加硝酸（4.1），直至溶液颜色由棕色变为淡黄色为止。

4.5 硫氰酸钾标准溶液（0.025mol/L）

称取2.43g硫氰酸钾，置于烧杯中，用少量水溶解，转入1L容量瓶内，用水稀释至刻度。摇匀。

标定：分别准确移取10mL硝酸银标准溶液（4.3）于五个250mL烧杯中，各加入25mL硝酸溶液（4.2）、10mL硫酸高铁铵溶液（4.4），在搅拌下，用硫氰酸钾标准溶液（4.5）滴定，当溶液出现淡红棕色时即为终点。

按式（1）计算硝酸银标准溶液（4.3）与硫氰酸钾标准溶液（4.5）的体积比C：