

**EJ**

中华人民共和国核工业部部标准

EJ 277 — 86

---

高纯八氧化三铀中铀的精密测定  
硫酸亚铁还原 / 重铬酸钾电位滴定法

1986-11-11 发布

1987-05-01 实施

---

中华人民共和国核工业部 批 准

# 高纯八氧化三铀中铀的精密测定

## 硫酸亚铁还原／重铬酸钾电位滴定法

本标准系参照采用美国国家标准 ANSI / ASTM C 761 - 77所制定。

### 1 应用范围

1.1 本标准是对美国国家标准—ANSI / ASTM C 761 - 77中滴定法测定铀作详细验证后确定的一种准确和精密的分析铀的方法，用来作为基准和高纯八氧化三铀中铀的精密测定法。

1.2 此法受外来离子的干扰比其它测铀的方法小，通常在高纯八氧化三铀中存在的杂质量对测定不干扰。

### 2 原理

在浓磷酸溶液中用过量硫酸亚铁将铀(VI)还原到铀(IV)。以钼(VI)作催化剂，用硝酸氧化过量的亚铁离子，氨基磺酸除去氧化过程中生成的氮氧化物，用重铬酸钾氧化滴定到电位终点来测定铀(IV)，硫酸钒酰的存在可以加速重铬酸钾与铀(IV)的反应。

### 3 设备

3.1 分析天平，感量为0.1mg和0.01mg的分析天平，砝码经校正。

3.2 pH计，量程为1或2V，最小分读值为1mv。具有同样性能的离子计、电位计或数字电压表均可用。

3.3 铂电极，每天使用前用热的1+1硝酸洗，再放入酒精灯氧化焰中烧到红热。

3.4 饱和甘汞电极。

3.5 电磁搅拌器，使用聚乙烯密封的搅拌子，铁芯长约30mm，直径约4mm。

3.6 电热恒温水浴锅。

3.7 马弗炉，最高工作温度不低于1000℃，温度经校正。

3.8 10ml 滴定管，最小分读值为0.05ml，体积经校正。

### 4 试剂

所有试剂除特别指明者外，均为分析纯，并用蒸馏水或去离子水配制。

4.1 正磷酸，85%。

4.2 硝酸，65%~68%。

4.3 硫酸，95%~98%。

4.4 硫酸，8M。

4.5 氢氟酸，48%。

4.6 硫酸亚铁溶液，1M。于2L烧杯中，在不断搅拌下，缓慢而小心将100mL浓硫酸(4.3)加到约750mL水中，加入280g硫酸亚铁( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )，搅拌直到溶解，用水稀释至1L，混匀。溶液制备后超过两周不应再使用。