



中华人民共和国国家军用标准

FL 1590

GJB 5969.2-2007

潜艇核动力装置用 涂铌二氧化铀微球检测方法 第2部分：铀的测定 硫酸亚铁还原— 重铬酸钾氧化电位滴定法

Test methods for microsphere uranium dioxide with coated niobium
for submarine nuclear power plant—
Part2: Determination of uranium by ferrous sulfate reduction and
potassium dichromate titration method

2007-10-10 发布

2008-03-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

GJB 5969《潜艇核动力装置用涂铌二氧化铀微球检测方法》分为以下 12 个部分：

- 第 1 部分：涂铌层厚度测定 金相法；
- 第 2 部分：铀的测定 硫酸亚铁还原-重铬酸钾氧化电位滴定法；
- 第 3 部分：硅的测定 硅钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：氯的测定 高温水解-离子选择性电极法；
- 第 5 部分：钨的测定 二硫酚锌盐-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 6 部分：氮的测定 蒸馏分离-奈斯勒分光光度法；
- 第 7 部分：硼的测定 甲醇蒸馏分离-离子选择性电极法；
- 第 8 部分：碳的测定 高频感应加热-红外吸收法；
- 第 9 部分：氢的测定 惰气熔融-红外检测法；
- 第 10 部分：铅、锌和镉的测定 离子色谱法；
- 第 11 部分：锂、镉的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镁等十三种元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 GJB 5969《潜艇核动力装置用涂铌二氧化铀微球检测方法》的第 2 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：中国核动力研究设计院。

本部分主要起草人：郑玲玲。

潜艇核动力装置用 涂铌二氧化铀微球检测方法

第 2 部分：铀的测定 硫酸亚铁还原—重铬酸钾氧化电位滴定法

1 范围

本部分规定了涂铌二氧化铀微球中铀测定使用的试剂、仪器、测定步骤、结果计算和方法精密度。

本部分适用于涂铌二氧化铀微球中铀的测定，当称样量为 0.20g~0.25g 时，铀的质量分数测定范围为 65%~80%。

2 方法提要

试样用硝酸—氢氟酸溶解，加入硫酸后蒸至冒白烟，除去硝酸、氢氟酸。在含有氨基磺酸的磷酸介质中，用过量的硫酸亚铁将铀(VI)还原到铀(IV)，剩余的亚铁离子以钼(VI)作催化剂用硝酸氧化，氧化过程中生成的氮氧化物用氨基磺酸除去。在硫酸钒酰存在下，用重铬酸钾溶液滴定铀(IV)至铀(VI)，以电位法确定滴定终点。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氟酸(HF)， ρ 约 1.13g/mL。

3.2 硝酸(HNO₃)， ρ 约 1.40g/mL。

3.3 磷酸(H₃PO₄)， ρ 约 1.69g/mL。

3.4 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇)，GBW06105 或相应的国家标准物质。

3.5 硫酸， ϕ (H₂SO₄)=0.5。

在用水冷却的情况下，边搅拌边将 500 mL 硫酸(H₂SO₄， ρ 约 1.84g/mL)缓慢地加入到 500 mL 水中。

3.6 硫酸亚铁溶液， ρ (FeSO₄·7H₂O)=280 g/L。

在不断搅拌下将 50mL 硫酸(H₂SO₄， ρ 约 1.84g/mL)加入到 300mL 水中，加入 140g 硫酸亚铁(FeSO₄·7H₂O，不少于 99.0%)，搅拌至溶解，用水稀释至 500mL。此溶液有效期为一周。

3.7 氨基磺酸溶液； ρ (NH₂SO₃H)=150 g/L。

将 150g 氨基磺酸(NH₂SO₃H，不少于 99.5%)溶解于水中，用水稀释至 1L。

3.8 氧化剂溶液。

将 4.0g 钼酸氨[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O，不少于 99.0%]，溶解在 400mL 水中，加入 500mL 硝酸(3.2)和 100mL 氨基磺酸溶液(3.7)，混匀。此溶液有效期为一周。

3.9 硫酸钒酰溶液， ρ (VOSO₄·2H₂O)=1.25g/L。

称取 1.25g 硫酸钒酰[w(VOSO₄·2H₂O)，大于 97.0%]溶解在水中，加入 25mL 硫酸(3.5)，用水稀释至 1L。此溶液有效期为一周。

3.10 浓重铬酸钾溶液。

称一个洗净、干燥的 1L 容量瓶的质量(m_1)，精确至 0.01g。称取约 9.81g 重铬酸钾(3.4)(m_2)，精确至 0.1mg，用水溶解，转移到称过的容量瓶中，用水稀释至 1L，称此容量瓶及溶液的总质量(m_3)，精确至 0.01g，混匀。固体重铬酸钾的质量经浮力校正。

按式(1)计算重铬酸钾溶液的质量分数：