

中华人民共和国国家标准

铀矿石浓缩物中铀的测定
硫酸亚铁还原-重铬酸钾滴定法

GB 11848.1—89

Determination of uranium in uranium ore
concentrate by ferrous sulfate reduction
potassium dichromate titrimetric

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铀矿石浓缩物中铀的测定原理、适用范围、使用试剂和仪器、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铀的测定。

2 引用标准

GB 10268 铀矿石浓缩物

3 方法提要

3.1 用减量法称取样品。样品溶解于硫酸与硝酸的混合酸中，然后再称量部分溶液进行分析。

3.2 在含有亚磷酸的浓磷酸溶液中，用过量的硫酸亚铁将铀(VI)还原为铀(IV)，然后在钼(VI)存在下，用硝酸氧化过量的亚铁，用水稀释并加入钒(IV)之后，用重铬酸钾标准溶液滴定。

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

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 氢氟酸(HF, 40%)。

4.2 硝酸(HNO₃, 密度1.42g/mL)。

4.3 高氯酸(HClO₄, 70%)。

4.4 磷酸(H₃PO₄, 85%)。

4.5 硫酸(H₂SO₄, 密度1.84g/mL)。

4.6 硫酸钒酰(VOSO₄·2H₂O)。

注：应使用不含钒(III)和钒(V)的高纯试剂。

4.7 硫酸溶液(9mol/L)

在不断搅拌下将500mL硫酸(4.5)加入到500mL水中，冷却，并用水稀释至1L。

4.8 硫酸亚铁溶液(1.0mol/L)

在搅拌下将100mL硫酸(4.5)加入到750mL水中，再加入278g硫酸亚铁(FeSO₄·7H₂O)，溶解后用水稀释至1L。

注：此溶液两周内有效。

4.9 氧化剂溶液

将4g钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]溶解于400mL水中，加入500mL硝酸(4.2)，混

匀；再加入100 mL 氨基磺酸溶液（4.10），混匀。

4.10 氨基磺酸溶液（ $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ ，1.5 mol/L）

将146 g氨基磺酸溶解于水中，并用水稀释至1 L。

4.11 重铬酸钾标准溶液（I）

称取在130 °C烘6 h的重铬酸钾（基准试剂）约9.81 g（ W_2 ），准确到0.1 mg，用水溶解后转移到已知重量 W_1 的1 L容量瓶中，用水稀释到刻度。称容量瓶和重铬酸钾溶液重 W_3 ，称准到0.01 g，混匀。按式（1）计算重铬酸钾标准溶液（I）的浓度， F_1 （mg U/g溶液）：

$$F_1 = \frac{W_2 \times 1\,000}{W_3 - W_1} \times 2.427\,34 \dots\dots\dots (1)$$

式中： W_1 ——容量瓶重量，g；

W_2 ——固体重铬酸钾重量，g；

W_3 ——容量瓶加重铬酸钾标准溶液（I）的重量，g；

2.427 34 ——重铬酸钾对铀的换算系数。

注：固体重铬酸钾的重量应作浮力和纯度校正。

4.12 重铬酸钾标准溶液（II）

用150 mL塑料瓶称取重铬酸钾标准溶液（I）（4.11）约150 g（ W_4 ），称准到1 mg，将溶液倒入经体积校正的2 L容量瓶中；再称塑料瓶和残存溶液的重量 W_5 ，称准到1 mg，以水稀释到刻度，充分混匀。按式（2）计算重铬酸钾标准溶液（II）的浓度， F_2 （mg U/g溶液）：

$$F_2 = \frac{(W_4 - W_5) F_1}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中： F_1 ——按式（1）计算的1 g重铬酸钾标准溶液（I）相当于铀的毫克数，mg U/g溶液；

W_4 ——塑料瓶和重铬酸钾标准溶液（I）的重量，g；

W_5 ——塑料瓶和残存重铬酸钾标准溶液（I）的重量，g；

V ——校正后2 L容量瓶的体积，mL。

5 仪器

5.1 称样瓶125 mL，带有输出管嘴的塑料瓶。

5.2 滴定瓶50 mL，带有输出管嘴的塑料瓶。

5.3 微量滴定管5 mL。

5.4 离子计或pH计，一支铂电极和一支甘汞电极。

5.5 磁力搅拌器。

5.6 分析天平，感量5 mg。

6 分析步骤

6.1 样品瓶在混合器中混合5 ~ 10 min。

6.2 用减量法称取约4 g（ m ）样品，准确到0.1 mg，置于250 mL高型烧杯中，用水湿润。加入20 mL硫酸溶液（4.7）、1 mL硝酸（4.2）和3 mL高氯酸（4.3），盖上表皿，放在电热板上加热冒烟，直到样品完全溶解。

6.3 冷却后，加2 mL氢氟酸（4.1），加热至冒烟。

6.4 冷却后，用少量水将溶液转移至已知重量 W_6 的称样瓶（5.1）中，称样瓶称准到1 mg，用水稀释到大约100 mL。

6.5 称称样瓶和样品溶液的重量 W_7 ，称准到1 mg，充分混匀。

6.6 取含有150 ~ 200 mg铀的样品溶液后，再称量称样瓶和样品溶液的重量 W_8 ，称准到0.1 mg，置于250 mL高型烧杯中，在低温电炉上蒸至冒白烟，用少量水洗杯壁，放入一个磁搅拌子。