



中华人民共和国国家标准

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

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

1989-10-21 发布

1990-08-01 实施

国家技术监督局 发布

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 在含有氨基磺酸的浓磷酸溶液中，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(HNO₃, 65.0%~68.0%)。

3.3 磷酸(H₃PO₄, 85%)。

3.4 硫酸溶液(1+1)。

在用水冷却的情况下，边搅拌边将500 mL硫酸(H₂SO₄, 95.0%~98.0%)缓慢地加入到500 mL水中。

3.5 硫酸亚铁溶液(280 g/L)

在不断搅拌下将50 mL硫酸(H₂SO₄, 95.0%~98.0%)加入到300 mL水中，加入140 ± 1 g硫酸亚铁(FeSO₄·7H₂O, 不少于99.0%)，搅拌至溶解，用水稀释至500 mL。此溶液容易氧化，宜现配现用。

3.6 氨基磺酸溶液(150 g/L)

将150 ± 1 g氨基磺酸(NH₂SO₃H, 不少于99.5%)溶解在1 L水中。

3.7 氧化剂溶液

将4.0 ± 0.1 g钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O, 不少于99.0%]，溶解在400 mL水中，加入