UDC 621.039.54：543
F 46

中华人民共和国国家标准

GB 11846—89

二氧化铀粉末和芯块中硅的测定 分光光度法

Uranium dioxide powder and pellets—Determination of silicon—Spectrophotometric method

1989-10-21 发布　　1990-08-01 实施

国家技术监督局　发布

中华人民共和国国家标准

二氧化铀粉末和芯块中硅的测定 分光光度法

GB 11846—89

Uranium dioxide powder and pellets—Determination of silicon—Spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了二氧化铀中硅的测定原理、操作步骤、结果计算和方法精密度。

本标准适用于二氧化铀硅的测定。取样量为0.5 g时，测定范围：二氧化铀中硅含量为10～80μg/g。

2 方法提要

本标准采用无水碳酸钠熔样，用硝酸溶解熔融物，加入钼酸铵与硅形成硅钼黄，在混合酸介质中，加入抗坏血酸还原成硅钼蓝，于波长800 nm处，用3 cm比色皿，以水为参比进行光度测定。二氧化铀中主要干扰元素允许量：As 30μg/g、P 250 μg/g。

3 试剂

除特殊指明外，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。分析用水均为去离子水，电阻率为 $2\times10^6\Omega\cdot cm$以上。

3.1 硼酸（优级纯）溶液 3.5%（*m/m*）。

3.2 钼酸铵〔$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot4H_2O$〕溶液 5%（*m/m*），此溶液澄清后使用。

3.3 草酸（$H_2C_2O_4\cdot2H_2O$）（优级纯）。

3.4 硫酸（优级纯） 95%～98%。

3.5 硫酸（优级纯）溶液 1.5 mol/L。

3.6 抗坏血酸（$C_6H_8O_6$）溶液 1%（*m/m*），此溶液当天配用。

3.7 硝酸（优级纯）溶液（1＋1） 用65%～68%硝酸配制。

3.8 2,4-二硝基酚〔$(NO_3)_2C_6H_3OH$〕 0.1%（*m/V*）

称取0.1 g 2,4-二硝基酚，溶解于100 mL无水乙醇中。

3.9 混合酸溶液 称取45 g草酸（3.3）于1000 mL烧杯中，加入826 mL水溶解后，在不断地搅拌下，慢慢加入174 mL硫酸（3.4），冷却后，转入1000 mL磨口瓶中，盖上橡胶塞保存。

3.10 氨水 25%～28%，用前采用蒸馏法提纯。

3.11 硅标准溶液 准确称取0.2140 g二氧化硅于铂坩埚中，加入无水碳酸钠1 g，混匀，加铂盖，放入马弗炉升温至950 ℃后，恒温20 min，冷却后取出，用热水浸出，浸出液移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，转入聚乙烯瓶中保存。

3.12 移取标准溶液（3.11）25 mL于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，转入聚乙烯瓶中保存，此溶液每毫升含硅10μg。

4 仪器和设备

4.1 分光光度计 波长范围190～900 nm；

国家技术监督局1989-10-21批准 1990-08-01实施