



中华人民共和国国家标准

GB/T 11844—2015

代替 GB 11844—1989, GB/T 13369—1992

二氧化铀粉末和芯块中氟、氯的测定 高温水解-离子选择性电极法

Determination of fluorine and chlorine in uranium dioxide powder and pellets—Pyrohydrolysis ion-selective electrode method

(ISO 22875:2008, Nuclear energy—Determination of chlorine and fluorine in uranium dioxide powder and sintered pellets, MOD)

2015-07-03 发布

2016-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
二氧化铀粉末和芯块中氟、氯的测定
高温水解-离子选择性电极法

GB/T 11844—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2015年7月第一版

*

书号: 155066·1-51796

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 11844—1989《二氧化铀粉末和芯块中氟的测定 高温水解-离子选择性电极法》和 GB/T 13369—1992《二氧化铀粉末和芯块中氯的测定 高温水解-离子选择性电极法》，与 GB 11844—1989 和 GB/T 13369—1992 相比，主要技术变化如下：

- 修改了取样量和测定范围；
- 修改了标准曲线绘制内容；
- 修改了高温水解过程参数；
- 修改了 GB 11844—1989 和 GB/T 13369—1992 精密度。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 22875:2008《核能 二氧化铀粉末和烧结芯块中氟氯的测定》。

本标准与 ISO 22875:2008 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 22875:2008 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 22875:2008 相比存在技术性差异，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示，附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准与 ISO 22875:2008 相比还做了下列编辑性修改：

- 改变标准名称；
- 增加资料性附录 C。

本标准由中国核工业集团公司提出。

本标准由全国核能标准化技术委员会(SAC/TC 58)归口。

本标准起草单位：中核建中核燃料元件有限公司。

本标准主要起草人：宋丽娟、徐建平、张时红、夏虹。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 11844—1989；
- GB/T 13369—1992。

二氧化铈粉末和芯块中氟、氯的测定

高温水解-离子选择性电极法

1 范围

本标准规定了测定二氧化铈粉末和芯块中氟、氯的方法提要、试剂、仪器和设备、试样、分析步骤、结果计算及方法精密度。

本标准适用于二氧化铈粉末和芯块中氟、氯的测定,当称样范围为 0.5 g~5.0 g 时,氟测定范围为 1 $\mu\text{g/g}$ ~400 $\mu\text{g/g}$,氯测定范围 2 $\mu\text{g/g}$ ~200 $\mu\text{g/g}$ 。存在于吸收溶液中杂质离子 Al^{3+} 不大于 16 μg 、 Ca^{2+} 不大于 10 μg 、 Fe^{3+} 不大于 10 μg 、 Mg^{2+} 不大于 22 μg 时,对氟的测定没有影响。

2 方法提要

试样在 900 $^{\circ}\text{C}$ ~1 000 $^{\circ}\text{C}$ 的石英反应管中,通入含水蒸气的空气流进行高温水解,氟、氯分别以氟化氢、氯化氢的形式挥发出来,并被缓冲溶液吸收,用氟离子选择电极、氯离子选择电极测定。

3 试剂

除非另有说明,本文均使用符合国家标准或专业标准的优级纯试剂,分析用水应符合电导率(25 $^{\circ}\text{C}$)不大于 0.10 mS/m。

3.1 缓冲溶液

称取 0.50 g 乙酸钾(CH_3COOK)(分析纯)于 100 mL 烧杯中,用水溶解后,加入 0.25 mL 冰乙酸(CH_3COOH ,密度 1.05 g/cm^3),将其全部转移至 1 L 容量瓶中并用水稀释至刻度,摇匀,贮于聚乙烯瓶中备用。

3.2 氟标准溶液,1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取 2.210 1 g 经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干 2 h 的氟化钠(NaF),溶于少量水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮于聚乙烯瓶中备用。或者使用有证标准物质。

3.3 氟标准溶液,50 $\mu\text{g/mL}$

用氟标准溶液(3.2)稀释。

3.4 氯标准溶液,1 000 $\mu\text{g/mL}$

称取 1.648 5 g 经 400 $^{\circ}\text{C}$ ~450 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的氯化钠(NaCl),溶于少量水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,贮于聚乙烯瓶中备用。或者使用有证标准物质。

3.5 氯标准溶液,50 $\mu\text{g/mL}$

用氯标准溶液(3.4)稀释。