



中华人民共和国国家标准

GB/T 11846—2015
代替 GB/T 11846—1989

二氧化铀粉末和芯块中硅的测定 分光光度法

Determination of silicon in uranium dioxide powder and
pellets by spectrophotometry

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
二氧化铈粉末和芯块中硅的测定
分光光度法

GB/T 11846—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: 155066·1-51569

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/T 11846—1989《二氧化铀粉末和芯块中硅的测定 分光光度法》。

本标准与 GB/T 11846—1989 相比,主要变化如下:

- 增加了硝酸-氢氟酸溶解试样的方法(见 6.3);
- “范围”中增加了酸溶法的测定范围;
- “方法提要”中增加了酸溶法的溶样温度条件;
- “方法精密度”中的表格增加了表头,将“ r 、 R ”替换为“ S_r 、 S_R ”,修改其中的打印错误,增加酸溶法的方法精密度。

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:梁华、徐建平、林维智。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11846—1989。

二氧化铈粉末和芯块中硅的测定

分光光度法

1 范围

本标准规定了二氧化铈粉末和芯块中硅测定的方法提要、试剂和材料、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硅的测定,也适用于核级八氧化三铈中硅的测定。碱熔融法取样量为 0.5 g 时,测定范围为 10 $\mu\text{g/g}$ ~80 $\mu\text{g/g}$;酸溶法取样量为 0.2 g 时,测定范围为 10 $\mu\text{g/g}$ ~300 $\mu\text{g/g}$ 。

试样中主要干扰元素允许量:As 为 30 $\mu\text{g/g}$ 、P 为 250 $\mu\text{g/g}$ 。

2 方法提要

采用硝酸-氢氟酸 60 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$ 或碱熔融法分解试样,在一定酸度条件下,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 810 nm(或 800 nm)处,用 5 cm(或 3 cm)比色皿,以水为参比进行光度测定。

3 试剂和材料

除非另有说明,分析时均应使用符合国家标准的优级纯试剂。所用水满足电导率(25 $^{\circ}\text{C}$)不大于 0.1 mS/m。

3.1 试剂

3.1.1 碳酸钠(Na_2CO_3)。

3.1.2 氢氟酸(HF), $\rho=1.15\text{ g/mL}$ 。

3.1.3 硼酸溶液,35 g/L。

3.1.4 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液,50 g/L,此溶液澄清后使用。

3.1.5 硫酸溶液,1.5 mol/L。

3.1.6 抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)溶液,10 g/L,此溶液使用当天配制的溶液。

3.1.7 硝酸(HNO_3), $\rho=1.40\text{ g/mL}$ 。

3.1.8 硝酸溶液,由(3.1.7)配制,与水体积比为 1:1。

3.1.9 2,4-二硝基酚乙醇溶液 $[(\text{NO}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}]$,称取 2,4-二硝基酚 0.1 g,溶解于 100 mL 无水乙醇中。

3.1.10 草酸-硫酸混合溶液,称取 45 g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 1 000 mL 烧杯中,加入适量水溶解后,在不断地搅拌下,缓慢加入约 175 mL 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。冷却后转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,转入聚乙烯瓶中保存。

3.1.11 氨水,用前采用蒸馏法或扩散法提纯。