



中华人民共和国国家标准

GB 11843—89

二氧化铀粉末和芯块中氮的测定 分光光度法

Uranium dioxide powder and pellets—Determination
of nitrogen—Spectrophotometric 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氮的测定 分光光度法

GB 11843—89

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了二氧化铀中氮的测定原理、操作步骤及方法精密度。

本标准适用于二氧化铀中微量氮的测定。测定范围：二氧化铀中氮含量为20~200 μg/g。

2 方法提要

样品用盐酸、过氧化氢溶解，使样品中的氮化物转换为铵盐，加入氢氧化钠溶液使其变成碱性后，进行水蒸气蒸馏。分离出氨，同时与基体及杂质元素分离，含氨的蒸馏液与奈氏勒试剂反应，形成黄色的稳定络合物。用3 cm比色皿，以水为参比溶液，于分光光度计波长420 nm处，测定其吸光度。

二氧化铀中其他离子不干扰测定。

3 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂。所用水均为无氨的去离子水。

3.1 盐酸（优级纯） ρ 1.19g/cm³。

3.2 过氧化氢（优级纯）30%。

3.3 氢氧化钠（优级纯）。

3.4 氢氧化钠溶液 50% (m/V)。

3.5 奈氏勒试剂的制备

18g碘化钾溶于50mL水中。9g氯化汞溶于150mL热水中，将此溶液慢慢地加入到碘化钾溶液中，边加边充分搅拌，此时产生红色的碘化汞沉淀，加入300mL 20% (m/V)的氢氧化钾溶液，移入500mL棕色的容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀。于暗处放置72h以上，取上层清液使用。

3.6 氮标准溶液

3.6.1 氮标准贮备溶液

称取预先在105~110℃烘过2h的优级纯氯化铵3.819g，溶于水中，移入1000mL容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液含氮量为1mg/mL。

3.6.2 氮标准工作溶液

分取上述溶液（3.6.1），用水稀释成含氮量为20μg/mL的工作溶液。

4 设备、仪器

4.1 带调压器的电热板 1600W。

4.2 分光光度计 波长范围360~810nm。

4.3 分析天平 感量为0.1mg。