

UDC 621.039.543.4
F 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 14501.4—93

六氟化铀中硅的测定 分光光度法

Spectrophotometric determination of silicon in uranium hexafluoride

1993-06-19 发布

1994-04-01 实施

国家技术监督局 发布

六氟化铀中硅的测定 分光光度法

Spectrophotometric determination of silicon in uranium hexafluoride

1 主题内容与适用范围

本标准规定了分光光度法测定六氟化铀中硅的方法原理、仪器、试剂、分析步骤、结果计算和方法精密密度。

本标准适用于六氟化铀中硅的测定,取样量为0.7 g 铀的六氟化铀水解液时,测定范围为4~20 $\mu\text{g/g}$ 铀。

2 μg 砷,50 μg 钨不干扰硅的测定。磷的干扰用草酸消除;氟的干扰用硼酸消除。

2 方法原理

在一定酸度范围内,钼酸铵与硅酸盐形成硅钼络离子,用1-氨基-2-萘酚-4-磺酸、亚硫酸钠、偏重亚硫酸钠混合液还原硅钼络离子为硅钼蓝络合物,在波长710 nm 处进行分光光度测定。

3 仪器、设备

- 3.1 聚乙烯瓶:100 mL,带有刻度。
- 3.2 聚乙烯杯:250 mL。
- 3.3 聚乙烯移液管:1、2和5 mL,经计量鉴定合格。
- 3.4 多孔水浴锅。
- 3.5 铂皿:100 mL。
- 3.6 铂坩埚:50 mL。
- 3.7 分析天平:感量0.1 mg。
- 3.8 分光光度计:带有5 cm 比色皿。

4 试剂

除非另有说明,使用的试剂均为优级纯试剂,分析用水均为去离子水(电阻率大于 $2 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$)。

- 4.1 氢氧化铵:纯化。在带有支管的塑料瓶中蒸馏500 mL 氢氧化铵(25%~28%,分析纯)于300 mL 水中,并测定其浓度。
- 4.2 氢氧化铵溶液:用氢氧化铵(4.1)配制, $c(\text{NH}_4\text{OH})=8 \text{ mol/L}$ 。
- 4.3 钼酸铵溶液:100 g/L。溶解100 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,分析纯于500 mL 热水(水温不超过60 $^\circ\text{C}$)中,用水稀释至1 L。
- 4.4 硼酸溶液:50 g/L。溶解25 g 硼酸(H_3BO_3)于水中,用水稀释至500 mL。
- 4.5 草酸溶液:50 g/L。溶解25 g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于水中,用水稀释至500 mL。
- 4.6 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。
- 4.7 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。