



中华人民共和国国家标准

GB/T 11848.1—2008
代替 GB/T 11848.1—1989

铀矿石浓缩物分析方法 第 1 部分：硫酸亚铁还原-重铬酸钾 滴定法测定铀

Methods for analysis of uranium ore concentrate—
Part 1: Determination of uranium by ferrous sulfate reduction
potassium dichromate titrimetry

2008-09-19 发布

2009-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 11848《铀矿石浓缩物分析方法》预计分为以下 16 个部分：

- 第 1 部分：硫酸亚铁还原-重铬酸钾滴定法测定铀；
- 第 2 部分：硝酸不溶铀的测定；
- 第 3 部分：可萃有机物的测定；
- 第 4 部分：二乙基二硫代氨基甲酸盐光度法测定砷；
- 第 5 部分：非水滴定法测定碳酸根；
- 第 6 部分：离子选择性电极法测定氟；
- 第 7 部分：伏尔哈德法测定卤素；
- 第 8 部分：110 °C 下失重法测定水分；
- 第 9 部分：重量法测定硅；
- 第 10 部分：燃烧-碘量法测定硫；
- 第 11 部分：钍试剂光度法测定钍；
- 第 12 部分：分光光度法测定硼；
- 第 13 部分：二钾酚橙分光光度法测定锆；
- 第 14 部分：原子吸收光谱法测定钾、钠；
- 第 15 部分：原子吸收光谱法测定铁、钙、镁、钼、钛、钒；
- 第 16 部分：分光光度法测定磷。

本部分为 GB/T 11848 的第 1 部分。

本部分对应于 ASTM C1267:2006《铀矿石浓缩物中铀的测定——硫酸亚铁还原-重铬酸钾滴定法》，与 ASTM C1267:2006 的一致性程度为非等效。

本部分与 ASTM C1267:2006 相比，主要技术性差异如下：

- 补充了溶样方法；
- 将自动电位滴定仪改为采用普通的电位滴定方法；
- 取样量有所变化。

本部分代替 GB/T 11848.1—1989《铀矿石浓缩物中铀的测定 硫酸亚铁还原-重铬酸钾滴定法》。

本部分和 GB/T 11848.1—1989 相比，主要差异如下：

- 样品称样量 4 g 改为 1 g；
- 对重铬酸钾的浓度表示方法和计算公式以及铀含量计算公式进行了修改；
- 增加了质量浮力校正的资料性附录。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国核工业集团公司提出。

本部分由全国核能标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：核工业北京化工冶金研究院。

本部分主要起草人：吴文斌、王海生。

本部分所代替的标准历次版本发布情况为：

- GB/T 11848.1—1989。

铀矿石浓缩物分析方法

第 1 部分：硫酸亚铁还原-重铬酸钾 滴定法测定铀

1 范围

GB/T 11848 的本部分规定了铀矿石浓缩物中铀的测定原理、适用范围、使用试剂和仪器、分析步骤、分析结果的计算和方法的精密度。

本部分适用于铀矿石浓缩物中铀的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 11848 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 10268 铀矿石浓缩物

3 方法提要

- 3.1 采用减量法称取样品。样品溶解于硫酸与硝酸的混合酸中，然后再称量部分溶液进行分析。
- 3.2 在含有氨基磺酸的浓磷酸溶液中，用过量的硫酸亚铁溶液将铀(VI)还原成铀(IV)，然后在钼(VI)存在下，用硝酸氧化过量的亚铁，用水稀释并加入硫酸钒酰，用重铬酸钾标准溶液滴定。
- 3.3 杂质含量在 GB/T 10268 中规定的指标范围内，其干扰可忽略不计。

4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水。

- 4.1 氢氟酸， $w(\text{HF}) = 30\%$ 。
- 4.2 硝酸， $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 4.3 高氯酸， $w(\text{HClO}_4) = 70\%$ 。
- 4.4 磷酸， $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 85\%$ 。
- 4.5 硫酸， $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g/mL}$ 。
- 4.6 硫酸钒酰($\text{VOSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，应使用不含钒(III)和钒(V)的高纯试剂。
- 4.7 硫酸溶液， $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/L}$ 。

在不断搅拌下将 500 mL 硫酸(4.5)加入到 500 mL 水中，冷却，并用水稀释至 1L。

- 4.8 硫酸亚铁溶液， $c(\text{FeSO}_4) = 1.0 \text{ mol/L}$ 。

在搅拌下将 100 mL 硫酸(4.5)加入到 750 mL 水中，再加入 278 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)，溶解后稀释至 1 L，此溶液两周内有效。

4.9 氧化剂溶液

将 4 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 400 mL 水中，加入 500 mL 硝酸(4.2)，混匀；再加入 100 mL 氨基磺酸溶液(4.10)，混匀。

- 4.10 氨基磺酸溶液， $c(\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}) = 1.5 \text{ mol/L}$ 。