



中华人民共和国国家标准

GB/T 11848.12—1999

铀矿石浓缩物中硼的测定 分光光度法

Determination of boron in uranium ore concentrate
by spectrophotometry

1999-05-19 发布

1999-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

由非等效采用美国 ASTM C1022:1984《铀矿石浓缩物的化学和原子吸收分析的标准方法》中 128~137 节所制定的国家标准 GB/T 11848.12—1989《铀矿石浓缩物中硼的测定 分光光度法》已实施多年,根据应用中使用单位提出的原方法溶样过程不易掌握的缺点及多年工作经验,并非等效美国 ASTM 最新版本 C1022:1993《铀矿石浓缩物的化学和原子吸收分析的标准方法》119~129 节的内容,对原标准中的样品分解、氟干扰除去、铀的干扰等内容进行了修改,其余部分与美国 ASTM 最新版本 C1022:1993 中 119~129 节的内容相同。

本标准从实施之日起代替 GB/T 11848.12—1989。

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由核工业标准化研究所归口。

本标准起草单位:核工业北京化工冶金研究院。

本标准主要起草人:刘福云、李晓红。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国国家标准

铀矿石浓缩物中硼的测定 分光光度法

GB/T 11848.12—1999

Determination of boron in uranium ore concentrate
by spectrophotometry

代替 GB/T 11848.12—1989

1 范围

本标准规定了铀矿石浓缩物中硼的测定原理、适用范围、使用的试剂和仪器、分析步骤、分析结果的计算和方法的精密度。

本标准适用于铀矿石浓缩物中含量大于 0.002% 的硼的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 10268—1988 铀矿石浓缩物

3 方法提要

3.1 样品用盐酸和过氧化氢溶解后,在浓硫酸介质中,硼与胭脂红酸形成紫红色络合物,然后在 610 nm 波长处测定吸光度。

3.2 干扰

3.2.1 钒、钛在 0.1%、锆在 5% 以下不干扰测定。

3.2.2 用硫酸蒸至刚冒烟除去氟的干扰。

3.2.3 其他杂质元素在 GB/T 10268—1988 中 2.5 规定的指标范围内,其干扰可忽略不计。

4 试剂

所用试剂除特殊注明者外均为优级纯试剂。所用水均为亚沸蒸馏水。

4.1 过氧化氢(H_2O_2 , 密度 1.11 g/mL)。

4.2 盐酸(HCl, 密度 1.19 g/mL)。

4.3 硫酸(H_2SO_4 , 密度 1.84 g/mL)。

4.4 硼标准溶液(1 mg/mL)

将 5.719 4 g 在干燥器中干燥过的硼酸(H_3BO_3),用水溶解并稀释至 1 L。

注:硼酸在烘干时易分解,只能在干燥器中干燥后使用。

4.5 硼标准溶液(10.0、20.0、40.0、60.0、80.0 $\mu\text{g/mL}$)

由上述溶液(4.4)稀释而成。

4.6 胭脂红酸溶液(1.0 g/L)

称取 1.0 g 胭脂红酸($C_{22}H_{20}O_{13}$, 化学纯)置于烧杯中,加入少量硫酸(4.3),并不断搅拌使其全部溶

解后,用硫酸(4.3)稀释至1 L,放置5天后使用,密封保存可稳定一个月。

5 仪器和设备

- 5.1 分光光度计,波长范围420~700 nm,1 cm 石英比色皿。
- 5.2 电热板。
- 5.3 石英烧杯 100 mL。
- 5.4 石英容量瓶 25 mL,A 级。
- 5.5 石英容量瓶 10 mL,A 级。
- 5.6 石英移液管 1,5,10 mL,A 级。
- 5.7 石英表面皿。

6 分析步骤

6.1 硼的工作曲线

6.1.1 用移液管(5.6)移取硼标准溶液(4.5)各1.00 mL 置于一系列烧杯(5.3)中,同时移取1.00 mL 水做空白。

6.1.2 用移液管(5.6)加入10 mL 盐酸(4.2),分两次加入10 mL 过氧化氢(4.1),盖上表面皿(5.7)。

6.1.3 将溶液低温浓缩(不能沸腾)至5 mL 左右,再加入5 mL 硫酸(4.3)继续低温浓缩至刚冒白烟(此时体积为5 mL 左右)后,分别转移到一系列容量瓶(5.5)中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.1.4 用移液管(5.6)移取上述溶液1.00 mL 置于一系列干的容量瓶(5.4)中。

6.1.5 加入5.0 mL 硫酸(4.3)和5.0 mL 胭脂红酸溶液(4.6),立即盖上瓶盖,摇匀。

注:硫酸易吸水,加入后要立即盖上瓶盖,否则影响缩合反应,使结果偏低。

6.1.6 放置30 min,在分光光度计(5.1)上,用1 cm 比色皿(5.1),于610 nm 波长处,以试剂空白为参比测定吸光度。

6.1.7 绘制硼含量对吸光度的工作曲线。

6.2 样品分析

6.2.1 称取样品1 g 准确到1 mg,置于烧杯(5.3)中,同时带试剂空白。

6.2.2 用少量水湿润样品,用移液管(5.6)加入10 mL 盐酸(4.2),分两次加入10 mL 过氧化氢(4.1),盖上石英表面皿(5.7),在电热板(5.2)上低温缓慢加热至样品全部溶解。以下按6.1.3~6.1.6的分析步骤进行。

注:如果溶液浑浊,可过滤或离心,残渣用2~4 g 无水碳酸钠熔融。用盐酸溶解熔融物,溶液合并到滤液中。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算样品中硼的百分含量:

$$Q_B = \frac{k \times \mu}{m} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: Q_B ——样品中硼的百分含量, %;

μ ——由工作曲线(6.1.7)查得测定溶液中的硼量, μg ;

m ——称取样品质量, g;

k ——稀释倍数, 10。

7.2 按式(2)计算基于铀量的硼的百分含量:

$$Q_B(U) = \frac{Q_B}{Q_U} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: $Q_B(U)$ ——基于铀量的硼的百分含量, %;

Q_B ——样品中硼的百分含量，%；

Q_U ——样品中铀的百分含量，%。

8 精密度

在硼量大于 0.002% 时，本方法的相对标准偏差小于 5%。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



中华人民共和国
国家标准
铀矿石浓缩物中硼的测定
分光光度法
GB/T 11848.12—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

无锡富瓷快速印务有限公司印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1999年9月第一版 1999年9月第一次印刷
印数 1—600

*

书号: 155066·1-16159

*

标 目 385—29