

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 11848.5—1999

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铀矿石浓缩物中碳酸根的测定
非 水 滴 定 法

GB/T 11848.5—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

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
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 8 千字

1999 年 9 月第一版 1999 年 9 月第一次印刷

印数 1—600

*

书号: 155066·1-16157 定价 8.00 元

*

标 目 385—27

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 44～50 节所制定的国家标准 GB/T 11848.5—1989《铀矿石浓缩物中碳酸根的测定 二氧化碳重量法》已实施多年,根据应用中使用单位提出的操作比较繁琐等问题及多年工作经验,并非等效采用美国 ASTM 最新版本 C 1022:1993《铀矿石浓缩物的化学和原子吸收分析的标准方法》中 44～50 节的内容,本标准对吸收测定部分进行了修改,由重量法改为非水滴定法。样品分解、载气的净化及除杂质部分与美国 ASTM C1022:1993 中的相关内容相同。

本标准从实施之日起代替 GB/T 11848.5—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:李艳平、彭红文。

铀矿石浓缩物中碳酸根的测定
非水滴定法

GB/T 11848.5—1999

代替 GB/T 11848.5—1989

Determination of carbonate in uranium ore concentrate
by titration in non-aqueous solvent

1 范围

本标准规定了铀矿石浓缩物中碳酸根的测定原理、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为 0.1%~3%的碳酸根的测定。

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 样品用盐酸分解。用经碱石棉和氢氧化钾溶液洗涤过的洁净空气作载体。
- 3.2 碳酸根分解放出的二氧化碳,通过高锰酸钾溶液、硫酸铜溶液和金属锌以除去二氧化硫、硫化氢和氯化氢。
- 3.3 净化后的二氧化碳用乙醇-乙醇胺溶液吸收,以酚酞-中性红-溴钾酚绿为指示剂,用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾标准溶液滴定,测定碳酸根的含量。
- 3.4 杂质含量在 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,均为分析纯试剂。所用水均为去离子水。

- 4.1 碱石棉(0.84~2.00 mm)。
- 4.2 金属锌(0.84~2.00 mm)。
- 4.3 5%(m/V)高锰酸钾溶液。
- 4.4 10%(m/V)硫酸铜溶液。
- 4.5 20%(m/V)氢氧化钾溶液。
- 4.6 盐酸溶液(1+1)。
- 4.7 基准无水碳酸钠

预先在 250℃下烘烤 2 h,置于干燥器中备用。

4.8 混合指示剂溶液

称取 0.1 g 酚酞(化学纯)、0.005 g 中性红(化学纯)及 0.005 g 溴甲酚绿(化学纯)置于烧杯中,用

少量无水乙醇溶解,并稀释至 250 mL。

4.9 非水吸收液

移取 2.5 mL 混合指示剂溶液(4.8),加入 5 mL 乙醇胺,用无水乙醇稀释至 200 mL,摇匀,现用现配。

4.10 非水滴定溶液

称取 5 g 优级纯氢氧化钾,溶于少量无水乙醇中,加入 25 mL 乙醇胺,再用无水乙醇稀释至 1 L,储于塑料瓶中,放置过夜备用。

5 仪器设备和装置

5.1 仪器设备

5.1.1 碱石棉(4.1)洗气球(内装碱石棉高度为 80 mm 左右)。

5.1.2 氢氧化钾(4.5)洗气瓶(内装溶液高度为 120 mm 左右)。

5.1.3 可调温电炉(1 000 W)。

5.1.4 反应瓶(250 mL)。

5.1.5 滴液漏斗(100 mL)。

5.1.6 球形冷凝管。

5.1.7 高锰酸钾(4.3)洗气瓶(每球体积 20 mL)。

5.1.8 硫酸铜(4.4)洗气瓶(每球体积 20 mL)。

5.1.9 金属锌(4.2)U 形管(内径 14 mm,内装锌粒高度为 90 mm)。

5.1.10 吸收瓶(装吸收液部分内径为 20 mm)。

5.1.11 水洗气瓶(内装水高度为 120 mm 左右)。

5.1.12 抽气泵(抽速 1 000 mL/s)。

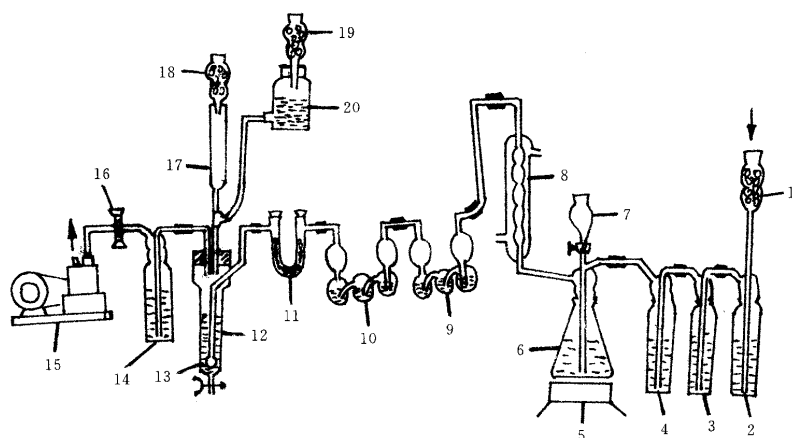
5.1.13 浮子流量计(流量 100~1 000 mL/min)。

5.1.14 碱式滴定管(10 mL,A 级)。

5.1.15 非水滴定溶液(4.10)下口瓶(200 mL)。

5.2 定碳装置

定碳装置如图 1 所示。



- 1, 18, 19—洗气球(5.1.1); 2, 3, 4—洗气瓶(5.1.2); 5—可调温电炉(5.1.3); 6—反应瓶(5.1.4); 7—滴液漏斗(5.1.5); 8—冷凝管(5.1.6); 9—洗气瓶(5.1.7); 10—洗气瓶(5.1.8); 11—U形管(5.1.9); 12—吸收瓶(5.1.10); 13—非水吸收液(4.9); 14—洗气瓶(5.1.11); 15—抽气泵(5.1.12); 16—流量计(5.1.13); 17—碱式滴定管(5.1.14); 20—下口瓶(5.1.15)

图 1 定碳装置

6 分析步骤

6.1 非水滴定溶液的标定

6.1.1 称取约 60 mg 基准无水碳酸钠(4.7), 准确到 0.1 mg, 置于反应瓶(6)中, 用少量水润湿, 将反应瓶连接好。

6.1.2 吸取 15 mL 非水吸收液(4.9)置于吸收瓶(12)中, 按图 1 连接好。

6.1.3 慢慢调节浮子流量计(16), 使洗气瓶(2)中的气泡以每秒 3 个的速度产生。

6.1.4 用非水滴定溶液(4.10)滴定, 至吸收液颜色由浅绿色变为稳定的玫瑰紫色, 记下滴定管(17)液面读数。

6.1.5 从滴液漏斗(7)中慢慢往反应瓶中加入 20 mL 盐酸溶液(4.6), 关好漏斗活塞, 将反应瓶在可调温电炉(5)上加热至微沸使二氧化碳分解逸出。

6.1.6 用非水吸收液吸收逸出的二氧化碳的同时用非水滴定溶液(4.10)滴定, 直至吸收液颜色由浅绿色变为稳定的玫瑰紫色(终点)。

6.1.7 记下滴定管(17)液面读数。

6.1.8 两次读数之差为称取基准无水碳酸钠中碳酸根消耗非水滴定溶液的体积(V_1)。

6.2 样品分析

6.2.1 称取 4~5 g(碳酸根含量较高时应减少称样量)样品(W), 准确到 0.01 g, 置于反应瓶(6)中, 加入少量水以润湿样品, 按图 1 连接好。

6.2.2 以下按 6.1.2~6.1.7 的分析步骤进行。

6.2.3 两次读数之差为样品中碳酸根消耗非水滴定液的体积(V_2)。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算非水滴定溶液对碳酸根的滴定度:

$$T = K \frac{W}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——非水滴定溶液对碳酸根的滴定度，mg/mL；

K——常数，碳酸根与碳酸钠分子量之比即 60.01/105.99；

W——称取基准无水碳酸钠的质量，mg；

V₁——无水碳酸钠消耗非水滴定溶液的体积，mL。

7.2 按式(2)计算样品中碳酸根的百分含量：

$$Q_c = \frac{TV_2}{G \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：Q_c——样品中碳酸根的百分含量，%；

T——同式(1)；

V₂——样品消耗非水滴定溶液的体积，mL；

G——称取样品的质量，g。

7.3 按式(3)计算基于铀量的碳酸根的百分含量：

$$Q_{c(u)} = \frac{Q_c \times 100}{Q_u} \dots\dots\dots (3)$$

式中：Q_{c(u)}——基于铀量的碳酸根的百分含量，%；

Q_c——同式(2)；

Q_u——样品中铀的百分含量，%。

8 精密度

在碳酸根含量为 0.8% 时，6 次测量，本方法的相对标准偏差为 1.6%。

