



中华人民共和国国家标准

GB/T 11839—2008
代替 GB/T 11839—1989

二氧化铀芯块中硼的测定 姜黄素萃取光度法

Determination of boron in uranium dioxide pellets by
curcumin extraction spectrophotometric method

2008-06-19 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
二氧化铀芯块中硼的测定
姜黄素萃取光度法
GB/T 11839—2008

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-33658

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准代替 GB/T 11839—1989《二氧化铀芯块中硼的测定—姜黄素萃取光度法》。

本标准与 GB/T 11839—1989 相比,主要变化如下:

- 在“范围”中增加了规定的内容;
- 删除了原标准中有关质量体积浓度(m/V)不规范的表述;
- 增加了试料的表述(见 6.1);
- 将“方法精密度”中的表格修改了表头,将“ r 、 R ”改为“ S_r 、 S_R ”;
- 删除了原标准的“附录 A”,将其内容写入标准的正文;
- 将原标准“方法提要”中的每克试样中允许共存元素的微克量放入附录 A。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国核工业集团公司提出。

本标准由全国核能标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中核建中核燃料元件有限公司。

本标准主要起草人:张希祥、林维智。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 11839—1989。

二氧化铀芯块中硼的测定 姜黄素萃取光度法

1 范围

本标准规定了二氧化铀芯块中硼测定的方法提要、试剂和材料、仪器和设备、试样、分析步骤、结果计算及方法精密度。

本标准适用于二氧化铀芯块中硼的测定,也适用于核纯八氧化三铀中硼的测定。当二氧化铀取样量为 0.5 g 时,硼含量的测定范围为:(0.1~1.0) $\mu\text{g/g}$ 。

每克试样中允许共存元素的微克量见附录 A。

2 方法提要

试样用浓硫酸和过氧化氢溶解,脱水脱氟后,硼与姜黄素在硫酸与乙酸的非水介质中生成红色络合物。用水稀释后,再用含苯酚的环己酮溶液萃取,过滤有机相。以含苯酚的环己酮溶液作参比液,测量其吸光度。

3 试剂和材料

除另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

3.1 丙酮(CH_3COCH_3),质量分数为 99.5%。

3.2 过氧化氢(H_2O_2),优级纯,质量分数为 30%。

3.3 高纯水

提纯方法:将离子交换水置于石英蒸馏塔或石英亚沸蒸馏器(4.4)中,加入少许甘露醇,经蒸馏后贮存在聚乙烯瓶中。

3.4 乙酸: $c(\text{CH}_3\text{COOH})=17.4 \text{ mol/L}$

提纯方法:在石英蒸馏器(4.5)中加入 5 mL 含 0.4 g/mL 甘露醇的水溶液和 1 000 mL 乙酸。置于甘油浴中蒸馏,弃去 10% 初馏分,用石英瓶接收中间 70% 的馏分。

3.5 硫酸,优级纯: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=17.8 \text{ mol/L}$

提纯方法:在铂皿(4.6)中加入 60 mL 硫酸,用聚乙烯吸管缓慢加入 30 mL 氢氟酸(优级纯),用铂片搅匀,在约 1 000 W 电炉上加热至冒浓白烟,取下冷却后重复一次上述操作。冷却后转入石英瓶中。

3.6 硫酸联氨溶液: $\rho(\text{H}_2\text{N} \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4)=10 \text{ mg/mL}$

称取 0.5 g 硫酸联氨置于铂皿(4.6)中,加入 25 mL 硫酸(3.5),在电炉上低温溶解。转入 50 mL 石英容量瓶中,用硫酸(3.5)稀释至刻度。

3.7 姜黄素($\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_6$)

提纯方法:称取 5 g 姜黄素置于 250 mL 石英烧杯中,加入 100 mL 丙酮(3.1)和 50 mL 高纯水(3.3)混合溶解,过滤,滤液在石英烧杯中放置 72 h。抽滤,用高纯水(3.3)洗涤结晶二次。结晶转入石英烧杯中,盖上石英表面皿,在约 100 $^\circ\text{C}$ 烘箱中烘 6 h 左右,然后转入聚乙烯瓶中贮存。

3.8 姜黄素溶液: $\rho(\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_6)=1 \text{ mg/mL}$

称取 0.050 g 姜黄素(3.7)置于 200 mL 聚乙烯瓶中,加入 50 mL 乙酸(3.4)溶解。姜黄素溶液放置时间不能超过 12 h。