



中华人民共和国国家标准

GB/T 11926—2025

代替 GB/T 11926—1989

二氧化铀粉末和芯块中磷的测定 钼蓝分光光度法

Determination of phosphorus in uranium dioxide powder and pellets—
Molybdenum blue spectrophotometric method

2025-08-29 发布

2025-08-29 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 抗坏血酸-钼蓝分光光度法 1

5 铋盐抗坏血酸-钼蓝分光光度法 3

6 试验数据处理 4

7 精密度 5

8 试验报告 5

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 11926—1989《二氧化铀粉末和芯块中磷的测定 钼蓝分光光度法》，与 GB/T 11926—1989 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围，由“(50~300) $\mu\text{g/g}$ ”改为“10 $\mu\text{g/g}$ ~300 $\mu\text{g/g}$ ”(见第 1 章，1989 年版的第 1 章)；
- 更改了抗坏血酸-钼蓝分光光度法中的样品称样量，由 0.2 g 改为 0.2 g 和 0.5 g(见 4.4.2，1989 年版的第 6 章)；
- 更改了试验步骤中样品溶解的内容，将抗坏血酸-钼蓝分光光度法中的粉末和芯块的溶解方法统一(见 4.5.2，1989 年版的第 6 章)；
- 增加了“铋盐抗坏血酸-钼蓝分光光度法”的检测方法(见第 5 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国核能标准化技术委员会(SAC/TC 58)提出并归口。

本文件起草单位：中核北方核燃料元件有限公司、中核建中核燃料元件有限公司、核工业北京化工冶金研究院、核工业标准化研究所。

本文件主要起草人：杨利春、汤慧、赵晟璐、潘翠翠、湛慧慧、李洪刚、杨永明、郭国龙、杨雪威、牛丽、崔靖、李歆、赵兵、陈长友、王海生、董秋实、赵苏宇。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1989 年首次发布为 GB/T 11926—1989；
- 本次为第一次修订。

二氧化铈粉末和芯块中磷的测定 钼蓝分光光度法

1 范围

本文件描述了采用钼蓝分光光度法测定二氧化铈粉末和芯块中磷含量的方法。

本文件适用于二氧化铈粉末和芯块中磷的测定,八氧化三铈等铈氧化物中磷的测定参照执行。

本文件的测定范围为 $10\ \mu\text{g/g}$ ~ $300\ \mu\text{g/g}$,杂质允许量 Co $0.2\ \text{mg/g}$; Ni $0.4\ \text{mg/g}$; Fe、Mn、Cr、Sn、Cu、V、W、Si、Ti、F、Zn 均为 $0.5\ \text{mg/g}$ 。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 抗坏血酸-钼蓝分光光度法

4.1 原理

样品用盐酸-过氧化氢或硝酸-高氯酸溶解,在盐酸介质中,样品中的磷与钼酸铵生成磷钼黄杂多酸,经抗坏血酸还原成磷钼蓝杂多酸后,在 $650\ \text{nm}$ 波长处测定磷钼蓝吸光度。用标准曲线法测得样品中磷的含量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明,分析时所用试剂均为满足国家标准的优级纯试剂,分析用水为电导率($25\ ^\circ\text{C}$)不大于 $0.10\ \text{mS/m}$ 的去离子水。

4.2.1 盐酸: $\rho(\text{HCl})=1.19\ \text{g/mL}$ 。

4.2.2 过氧化氢: $\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ 。

4.2.3 盐酸溶液: $\varphi(\text{HCl})=50\%$,由盐酸(4.2.1)与水配制而成。

4.2.4 钼酸铵溶液: $\rho[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]=50\ \text{g/L}$ 。

称取 $25\ \text{g}$ 钼酸铵(分析纯)溶于热水中(水温 $50\ ^\circ\text{C}$ ~ $60\ ^\circ\text{C}$),并稀释至 $500\ \text{mL}$,摇匀,贮存于塑料瓶中,必要时过滤。

4.2.5 抗坏血酸溶液: $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)=10\ \text{g/L}$ 。

称取 $1.0\ \text{g}$ 抗坏血酸(分析纯)溶于水中,并稀释至 $100\ \text{mL}$,摇匀,现用现配。

4.2.6 磷标准储备溶液。

准确称取磷酸二氢钾基准物质(预先在 $105\ ^\circ\text{C}$ 下烘 $1.5\ \text{h}$)约 $1.098\ \text{g}$,精确至 $0.1\ \text{mg}$,置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中,用水溶解,移入 $500\ \text{mL}$ 容量瓶中,加入 $5\ \text{mL}$ 盐酸(4.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。此时溶液