

# 中华人民共和国国家标准

## 空气中微量铀的分析方法 TBP 萃取荧光法

GB 12378—90

Analytical method of microquantity  
uranium in air by spectrophotometry  
after extraction with TBP

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了环境空气中微量铀的分析方法。

本标准适用于空气取样体积为  $30\text{ m}^3$ ，熔珠重  $80 \pm 5\text{ mg}$  时， $6.7 \times 10^{-10} \sim 1.3 \times 10^{-6}\text{ g/m}^3$  铀的测定范围。

### 2 方法提要

用过滤集尘法过滤的空气滤膜，经干法灰化、氢氟酸脱硅，硝酸处理，磷酸三丁酯(TBP)二甲苯萃取铀，直接取有机相烧制熔珠，光电荧光光度计测定。

空气中主要干扰元素硅，用氢氟酸除去，溶液中含  $15\text{ }\mu\text{g}$  的铬、 $300\text{ }\mu\text{g}$  的铁、 $1.5\text{ mg}$  的锰、 $3.0\text{ mg}$  的铜、 $15\text{ mg}$  的镁、 $9\text{ mg}$  的钙或铝、硅、氟、磷不干扰测定。

### 3 主要试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂。所用水均为去离子水或二次蒸馏水(比电阻为  $1 \times 10^6 \sim 1.5 \times 10^6\text{ }\Omega \cdot \text{cm}$ )。所用酸没有注明浓度时，均为浓酸，酸化水均为 pH2 的硝酸酸化水。

3.1 八氧化三铀， $\text{U}_3\text{O}_8$ ，GR。

3.2 硝酸， $\text{HNO}_3$ ，密度 1.42，含量 65.0%~68.0% (m/m)。

3.3 磷酸三丁酯(TBP)， $(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}$  含量不少于 98.0% (m/m)，密度 0.976~0.981。

3.4 二甲苯， $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$ ，沸点范围  $137.0 \sim 140.0\text{ }^\circ\text{C}$ 。

3.5 无水碳酸钠， $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ，含量不少于 99.8% (m/m)。

3.6 硝酸钠， $\text{NaNO}_3$ ，GR。

3.7 氟化钠， $\text{NaF}$ ，GR，氟化钠含量不少于 99.0%。

3.8 氢氟酸， $\text{HF}$ ，40% (以氟化氢含量计)，密度 1.130。

3.9 铀标准贮备液， $1.000 \pm 0.001\text{ mg/mL}$ ：将八氧化三铀(3.1)于温度为  $850\text{ }^\circ\text{C}$  马福炉内灼烧 0.5 h，取出，放入干燥器内，冷却至室温。准确称取  $0.1179 \pm 0.0001\text{ g}$ ，于 50 mL 烧杯中，用几滴水润湿后，加入 5.0 mL 硝酸(3.2)，放在电热砂浴上溶解，并蒸至近干。然后用酸化水溶解，转入 100 mL 容量瓶中，并稀释到刻度。

3.10 铀工作标准系列溶液(临用前配制)：将铀标准贮备液(3.9)，用酸化水逐级稀释成不同浓度的铀

国家环境保护局 1990-06-09 批准

1990-12-01 实施

## 标准工作系列溶液:

- I (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00)  $\times 10^{-6}$  g/mL;  
 II (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00)  $\times 10^{-7}$  g/mL;  
 III (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00)  $\times 10^{-8}$  g/mL;  
 IV (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00)  $\times 10^{-9}$  g/mL。

3.11 碳酸钠, 5% (m/V) 溶液: 称取碳酸钠 (3.5) 5 g 溶于 100 mL 水中。

3.12 TBP-二甲苯溶液, 20% (V/V): 取样一定体积的 TBP (3.3), 用等体积的碳酸钠溶液 (3.11) 在分液漏斗中洗涤 2~3 次, 再用水洗至中性。取洗涤过的 TBP 与二甲苯按 1+4 体积比混匀。贮于棕色玻璃瓶中。

3.13 氟化钠片: 将氟化钠 (3.7) 压制成  $80 \pm 5$  mg, 直径  $\phi 4$  mm 的圆片。

3.14 50% (m/V) 硝酸钠-0.8 mol/L 硝酸溶液: 称取 250 g 硝酸钠 (3.6) 溶于 0.8 mol/L 的硝酸中, 并用 0.8 mol/L 的硝酸稀释到 500 mL。

## 4 主要仪器

- 4.1 光电荧光光度计, 测定范围  $5 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-5}$  g 铀/珠。  
 4.2 空气取样器, 流速 50~100 cm/s。  
 4.3 酒精喷灯(挂式)或煤气灯。  
 4.4 铂丝环: 将直径  $\phi 0.5$  mm 的铂丝一端熔入细玻璃棒中, 另一端绕成直径  $\phi 3$  mm 的圆环。  
 4.5 铂坩埚, 20 mL。  
 4.6 微量注射器, 50  $\mu$ L。  
 4.7 高温计, 0~1 200  $^{\circ}$ C。  
 4.8 马福炉, 0~1 000  $^{\circ}$ C。

## 5 取样

空气取样器装上直径  $\phi 100$  mm 国产一号过氯乙烯树脂合成纤维滤布, 取样头距地高 1.5 m, 流速 50~100 cm/s。取样不小于 30 m<sup>3</sup> 空气体积(视含铀量而定)。取样完毕, 滤布存放于样品盒内, 并记录取样时气温、气压、取样体积并换算成标准状况下的气体体积。

## 6 分析步骤

## 6.1 标准曲线的绘制

用微量注射器 (4.6) 分别准确吸取 0.050 mL 铀标准工作系列溶液 (3.10), 滴在氟化钠片上烧制熔珠。控制火焰(氧化焰)温度为 980~1 050  $^{\circ}$ C, 全熔后持续 20~30 s, 退火 10 s, 放入干燥器中, 冷却 15 min, 用光电荧光光度计 (4.1) 测定荧光强度, 以荧光强度对含铀量绘制四条不同量级的标准曲线。

## 6.2 样品处理

空白滤布和取样后滤布, 撕去纱布, 分别放入坩埚 (4.5) 中, 并置于马福炉 (4.8) 内, 缓慢升温至 700  $^{\circ}$ C, 灼烧 1 小时, 取出坩埚冷却, 向坩埚内加入 2 mL 硝酸 (3.2), 在电热砂浴加热, 冒烟后, 滴加氢氟酸 (3.8) 0.5 mL, 继续加热蒸至近干。如果灰分大, 可再滴加氢氟酸至脱硅完全。取下坩埚, 再加入硝酸 (3.2) 2 mL, 蒸至近干。

## 6.3 萃取和测定

用 3 mL 硝酸钠-硝酸 (3.14) 溶液, 分四次洗涤坩埚中灰盐, 并转入 10 mL 具塞刻度试管中, 加入 1.00 mL TBP-二甲苯溶液 (3.12), 摇动 3 min, 静置 15 min, 完全分相后, 用微量注射器 (4.6) 吸取 0.050 mL 有机相烧制熔珠。光电荧光光度计上测量荧光强度。

## 7 计算结果

$$C = \frac{(A - A_0) \cdot V_1}{R \cdot V_0 \cdot V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $C$ ——空气中含铀量， $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ；  
 $A$ ——标准曲线上查得样品珠含铀量， $\mu\text{g}$ ；  
 $A_0$ ——标准曲线上查得空白珠含铀量， $\mu\text{g}$ ；  
 $V_1$ ——萃取有机相体积， $\text{mL}$ ；  
 $V_2$ ——用于烧制熔珠的有机相体积， $\text{mL}$ ；  
 $V_0$ ——标准状况下空气取样体积， $\text{m}^3$ ；  
 $R$ ——回收率，%。  
 分析结果表示至二位小数。

## 8 回收率的测定

取样滤布撕去纱布，加入铀标准溶液，按(6.2至7)进行样品处理、萃取和测定，用下式计算全程回收率(%)：

$$R = \frac{C_1}{C_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： $C_1$ ——样品中加入铀的测定值， $\mu\text{g}$ ；  
 $C_0$ ——样品中加入铀量， $\mu\text{g}$ 。

## 9 精密度

样品水平 $\mu\text{g}$	重复性偏差 $S_r$	重复性 $r$	再现性偏差 $S_R$	再现性 $R$
0.100	0.007 3	0.021	0.007 5	0.021
1.000	0.072 6	0.203	0.101 9	0.285
1.500	0.108 2	0.303	0.129 1	0.361

注：本精密度数据是由七个实验室对三个水平样品所做的精密度试验确定的(不包括取样误差)。

**附录 A**  
**正确使用标准的说明**  
(参考件)

A1 样品亦可在石墨坩锅中灰化和酸处理。

A2 标准曲线必须进行线性回归,并定期(最长不得超过三个月)重做或修正。标准溶液重配和仪器修理、调整后,必须重做标准曲线。

A3 烧制熔珠的方式亦可选择下列方式中任一种:

a. 含 98% (m/m) 氟化钠, 2% (m/m) 氟化锂片, 重  $80 \pm 5$  mg, 取 0.050 mL 含铀溶液滴在片上烧制熔珠, 熔融温度为  $840 \sim 940$  °C。

b. 取 0.10 mL 含铀溶液滴入盛有 100 mg 98% (m/m) 氟化钠, 2% (m/m) 氟化锂混合熔剂的铂皿内(直径 10 mm, 高 2 mm), 于烘箱内 105 °C 烘干, 转入马福炉, 于 900 °C 熔融 5 min, 制取熔片。

c. 用  $80 \pm 5$  mg 熔剂与铀溶液混合蒸至近干, 拌成滚球样的团, 再烧制熔珠。

不管采用何种方式, 每样必须烧制三个平行熔珠或熔片。无论采用上述任何制珠方法, 均须与标准曲线的制作相一致。

A4 标准状况下空气体积 ( $V_0$ ) 按下式换算:

$$V_0 = \frac{PT_0V}{P_0T} \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $P$  —— 取样时气压, Pa;

$V$  —— 取样时空气体积,  $m^3$ ;

$T$  —— 取样时气温, K;

$P_0$  —— 标准状况的气压,  $1.01 \times 10^5$  Pa;

$T_0$  —— 标准状况的气温, 273 K。

**附加说明:**

本标准由核工业部提出。

本标准由核工业部国营八一二厂负责起草。

本标准起草人陈进堂。