

# 中华人民共和国国家标准

## 生物样品灰中铀的测定 激光液体荧光法

GB 11223.2—89

Analytical determination of uranium in ash  
of biological samples—Laser liquid fluorimetry

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了生物样品灰中铀的激光液体荧光测定方法。测定范围为 $2.5 \times 10^{-8} \sim 2.5 \times 10^{-5}$  g/g 灰；回收率大于90%。

本标准适用于各类动物和植物样品灰中铀的测定。

### 2 原理

生物样品经干式灰化，用过硫酸钠处理，加入荧光增强剂，使之与样品溶液中铀酰离子生成一种简单的络合物。在激光(波长337nm)激发下产生荧光，用激光铀分析仪测定铀。

### 3 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和蒸馏水或同等纯度的水。酸化水均指 pH2 的硝酸酸化水。

3.1 过硫酸钠： $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 。

3.2 八氧化三铀： $\text{U}_3\text{O}_8$ ，优级纯。

3.3 硝酸：密度为1.42g/mL。

3.4 氢氧化钠。

3.5 10mol/L 氢氧化钠(3.4)溶液。

3.6 10%(V/V) 硝酸(3.3)溶液。

3.7  $1.00 \times 10^{-3}$  g/mL 铀标准贮备液：将八氧化三铀(3.2)于马福炉(4.3)内在850℃灼烧0.5 h，取出放入干燥器中冷至室温，称取0.1179 g 于50 mL 烧杯中，用2~3滴水润湿后，加入5 mL 硝酸(3.3)，在电炉上加热溶解并蒸至近干，然后用酸化水溶解，转入100 mL 容量瓶中，用酸化水稀释至刻度，摇匀。

3.8  $1.00 \times 10^{-6}$  g/mL 铀标准溶液：取1.00 mL 铀标准贮备液(3.7)，用酸化水稀释至1 000 mL。

3.9 荧光增强剂：荧光增强倍数不小于100倍。

### 4 仪器

4.1 激光铀分析仪：测定范围为 $5.0 \times 10^{-8} \sim 2.0 \times 10^{-5}$  g/L。

4.2 微型注射器：0.005 0 mL。

4.3 马福炉：温度可达1 000℃。

## 5 操作步骤

### 5.1 样品处理

采来的生物样品及时洗净晾干,称量并记录总鲜重(误差不大于1%)。切成小块,放在搪瓷盘中铺平,在恒温干燥箱内于105~110℃烘干,转入瓷蒸发皿中,在电炉上炭化到不冒烟,再放入马福炉(4.3)内,灰化至试样无黑色炭粒,取出放在干燥器中,冷至室温,除去明显异物,称量并记录总灰重(误差不大于1%),研细放入试样袋(或瓶),保存于干燥器内。

### 5.2 样品测定

称取样品灰0.020~0.050 g(视铀含量而定),于50 mL烧杯中,加15 mL水和2.0g过硫酸钠(3.1),于电热板上加热,不时搅拌,直至气泡冒尽,固体物完全熔融。取下烧杯,冷至室温,加入18 mL水,固体溶解后,过滤,在pH试纸指示下,于滤液中逐滴加入氢氧化钠溶液(3.5)中和至恰成碱性,立即再用硝酸溶液(3.6)酸化至pH为3~4,溶液转入25mL容量瓶中,用水稀至刻度。吸取5.0 mL样品溶液,于石英杯中,用激光铀分析仪(4.1)测量荧光强度( $N_0$ );向样品中加入0.50 mL荧光增强剂(3.9),充分混匀,测量荧光强度( $N_1$ );再用微型注射器(4.2)向样品中加入0.005 0 mL铀标准溶液(3.8),充分混匀,测量荧光强度( $N_2$ )。

## 6 结果计算和精密度

### 6.1 结果计算

$$C = \left( \frac{N_1 - N_0}{N_2 - N_1} - B \right) \frac{V_s C_s V_1 K}{V_2 m R}$$

式中:  $C$  —— 样品灰中铀含量, g/g;

$N_0$  —— 样品未加荧光增强剂前的仪器读数;

$N_1$  —— 样品加入荧光增强剂后的仪器读数;

$N_2$  —— 样品加入铀标准溶液后的仪器读数;

$V_s$  —— 加入铀标准溶液的体积, mL;

$V_1$  —— 样品溶液总体积, mL;

$V_2$  —— 测量用样品溶液的体积, mL;

$C_s$  —— 铀标准溶液的浓度, g/mL;

$m$  —— 分析用试样重量, g;

$R$  —— 方法回收率, %;

$K$  —— 测定时试样体积稀释的倍数;

$B$  —— 空白试验的仪器读数( $N_0, N_1, N_2$ )按公式:  $\frac{N_1 - N_0}{N_2 - N_1}$  计算的值。

结果以两位有效数字表示。

### 6.2 精密度

用相对标准偏差表示;实验室内小于20%,实验室间小于25%。

**附录 A**  
**正确使用标准的说明**  
(参考件)

- A1 采样方法参照有关国家标准和专业标准。
- A2 测定结果以 g/kg 鲜重报出时,将结果计算值再乘以灰鲜比〔即  $m_2/m_1$ , 其中:  $m_1$  为试样总鲜重(kg);  $m_2$  为试样总灰重(g)〕。
- A3 过硫酸钠也可用过硫酸铵或过硫酸钾代替。
- A4 加入增强剂后,如有沉淀,必须将试样稀释或采取其他方法处理,不再产生沉淀方可进行测定。
- A5 测定试样时,必须同时做空白试验和回收试验。

---

**附加说明:**

本标准由国家环境保护局和核工业部提出。

本标准由核工业部国营814厂负责起草。

本标准主要起草人李善正。

本标准由国家环境保护局负责解释。