

中华人民共和国国家标准

空气中微量铀的分析方法 激光荧光法

GB 12377—90

Analytical method of microquantity
uranium in air by laser-fluoremetry

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 10 m^3 时, $7.5 \times 10^{-11} \sim 3.0 \times 10^{-8}\text{ g/m}^3$ 铀的测定范围。

2 方法提要

用过滤集尘法过滤的空气取样滤膜,经干法灰化、氢氟酸脱硅、硝酸处理,硝酸浸出液中的铀酰离子与荧光增强剂生成络合物,在激光(波长 337 nm)激发下产生荧光,用“标准加入法”直接测定其含铀量。

空气中主要干扰元素硅,用氢氟酸脱硅,存在溶液中的元素经加入抗干扰荧光增加剂络合后, $4\text{ }\mu\text{g}$ 的铬锰、 $6\text{ }\mu\text{g}$ 的铁、 $20\text{ }\mu\text{g}$ 的氟、 $30\text{ }\mu\text{g}$ 的铜、 $100\text{ }\mu\text{g}$ 的钙、 $100\text{ }\mu\text{g}$ 的镁、 $200\text{ }\mu\text{g}$ 的铝、其他硅、磷、硼不干扰测定。

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, U_3O_8 , GR。

3.2 硝酸, HNO_3 , 密度 1.42, 含量 65.0%~68.0% (m/m)。

3.3 荧光增加剂, 荧光增强倍数不小于 100 倍。

3.4 氢氟酸, HF_2 , 40% (以 HF 含量计), 密度 1.130。

3.5 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 mL 硝酸 (3.2), 放在电热砂浴上加热溶解, 并蒸至近干, 再转入 100 mL 容量瓶中, 并稀释到刻度。

3.6 铀标准工作液 I ($1.00 \pm 0.01\text{ }\mu\text{g/mL}$): 取 1.00 mL 铀标准贮备液 (3.5), 用酸化水稀释至 100 mL。再取此溶液 10.00 mL, 用酸化水稀释至 100 mL, 摇匀 (贮存期不超过三个月)。

3.7 铀标准工作液 II ($0.100 \pm 0.010\text{ }\mu\text{g/mL}$): 取 10.00 mL 铀标准工作液 I (3.6) 用酸化水稀释至 100 mL (贮存期不超过三个月)。

4 主要仪器

4.1 激光铀分析仪, 测定范围 $0.05 \sim 20 \times 10^{-6}\text{ g/L}$ 铀。稳定性小于 $\pm 10\%$, 激光强度不小于 40%。

4.2 空气取样器, 流速 $50 \sim 100\text{ cm/s}$ 。

国家环境保护局 1990-06-09 批准

1990-12-01 实施

- 4.3 铂坩埚, 20 mL。
 4.4 微量注射器, 50 μ L。
 4.5 酸度计, pH0.00~14.00。
 4.6 马福炉, 0~1 000 $^{\circ}$ C。

5 取样

空气取样器装上直径 ϕ 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 10 m³ 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 样品处理

空白滤布和取样后的滤布, 撕去纱布, 分别放入铂坩埚中(4.3), 并置于马福炉内(4.6), 缓慢升温至 700 $^{\circ}$ C, 灼烧 1 h, 取出坩埚冷却, 向坩埚加入 2 mL 硝酸(3.2), 在电热砂浴上加热, 冒烟后, 滴加氢氟酸(3.4)0.5 mL, 继续加热至近干。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, 用酸化水洗涤坩埚三次, 合并于 10 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀。

6.2 测定

取 5.00 mL 样品溶液(6.1), 于石英杯中, 在激光铀分析仪(4.1)测定并记录荧光强度读数(N_0), 加入 0.500 mL 荧光增强剂(3.3), 充分混匀, 测定并记录荧光强度读数(N_1), 再用微量注射器(4.4)加入铀标准工作液 II(3.7)0.050 mL, 充分混匀, 测定并记录荧光强度读数(N_2)。

7 计算结果

$$M = \frac{N_1 - N_0}{N_2 - N_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: M —— 样品液或空白试验液荧光强度读数计算值;
 N_0 —— 溶液未加荧光增强剂前荧光强度读数;
 N_1 —— 溶液加入荧光增强剂后荧光强度读数;
 N_2 —— 溶液再加铀标准工作液后荧光强度读数。

$$C = (M_{\#} - M_{\text{空}}) \frac{KC_1V_1V_2}{RV_0V_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中: C —— 空气中含铀量, $\mu\text{g}/\text{m}^3$;
 $M_{\#}$ —— 样品液荧光强度读数计算值;
 $M_{\text{空}}$ —— 空白试验液荧光强度读数计算值;
 C_1 —— 加入铀标准工作液浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;
 V_1 —— 加入铀标准工作液体积, mL;
 V_2 —— 样品溶液的总容积, mL;
 V_0 —— 标准状况下空气取样体积, m³;
 V_3 —— 测定用溶液总容积, mL(5.00+0.50);
 R —— 回收率, %;

K ——样品若稀释测量时,为稀释倍数。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(6.1~6.2)样品处理、测定,用下式计算全程回收率(%):

$$R = \frac{C_1}{C_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: C_1 ——样品中加入铀的测定值, μg ;

C_0 ——样品中加入铀量, μg 。

9 精密度

样品水平 μg	重复性偏差 S_r	重复性 r	再现性偏差 S_R	再现性 R
0.100	0.008 1	0.023	0.008 6	0.024
1.000	0.100 1	0.280	0.111 1	0.311
1.500	0.119 1	0.334	0.140 5	0.393

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 样品亦可在石墨坩埚中灰化和酸处理。
- A2 样品溶液必须无色透明。加入荧光增强剂后,若产生沉淀,必须把待测液经稀释或离心处理后,不再混浊方可测量。
- A3 标准状况下空气体积按下式换算:

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

- 式中: P —— 取样时的气压, Pa;
- V —— 取样时空气体积, m^3 ;
- T —— 取样时气温, K;
- P_0 —— 标准状况下气压, 1.01×10^5 Pa;
- T_0 —— 标准状况下的气温, 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。