中华人民共和国国家标准

土壤中铀的测定 CL-5209萃淋树脂分离2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚

分光光度法

GB 11220.1-89

Determination of uranium in soil—
CL-5209 extractant-containing resin separation
2 (5-bromo-2-pyridylazo) - 5 -diethylaminophenol
spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了土壤中铀的测定原理、适用范围,使用的试剂和仪器、分析步骤、分析结果的计算和方法的精密度。

本标准适用于土壤中铀含量的测定,测定范围: 0.5~15μg g。

2 方法提要

- 2.1 试样经灼烧有机物后,用氢氟酸除硅,氢氧化钾和过氧化钠熔融后,用 1 mol/L 硝酸浸出,铀(VI)以硝酸铀酰形式被CL-5209 萃淋树脂所吸附,树脂上的铀再用混合络合剂解吸。当pH为7.8时,在水-丙酮介质中,铀(VI)与2(5)溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚(简称Br-PADAP),氟离子形成稳定的紫红色络合物,在578 nm 处进行分光光度测定。
- 2.2 在测定1μg铀时: 500 mg硫酸根, 400 mg氯, 100 mg钾、钠、高氯酸根, 50 mg钙、镁、铜(Ⅱ)、汞(Ⅱ)、铁(Ⅲ)、铝、锌, 40 mg钼(Ⅵ), 20 mg磷酸根、镍, 15 mg氟, 16 mg钴、锆(Ⅳ)、钡、铅、锰(Ⅱ)、钒(Ⅴ), 5 mg锶、铋、硅酸根, 2 mg银(Ⅱ)、砷(Ⅴ), 1 mg钨(Ⅵ)、镉、锂、铌、钛、钍, 0.5 mg铈(Ⅳ)、总稀土、0.2 mg铬(Ⅵ), 0.1 mg组、锑(Ⅲ) 不干扰测定。

3 试剂

所有试剂除特殊注明者外,均为符合国家标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

- 3.1 内酮。
- 3.2 氢氟酸:密度为1.13g mL。
- 3.3 硝酸:密度为1.42g/mL。
- 3.4 硝酸溶液: 1 mol/L。
- 3.5 盐酸:密度为1.19g mL。
- 3.6 盐酸溶液: 1 mol/L。
- 3.7 氨水: (1+1)。
- **3.8** 酚酞溶液: 10g/L, 称取1g酚酞 [OCOC₆H₄C(C₆H₄OH)₂] 溶于60mL乙醇(C₂H₅OH)中,用水稀释至100 mL。

- 3.9 碳酸钠溶液: 50g/L。
- 3.10 氢氧化钠溶液: 100 g/L。
- 3.11 混合掩蔽剂溶液: 称取5 g1,2 环己二胺四乙酸 $(CH_2COOH)_2$ NCH $(CH_2)_4$ HCN $(CH_2COOH)_2$] (简称CyDTA),5 g氟化钠于600 mL水中,加氢氧化钠溶液 (3.10) 至 CyDTA 溶解,并用盐酸 (3.5) 和氨水 (3.7) 在酸度计上调溶液至pH7.8,然后用水桶释至1000 mL。
- **3.12** 缓冲溶液:量取200 mL三乙醇胺〔(HOCH₂CH₂)₃N〕,置于600 mL水中,用盐酸(3.5)中和至pH为7~8,然后加粉状活性炭 4~5 g,搅拌,放置过夜。过滤后在酸度计上调节pH为7.8,用水稀释至1000 mL。
- 3.13 Br-PADAP 乙醇溶液, 称取0.015 gBr PADAP (BrNC₅H₃N:NC₆H₃ (OH) N (C₂H₅)₂] 用乙醇溶解并稀释至 100mL。
- 3.14 铀标准贮备溶液(1.0 mg/mL): 称取基准八氧化三铀(经850 C灼烧2 h)0.117 9g于50mL烧杯内,加入5 mL硝酸(3.3),在砂浴上微微加热至全部溶解,冷却后,转入100 mL容量 瓶中,用硝酸溶液(3.4)稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含1.0 mg铀。
- 3.15 铀标准溶液 (1.0 μg/mL): 吸取铀标准贮备溶液 (3.14) 1.00 mL 于1000 mL 容量瓶中,用 硝酸溶液 (3.4) 稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升含1.0 μg铀。
- 3.16 氢氧化钾。
- 3.17 过氧化钠。
- **3.18** CL 5209 举淋树脂, 粒度60~75日, 其中CL 5209 萃取剂为烷基膦酸 烷基酯其中含量为60%。

4 仪器设备

- 4.1 分光光度计: 波长范围420~720 nm。
- 4.2 裂解石墨坩埚: 30 mL。
- 4.3 色层柱: 直径为 7 mm, 柱长80 mm的玻璃柱。

5 分析步骤

5.1 色层柱的制备

称取1gCL 5209萃淋树脂 (3.18) 装入已充满水的色层柱 (4.3) 中(柱底部和上部装少量脱脂棉)。用10mL碳酸钠溶液 (3.9) 洗涤色层柱两次,然后再用蒸馏水淋洗至中性。使用前用10mL 硝酸溶液 (3.4) 平衡色层柱。溶液流经色层柱的流速为0.8~1.2 mL/min。

5.2 工作曲线的绘制

- **5.2.1** 吸取 0, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 1.2, 1.6mL的 铀标准溶液(3.15)于一系列裂解石墨坩埚中, 在电炉上低温蒸干,取下。
- 5.2.2 稍冷,加3 mL氢氟酸(3.2),1 mL硝酸(3.3)蒸干。
- 5.2.3 加入5g氢氧化钾 (3.16), 1g过氧化钠 (3.17), 放在有保温圈的2000W电炉上, 盖上石棉板, 加热15min。关电炉后取出坩埚。
- 5.2.4 稍冷,将坩埚放入150 mL烧杯中,用硝酸溶液(3.4)浸出,控制体积为60 mL,加1滴酚酞溶液(3.8),以氨水(3.7)和硝酸(3.3)调至红色褪去,加入6 mL硝酸(3.3)控制体积约90 mL。加热煮沸约1 min取下烧杯。
- 5.2.5 稍冷,将此溶液过滤于预先用硝酸溶液(3.4)平衡好的色层柱中,用硝酸溶液(3.4)洗烧杯、漏斗、色层柱各三次(每次 5 mL),再以 2 mL 水洗柱子一次,弃去流出液。
- 5.2.6 用 5 mL混合掩蔽剂溶液 (3.11) 分五次淋洗铀。再用 1 mL 水淋洗色层柱一次,将淋洗液收集于10 mL 容量瓶中。
- 5.2.7 向容量瓶中加1滴酚酞溶液(3.8)。用氨水(3.7)和盐酸溶液(3.6)调酸度至红色刚褪。

加入 1 mL 缓冲溶液 (3.12), 1 mL Br PADAP (3.13), 用丙酮 (3.1) 稀释至刻度摇匀放置 40 min后,在分光光度计上,波长578 nm处,用 3 cm比色皿以试剂空白为参比,测定吸光度。

5.2.8 以铀为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.3 试样分析

- **5.3.1** 称取试样0.1~1.0 g(精确到0.000 1 g),置于30 mL 裂解石墨坩埚中,放入马福炉,在700 C下灼烧半小时,取出坩埚。
- **5.3.2** 稍冷加入 3 mL 氢氟酸(3.2),1 mL硝酸(3.3) 蒸干[如称样大于0.2 g可用氢氟酸(3.2) 和硝酸(3.3) 反复处理两次]。以下操作按5.2.3~5.2.7步骤进行。

注: 所用分析的试样,全部通过140目筛。过筛后的试样充分混匀,在105~110 C下烘干,装瓶,放在干燥器中备用。 5.4 试剂空白试验: 按照试样分析方法用相同量全部试剂进行空白试验。

6 结果计算

铀的含量C按下式计算:

$$C = \frac{A}{m}$$

式中: C——土壤样品中 铀的含量, μg/g; A——从工作曲线上查得的 铀含量, μg; m——称样量, g。 分析结果为三位有效数字。

7 精密度

本方法相对标准偏差。±10%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局和核工业部提出。

本标准由核工业部北京第五研究所负责起草。

本标准主要起草人李德明、褚文英。

本标准由国家环境保护局负责解释。