

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：0.5~15 $\mu\text{g/g}$ 。

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1 μg 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，10 mg钴、锆(IV)、钡、铅、锰(II)、钒(V)，5 mg铈、铋、硅酸根，2 mg银(I)、砷(V)，1 mg钨(VI)、镉、锂、铌、钛、钽，0.5 mg铈(IV)、总稀土，0.2 mg铬(VI)，0.1 mg钽、铈(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 丙酮。

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。

国家环境保护局1989-03-16批准

1990-01-01实施

- 3.9** 碳酸钠溶液：50 g/L。
- 3.10** 氢氧化钠溶液：100 g/L。
- 3.11** 混合掩蔽剂溶液：称取5 g 1,2-环己二胺四乙酸〔(CH₂COOH)₂NCH(CH₂)₄HCN(CH₂COOH)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pH 7.8, 然后用水稀释至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 g Br-PADAP〔BrNC₅H₃N:NC₆H₃(OH)N(C₂H₅)₂〕用乙醇溶解并稀释至100 mL。
- 3.14** 铀标准贮备溶液(1.0 mg/mL)：称取基准八氧化三铀(经850℃灼烧2 h)0.1179 g于50 mL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萃淋树脂：粒度60~75目, 其中CL-5209萃取剂为烷基膦酸二烷基酯其中含量为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1 g CL-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10 mL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10 mL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, 1.6 mL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5 g氢氧化钾(3.16), 1 g过氧化钠(3.17), 放在有保温圈的2000 W电炉上, 盖上石棉板, 加热15 min。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** 向容量瓶中加入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 0.0001 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, $\mu\text{g/g}$;

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 $\leq \pm 10\%$ 。

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。