

六氟化铀中磷的测定 分光光度法

Spectrophotometric determination of phosphorus in uranium hexafluoride

1 主题内容与适用范围

本标准规定了分光光度法测定六氟化铀中磷的方法原理、仪器、试剂、分析步骤、结果计算和方法的精密度。

本标准适用于六氟化铀中磷的测定,取样量为0.7 g 铀的氟化铀水解液时,测定范围为7.5~75 $\mu\text{g/g}$ 铀。

30 μg 硅、3 μg 砷、50 μg 钨对10 μg 磷的测定不干扰。氟化物干扰磷的测定,用硼酸络合可消除其干扰。

2 方法原理

在一定酸度范围内,五价磷与钼酸铵作用,生成磷钼黄,用1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,亚硫酸钠,偏重亚硫酸钠混合液还原磷钼黄为磷钼蓝络合物,于波长710 nm 处进行分光光度测定。

3 仪器、设备

- 3.1 分光光度计:带有5 cm 比色皿。
- 3.2 聚乙烯瓶:100 mL,带有刻度。
- 3.3 聚乙烯瓶:500 mL,带有刻度。
- 3.4 聚乙烯移液管:5 mL(经计量鉴定合格)。
- 3.5 铂皿:100 mL。
- 3.6 铂舟:120 mL。
- 3.7 多孔水浴锅。
- 3.8 分析天平:感量0.1 mg。

4 试剂

所用试剂除指明者外,均为分析纯试剂,水为去离子水。

- 4.1 氢氧化铵:纯化。蒸馏500 mL 氢氧化铵(25%~28%)经过塑料管进入300 mL 水中。
- 4.2 硝酸:优级纯。密度1.42 g/cm^3 。
- 4.3 钼酸铵溶液:100 g/L。溶解100 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于500 mL 热水(水温不超过60 $^\circ\text{C}$)中,用水稀释至1 L,贮于塑料瓶中。
- 4.4 硼酸溶液:50 g/L。溶解25 g 硼酸(优级纯)于水中,用水稀释至500 mL。
- 4.5 盐酸:优级纯。 $c(\text{HCl})=1.2 \text{ mol/L}$ 溶液。
- 4.6 盐酸:优级纯。 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 溶液。
- 4.7 盐酸:优级纯。 $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 溶液。

- 4.8 硫酸:优级纯。 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6\text{ mol/L}$ 溶液。
- 4.9 混合还原液:溶解0.1 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,1.0 g 亚硫酸钠(Na_2SO_3)和10.0 g 偏重亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)于水中,用水稀释至100 mL,贮于塑料瓶中。
- 4.10 2,4-二硝基酚 $[(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}]$ 溶液:1 g/L。溶解0.1 g 2,4-二硝基酚于100 mL 无水乙醇中。
- 4.11 铀溶液:称取含20 g 铀的无磷和无硅的氧化铀($\text{U}_3\text{O}_8, \text{UO}_2\text{UO}_3$)于铂皿(3.5)中,用硝酸(4.2)溶解后转移到聚乙烯瓶(3.3)中,用水稀释至200 mL。
- 4.12 磷标准溶液:称取0.426 0 g 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 于塑料烧杯中,用水溶解后转移到1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,贮于干燥的塑料瓶中。移取此溶液100 mL 于1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后贮于干燥的塑料瓶中,此溶液1 mL 含10.0 μg 磷。

5 分析步骤

5.1 绘制工作曲线

- 5.1.1 在五个聚乙烯瓶(3.2)中分别加入铀溶液(4.11)10 mL,依次加入含磷为0,5.0,10.0,25.0,50.0 μg 的磷标准溶液(4.12)。
- 5.1.2 用氢氧化铵(4.1)中和至溶液开始生成沉淀。
- 5.1.3 加入足量的盐酸溶液(4.7),使溶液的酸度为1 mol/L,用盐酸溶液(4.5)稀释至约50 mL。
- 5.1.4 加入6 mL 钼酸铵溶液(4.3),摇匀,将溶液放入水浴中加热至90~95 $^{\circ}\text{C}$ 。取出置于水浴中冷却至室温。
- 5.1.5 加入2 mL 混合还原液(4.9),摇匀。
- 5.1.6 将溶液转移到100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.6)稀释至刻度,摇匀,放置1 h。
- 5.1.7 移取部分溶液于5 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,在波长710 nm 处测量吸光度。
- 5.1.8 以磷量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.2 样品分析

- 5.2.1 称取10 g 六氟化铀于铂舟(3.6)中,用80 mL 水水解。
- 5.2.2 将水解溶液转移到聚乙烯瓶(3.2)中,用水稀释至100 mL,并标定铀浓度。
- 5.2.3 用聚乙烯移液管(3.4)移取含0.7 g 铀的六氟化铀水解液于聚乙烯瓶(3.2)中,加1 mL 硫酸溶液(4.8);20 mL 硼酸溶液(4.4)混匀。同时在另一聚乙烯瓶中加入1 mL 硫酸溶液(4.8),20 mL 硼酸溶液(4.4)作为试剂空白溶液。
- 5.2.4 将试样溶液和试剂空白溶液置于70~75 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴中加热20 min,并蒸发至约15 mL,取出冷却后,在试剂空白溶液中加入二滴2,4-二硝基酚溶液(4.10)。
- 5.2.5 用氢氧化铵(4.1)中和至试样溶液开始生成沉淀,试剂空白溶液出现黄色。以下操作按5.1.3~5.1.7条进行。
- 5.2.6 由吸光度从工作曲线上查得磷量。

6 结果计算

按下式计算磷含量:

$$C = \frac{M}{C_1 V}$$

式中: C —— 六氟化铀样品中磷的含量, $\mu\text{g/g}$ 铀;

M —— 从工作曲线上查得的磷量, μg ;

C_1 —— 六氟化铀水解液中铀的浓度, g/mL ;

V —— 所取六氟化铀水解液的体积, mL 。

7 精密度

置信水平为95%时,测定10 μg 磷,相对标准偏差为 $\pm 10\%$ 。

附加说明:

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由国营八一四厂负责起草。

本标准主要起草人邓早成、梁文捷、唐安娣。

本标准等效采用美国试验与材料协会标准 ASTM C761—88《六氟化铀标准分析方法》。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686