

UDC 546.217:543.42:669.883
Z 33



中华人民共和国国家标准

GB 12377—90

空气中微量铀的分析方法 激光荧光法

Analytical method of microquantity
uranium in air by laser-fluoremetry

1990-06-09 发布

1990-12-01 实施

国家技术监督局 发布

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 , 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 $50 \sim 100\text{ cm/s}$ 。