

UDC 628.54 : 543.06
Z 33



中华人民共和国国家标准

GB 6768—86

水中微量铀分析方法

Methods of analysing microquantity
of uranium in water

1986-09-04 发布

1987-03-01 实施

国家环境保护局 批准

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水 中 微 量 铀 分 析 方 法
GB 6768—86

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:63787337、63787447

1987年5月第一版 2006年3月电子版制作

*

书号:155066·1-24684

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

水中微量铀分析方法

Methods of analysing microquantity
of uranium in water

本标准包括：1 固体荧光法（磷酸三丁酯萃取-铀试剂Ⅲ反萃取或三正辛基氧磷萃取）；2 液体激光荧光法；3 分光光度法（磷酸三丁酯萃取-铀试剂Ⅲ反萃取）。前两种方法适用于天然水和排放废水中微量铀的测定，第三种方法适用于排放废水中微量铀的测定。

1 固体荧光法

测定范围为0.05~100 $\mu\text{g/L}$ ；回收率大于90%；相对标准偏差优于 $\pm 20\%$ 。

1.1 原理

在硝酸介质中，铀酰离子与硫氰酸根生成的络合物被磷酸三丁酯定量萃取后，经铀试剂Ⅲ反萃取后，以固体荧光法测定铀或在硝酸介质中，铀酰离子被三正辛基氧磷定量萃取分离后，以固体荧光法测定铀。

1.2 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和蒸馏水或同等纯度的水。

1.2.1 铀标准贮备溶液（1.00mg/ml）

将基准或光谱纯八氧化三铀于温度为850 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉内灼烧0.5h，取出冷却。称取0.1179g于50ml烧杯内，用2~3滴水润湿后，加入5ml硝酸，于电热板上加热溶解并蒸至近干，然后用pH 2的硝酸酸化水溶解，转入100ml容量瓶内，稀释至刻度；

1.2.2 铀标准溶液（临时配制）

用pH 2的硝酸酸化水将1.00mg/ml铀标准贮备溶液逐级稀释成不同浓度的铀标准溶液；

1.2.3 20%磷酸三丁酯-二甲苯溶液

取一定体积的磷酸三丁酯 $[(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}]$ ，用等体积5%碳酸钠 $(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ 溶液洗涤2~3次，再用水洗至中性。取洗涤过的磷酸三丁酯与二甲苯 $[\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2]$ 按体积比1:4混匀；

1.2.4 6M硫氰酸钾溶液

称取291g硫氰酸钾 (KSCN) ，用水溶解，稀释至500ml；

1.2.5 2M酒石酸溶液

称取150g酒石酸，用水溶解，稀释至500ml；

1.2.6 7.5%乙二胺四乙酸二钠溶液

称取7.5g乙二胺四乙酸二钠（简称EDTA二钠），加少量水，滴加氨水使之完全溶解后，用水稀释至100ml；

1.2.7 40%硝酸铵溶液

称取400g硝酸铵，用水溶解，稀释至1000ml；

1.2.8 5%碳酸钠溶液

称取50g无水碳酸钠，用水溶解，稀释至1000ml；

1.2.9 0.002%铀试剂Ⅲ溶液

称取0.1000g铀试剂Ⅲ，用pH 2的硝酸酸化水溶解后，转入100ml容量瓶中，稀释至刻度，此溶