

# 中华人民共和国国家标准

## 二氧化铀粉末和芯块中铜、铁、镍、镁、锰、 锌、银的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 13371—92

Determination of copper, iron, nickel, magnesium, manganese,  
zinc and silver in uranium dioxide powders and pellets  
by atomic absorption spectrophotometry

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了原子吸收分光光度法测定二氧化铀粉末和芯块中铜、铁、镍、锰、锌、镁和银的方法原理,试剂材料,分析步骤,结果计算和精密度。

本标准适用于二氧化铀粉末和芯块中铜、铁、镍、锰、锌、镁和银的测定。测定范围:铜、锰、锌为10~120  $\mu\text{g/g}$ ;铁、镍、镁为20~200  $\mu\text{g/g}$ ;银为0.2~2.0  $\mu\text{g/g}$ 。

### 2 方法原理

样品用硝酸溶解,磷酸三丁酯萃取分离铀,水相在空气-乙炔火焰中测定铜、铁、镍、锰、锌和镁;在石墨炉中测定银。

### 3 试剂与材料

除非另有说明,本标准所用试剂均为符合国家标准和分析纯试剂。配制标准溶液和石墨炉分析时应使用去离子水再经石英蒸馏器蒸馏所得的水,其他均使用去离子水。

- 3.1 硝酸:密度1.42  $\text{g/cm}^3$ ,硝酸经石英蒸馏器蒸馏提纯,并标定其摩尔浓度。
- 3.2 硝酸溶液[ $c(\text{HNO}_3)=6 \text{ mol/L}$ ]:用硝酸(3.1)配制。
- 3.3 硝酸溶液[ $c(\text{HNO}_3)=0.5 \text{ mol/L}$ ]:用硝酸(3.1)配制。
- 3.4 硝酸溶液[1%(V/V)]:用硝酸(3.1)配制。
- 3.5 盐酸:密度1.19  $\text{g/cm}^3$ ,盐酸经石英蒸馏器蒸馏提纯。
- 3.6 磷酸三丁酯(TBP):密度0.976~0.981  $\text{g/cm}^3$ ,用等体积的水洗涤三次提纯。
- 3.7 四氯化碳:四氯化碳500 mL用硝酸(3.4)100 mL洗涤两次,再用水100 mL洗涤两次提纯。
- 3.8 TBP溶液[50%(V/V)]:用(3.6)和(3.7)配制。
- 3.9 TBP溶液[25%(V/V)]:用(3.6)和(3.7)配制。
- 3.10 基体改进剂:10 g/100 mL的磷酸二氢铵溶液、10 g/100 mL的硫脲溶液和1 g/100 mL的乙二胺四乙酸(EDTA)溶液按等体积混匀。
- 3.11 铜标准贮备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯金属铜1.000 g溶解于硝酸(3.1)50 mL中,用水稀释至1 L。
- 3.12 铁标准贮备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯金属铁丝1.000 g溶解于硝酸(3.1)50 mL中,用水稀释至1 L。
- 3.13 镍标准贮备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯金属镍丝1.000 g溶解于硝酸(3.1)50 mL中,用水

国家技术监督局1992-02-02批准

1992-12-01实施

稀释至1 L。

3.14 锰标准贮备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯金属锰1.000 g 溶解于硝酸(3.1)10 mL 中,用1% (V/V)的盐酸稀释至1 L。

3.15 锌标准贮备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯金属锌1.000 g 溶解于硝酸(3.1)50 mL 中,用水稀释至1 L。

3.16 镁标准贮备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯金属镁条1.000 g 溶解于盐酸(1+1)10 mL 中,用水稀释至1 L。

3.17 银标准贮备溶液(100  $\mu\text{g/mL}$ ):称取光谱纯硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )0.157 4 g 溶解于硝酸(3.4)中,并稀释至1 L,避光保存。

3.18 铜、铁、镍、锰、锌和镁的混合标准溶液:铜、锰、锌各为10  $\mu\text{g/mL}$ ,铁、镍、镁各为20  $\mu\text{g/mL}$ ,分别吸取铜(3.11)、锰(3.14)、锌(3.15)的标准贮备溶液各5 mL;铁(3.12)、镍(3.13)、镁(3.16)的标准贮备溶液各10 mL 于同一个500 mL 的容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,摇匀。

3.19 银标准溶液(1  $\mu\text{g/mL}$ ):吸取银标准贮备溶液(3.17)1.0 mL 于100 mL 的石英容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,摇匀后当天使用。

3.20 乙炔:纯度不低于99%。

3.21 氩气:纯度不低于99.99%。

#### 4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计:波长190~900 nm,并带有石墨炉附件。

4.2 铜、铁、镍、锰、锌、镁和银的各元素的空心阴极灯。

4.3 分析天平:感量0.1 mg,最大称量200 g。

#### 5 样品制备

二氧化铀芯块样品在玛瑙研钵中研磨,粒度小于0.154 mm,贮存于洁净的聚乙烯瓶中。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 样品处理

6.1.1 称取二氧化铀样品1.000 g 于100 mL 的石英烧杯中,以水湿润后加入硝酸(3.1)3 mL,加热溶解,并蒸发溶液至粘液状取下。加入硝酸(3.2)10 mL,加热使溶液清亮,冷却后将溶液定量转移至石英分液漏斗中。

6.1.2 在所得水溶液(6.1.1)中加入 TBP 溶液(3.8)10 mL,振荡1 min,静置分层后弃去有机相。

6.1.3 在所得水溶液(6.1.2)中加入 TBP 溶液(3.9)10 mL,振荡1 min,静置分层后弃去有机相。水相用四氯化碳(3.7)5 mL 振荡30 s,静置分层后弃去有机相。将水溶液定量转移至100 mL 的石英烧杯中,盖上表面皿,加热并蒸发溶液至1 mL 左右取下。

6.1.4 在所得水溶液(6.1.3)中加入硝酸(3.3)10 mL,加热至近沸取下。将溶液定量转移至20 mL 的石英容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,得试样溶液  $A_1$ 。

6.1.5 按6.1.1~6.1.4的步骤作空白实验,得空白溶液  $B_1$ 。

##### 6.2 火焰法测定铜、铁、镍、锰、锌、镁

6.2.1 标准系列溶液的配制:吸取混合标准溶液(3.18)0.0,1.0,3.0,5.0,7.0,10.0 mL,分别置于20 mL 的石英容量瓶中,用硝酸(3.3)稀释至刻度,摇匀。

6.2.2 仪器预热后,按选择确定的工作参数,先测量各元素的标准系列溶液(6.2.1),然后测量空白溶液  $B_1$ 和试样溶液  $A_1$ 中各元素的浓度,计算各元素在样品中的含量。

##### 6.3 石墨炉法测定银

6.3.1 银标准系列溶液的配制:吸取银标准溶液(3.19)0.0,0.2,0.5,1.0,1.5,2.0 mL,分别置于10 mL的石英容量瓶中,加入基体改进剂(3.10)1 mL,用硝酸(3.3)稀释至刻度、摇匀。

6.3.2 吸取试样溶液 A<sub>1</sub>(6.1.4)和空白溶液 B<sub>1</sub>(6.1.5)各4 mL 分别置于10 mL 的石英容量瓶中,加入基体改进剂(3.10)1 mL,用硝酸(3.3)稀释至刻度,摇匀。得试样溶液 A<sub>2</sub>和空白溶液 B<sub>2</sub>。

6.3.3 仪器预热后,按选择确定的工作参数和石墨炉加热程序,先测量银的标准系列溶液(6.3.1),再测量空白溶液 B<sub>2</sub>和试样溶液 A<sub>2</sub>中银的浓度,并计算银在样品中的含量。

## 7 结果计算

按下列公式计算分析结果:

$$c = \frac{A \times V}{m}$$

式中:  $c$  —— 二氧化铀样品中待测元素的含量,  $\mu\text{g/g}$ ;

$A$  —— 试样溶液中待测元素的浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$  —— 测量时试样溶液的体积,  $\text{mL}$ ;

$m$  —— 样品的实际取样量,  $\text{g}$ 。

## 8 精密度

火焰法相对标准偏差优于10%,石墨炉法相对标准偏差优于15%。

---

### 附加说明:

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由国营八一二厂负责起草。

本标准主要起草人王锡曾。

