

## HZ-HJ-SZ-0127

### 水质—铀的测定—TRPO-5-Br-PADAP 分光光度法

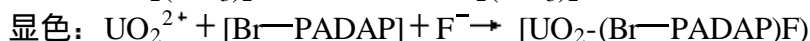
#### 1 范围

本方法适用于铀矿冶炼排放废水中微量铀的测定，取水样 100mL，方法的最低检出浓度为 0.0013mg/L(在吸光度  $A=0.01$  时所对应的铀浓度)，测定上限为 1.6mg/L(取水样 1mL)。

按本方法萃取分离和显色测定 1 $\mu$ g 铀时，硫酸根 250mg；抗坏血酸 160mg；钾、铝、铁(III)、氯、高氯酸根、磷酸根各 100mg；钙 90mg；镁 50mg；钠 40mg；镉 30mg；铜(II) 20mg；锰(II)、铋、钴、镍、铅、钼(VI)、锌各 10mg；汞(II)、砷(V)、钨(VI)、锡(II)各 5mg；硅酸根 4mg；汞(I)、铈(VII)各 2mg；锆(IV)、锑、钽、银、镧、铈、锆、硒各 1mg；亚硝酸根 0.7mg；铈(IV)、铬(VI)各 0.2mg；铈(VI)0.17mg；钒(V)、总稀土、金(III)、镓、钽(V)各 0.1mg；钛(IV)0.06mg 不干扰测定。加入 100mg 抗坏血酸，铬(VI)可允许存在 5mg。氟大于 14mg 对铀的萃取分离有影响。

#### 2 原理

在酸性介质中，铀(VI)与三烷基氧磷(简称 TRPO)形成的络合物被环己烷萃取，以达到富集和分离杂质的目的。有机相中的铀(VI)再用混合络合剂反萃取。当  $pH=7.8$  时，在水-丙酮混合溶剂中，铀(VI)与 5-Br-PADAP、氟离子形成稳定的 1:1:1 红色三元络合物。该络合物最大吸收波长为 578nm，摩尔吸光系数为  $7.4 \times 10^4$ ，该络合物至少可稳定 6h。主要反应如下：



#### 3 试剂

3.1 铀标准贮备溶液：称取 0.2358g 基准的八氧化三铀(预先在  $850^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$  灼烧 2h)，置于 100mL 烧杯中，加入盐酸 10mL，硝酸 0.5mL，加热蒸至近干。加入 1mol/L 硝酸 10mL，转移至 200mL 容量瓶中，用 1 mol/L 硝酸溶液稀释至标线，摇匀。此溶液 1.00mL 含铀 1.00mg。

3.2 铀标准溶液：准确吸取铀贮备溶液，用 1mol/L 硝酸稀释成每毫升含 1.00 $\mu$ g 铀的使用液。

3.3 TRPO-环己烷溶液 (1+25)：量取 40mL TRPO(烷基为  $\text{C}_6\text{H}_{15}-\text{C}_8\text{H}_{12}$ )，溶解于环己烷中，并稀释至 1000mL。

3.4 混合络合剂溶液：称取 5g 1,2-环己二胺四乙酸(简称 CYDTA)，5g 氟化钠置于盛有 800mL 水的烧杯中，加 20% 氢氧化钠至 CYDTA 溶解，再以 1mol/L 盐酸溶液和 20% 氢氧化钠溶液调 pH 为 7.8，然后加水稀释至 1000mL。

3.5 三乙醇胺溶液：量取 200mL 三乙醇胺置 600mL 水中，用盐酸中和至 pH 为 7.8，加水稀释至 1000mL，摇匀备用。

3.6 5-Br-PADAP 乙醇溶液，0.5g/L：称取 0.015g 5-Br-PADAP 用乙醇溶解并稀释至 100mL。

3.7 丙酮。

3.8 氟化钠溶液，30g/L：称取 3g 氟化钠，用水溶解，并稀释至 100mL。

#### 4 仪器

4.1 分光光度计，30mm 比色皿。

4.2 125mL 分液漏斗。

#### 5 试样制备

取滤液 1~100mL 于 125mL 分液漏斗中，加氟化钠溶液 (3.8) 0.5mL，补加 1mol/L 硝酸溶液至 100mL，TRPO-环己烷溶液 (3.3) 2mL。萃取 2min，待分层后弃去水相，将有机相转入 20mL 分液漏斗中，用 1mol/L 硝酸溶液约 5mL 洗 125mL 分液漏斗一次，将水相合并于 20mL 分液漏斗中，分层后弃去水相。向有机相中加混合络合剂 5mL，反萃取 2min，分层后，

将水相转入 10mL 容量瓶中，再用 0.5mL 水洗有机相一次，水相并入 10mL 容量瓶中。

## 6 操作步骤

### 6.1 样品测定

6.1.1 显色：在上述容量瓶中加入酚酞 1 滴以 1+1 氨水调至出现红色，再以 1mol/l 盐酸溶液调至无色。加入三乙醇胺缓冲溶液 1mL，5-Br-PADAP 乙醇溶液 (3.6) 1mL，用丙酮稀释至标线，摇匀。

6.1.2 测量：静置 40min 后用 30mm 比色皿，于 578nm 波长处，以标准曲线的空白为参比，测量吸光度。

6.2 校准曲线：取 0、0.40、0.60、0.80、1.00、1.20、1.60mL 铀的标准溶液分别置于 125mL 分液漏斗中。各加氟化钠溶液 (3.8) 0.5mL，以下按试样制备和样品测定进行显色和测量。

## 7 结果计算

$$c_{\text{铀}} (U, \text{mg/L}) = m/V$$

式中， $m$ ——由校准曲线查得的铀量( $\mu\text{g}$ )；

$V$ ——分取水样的体积(mL)。

## 8 精密度和准确度

取含铀 0.0161mg/L 的铀矿冶炼排放废水作为统一样品(1mol/L 硝酸溶液保存)，经 5 个实验室分析，得室内相对标准偏差为 3.54%；室间相对标准偏差为 3.55%；相对误差为零；加标回收率为  $100.4 \pm 4.5\%$ 。

用于铀矿冶炼排放废水含 0.0033~0.298mg/L 铀的测定，六次平行测定相对标准偏差，最大为 5.0%；加标回收率为 98~109%。

注意事项：

- (1) 反萃取液中要避免混入有机相。
- (2) 分液漏斗要严格检查以防漏溶液。

## 9 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 210~212，中国环境科学出版社，北京，1997。