

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—20XX

钪化学分析方法
第2部分：铀量的测定

Methods for chemical analysis of hafnium—
Part 2: Determination of uranium content

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T ××××《钪化学分析方法》拟分为如下部分：

- 第1部分：铅量的测定；
- 第2部分：铀量的测定；
- 第3部分：硼量的测定；
- 第4部分：氯量的测定；
- 第5部分：镉量的测定；
- 第6部分：磷量的测定；
- 第7部分：硅量的测定；
- 第8部分：钠量的测定；
- 第9部分：氢量的测定；
- 第10部分：氧量、氮量的测定；
- 第11部分：碳量的测定；
- 第12部分：痕量杂质元素的测定。

本部分为YS/T ××××的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、核工业二〇三研究所、中国检验认证集团湖南有限公司、瑞士万通中国有限公司。

本部分主要起草人：刘厚勇、×××、×××。

钪化学分析方法

第2部分：铀量的测定

1 范围

YS/T ××××的本部分规定了钪中铀含量的测定方法。

本部分适用于钪中铀含量的测定。测定范围：0.0001 % ~ 0.0005 %。

2 原理

试料用氢氟酸-硝酸溶解。在硝酸介质中用磷酸三丁酯-甲苯萃取铀。在铜铁试剂存在下，用示波极谱仪测定铀含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室二级水。

3.1 氢氟酸 (ρ 1.13 g/mL)。

3.2 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.3 高氯酸 (ρ 1.68 g/mL)。

3.4 硝酸 (1+1)。

3.5 硝酸 (1+3)。

3.6 乙二胺四乙酸二钠溶液 (100 g/L)，分析纯。

3.7 硝酸铵溶液 (700 g/L)，分析纯。

3.8 磷酸三丁酯-甲苯萃取剂：将60 mL 磷酸三丁酯与500 mL 甲苯混合于1000 mL 分液漏斗中，每次加入120 mL 硝酸铵溶液 (50 g/L)，萃取二次，加入120 mL 水萃取一次，加入120 mL 硝酸 (3.4) 萃取一次。每次萃取振荡3 min，静置分层，弃去水相。有机相贮存于磨口试剂瓶中。

3.9 洗涤液：称取13 g 乙二胺四乙酸二钠，溶于500 mL 热水中，加入135 g 硝酸铵，溶解后再加入120 mL 硝酸 (3.4)，用水稀释至1000 mL 体积，混匀。

3.10 混合底液：称取47.6 g 乙酸钠，12.5 g 乙二胺四乙酸二钠、3 g 草酸铵，加热溶于400 mL 水中，冷却后加入20 mL 冰乙酸，以水稀释至500 mL 体积，混匀。

3.11 铜铁试剂溶液 (0.5 g/L)：称取0.05 g 铜铁试剂溶于100 mL 水中，用时现配。

3.12 铀标准贮存溶液：称取0.1179 g 经105℃烘干1 h 并冷却至室温的八氧化三铀 ($w_{U_3O_8} \geq 99.95\%$) 于100 mL 烧杯中，加入10 mL 硝酸 (3.4) 加热至完全溶解，冷却后移入1000 mL 容量瓶中，以水稀释到刻度，混匀。此溶液1 mL 含100 μ g 铀。

3.13 铀标准溶液：移取10.00 mL 铀标准贮存溶液 (3.12) 于1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含1 μ g 铀。

3.14 氮气 (体积分数 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器设备

示波极谱仪：附滴汞电极、汞池阳极或三电极体系；仪器的检测下限对 Cd^{2+} 不大于 1×10^{-7} mol/L，分辨率不大于35 mV。

5 样品

将样品加工成长度不大于5 mm 的碎屑。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 样品 (5)，精确至 0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

6.4.1 将试料 (6.1) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以 5 mL 水润湿。加入 2 mL 氢氟酸 (3.1)，0.5 mL 硝酸 (3.2)，低温加热至试料溶解完全。

6.4.2 将溶液加热蒸干，加入 2 mL 硝酸 (3.2) 润湿盐类，再蒸干。加入 12 mL 硝酸 (3.5)，加热至盐类完全溶解。冷却后移入 100 mL 分液漏斗中，用少量水洗净聚四氟乙烯烧杯，使溶液总体积约 20 mL。

6.4.3 加入 10 mL 硝酸 (3.4)，5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液 (3.6)，5 mL 硝酸铵溶液 (3.7)，混匀。加入 15 mL 磷酸三丁酯-甲苯萃取剂 (3.8)，振荡 3 min，静置分层，弃去水相。加入 15 mL 洗涤液 (3.9)，振荡洗涤 1 min，静置分层，弃去水相。

6.4.4 加入 15 mL 水，振荡反萃取 3 min。静置分层后，水相放入 50 mL 烧杯中。再以 15 mL 水反萃取 1 次，合并水相，弃去有机相。

6.4.5 将水相加热蒸干，加入 4 mL 高氯酸 (3.3)，加热冒烟并蒸至近干，冷却。

6.4.6 加入 5.00 mL 混合底液 (3.10) 溶解盐类，加入 0.50 mL 铜铁试剂溶液 (3.11)，混匀。

6.5 工作曲线的配制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铀标准溶液 (3.13)，分别置于一组 100 mL 分液漏斗中，加入 12 mL 硝酸 (3.4)，加水至溶液总体积约 20 mL。以下按 6.4.3 ~ 6.4.6 条进行。

6.6 测定

将工作曲线溶液倒入预先加汞的电解池中，通氮气 (3.14) 5 min。使用示波极谱仪进行阴极化扫描，起始电位 -0.20 V。以适当的电流倍率测量铀的一次导数波高，减去工作曲线中零浓度溶液的波高，以铀量为横坐标，波高为纵坐标，绘制工作曲线。当工作曲线线性相关系数 ≥ 0.999 时，进行分析试液 (6.4.6) 的测定，减去随同试料空白试验溶液的波高，从工作曲线上查得相应的铀量。

7 试验数据处理

铀含量以铀的质量分数 w_U 计，按式 (1) 计算：

$$w_U = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得的铀量，单位为微克 (μg)；

m_0 ——试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果保留至小数点后四位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 情况不超过 5%。重复性限 (r) 按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

铀的质量分数/%	0.0001	0.0003	0.0005
重复性限/%			

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

铀的质量分数/%	0.0001	0.0003	0.0005
再现性限/%			

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。