



中华人民共和国国家标准

GB/T 17508—1998

六氟化铀中钐、铕、钆、镝、镉、钽 的测定 化学光谱法

Spectrochemical determination of samarium, europium, gadolinium,
dysprosium, cadmium, tantalum in uranium hexafluoride

1998-10-16 发布

1999-07-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是在广泛调研的基础上,分别就化学分离、光源选择、摄谱条件、消除干扰等做了大量实验,为了使检测结果的硼当量数满足质量指标要求,采用了端视 ICP 光源激发,提高了灵敏度,降低了分析下限,并取得了较满意的结果。

本标准与国内同类分析方法比较,具有取样量少、一次性分离、分析周期短、简便、灵敏度高等优点;与美国材料与试验协会标准分析方法 ASTM C761—1990 比较,无论是从安全角度、分析周期还是从操作繁简来看,都有显著的优势;钽的分析方法是等效采用美国的分析标准,根据我国国情,对光源激发等作了改进。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 都是提示的附录。

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由中国核工业标准化研究所归口。

本标准由国营八一四厂负责起草。

本标准主要起草人:杨世华、胡守元、雍蜀平、梁品梅、冯雪燕、刘丽娟、陈庆。

中华人民共和国国家标准

六氟化铀中钐、铕、钆、镨、镱、钽 的测定 化学光谱法

GB/T 17508—1998

Spectrochemical determination of samarium, europium, gadolinium,
dysprosium, cadmium, tantalum in uranium hexafluoride

1 范围

本标准规定了六氟化铀中钐、铕、钆、镨、镱、钽杂质元素的测定方法。

本标准适用于六氟化铀中钐、铕、钆、镨、镱、钽杂质元素的测定。

各元素测定范围(以铀基计)为:

钐: 0.75~12 $\mu\text{g/g}$

铕: 0.05~0.80 $\mu\text{g/g}$

钆: 0.20~3.2 $\mu\text{g/g}$

镨: 0.15~2.4 $\mu\text{g/g}$

镱: 0.50~8.0 $\mu\text{g/g}$

钽: 0.50~8.0 $\mu\text{g/g}$

第一篇 六氟化铀中钐、铕、钆、镨的 ICP(端视)-AES 法测定

2 方法提要

将六氟化铀水解液用盐酸赶氟,转化为氯化铀酰,采用反相色层分离技术,在 7 mol/L 的盐酸介质中将铀与待测杂质分离。铀作内标,用同心雾化器将待测溶液雾化。用端视 ICP-AES 法测定。

3 试剂和材料

3.1 试剂

3.1.1 各杂质元素和内标元素均采用光谱纯氧化物。

3.1.2 过氧化氢(30%):优级纯, $\rho=1.11 \text{ g/cm}^3$ 。

3.1.3 盐酸:优级纯,用亚沸蒸馏器重蒸一次,并经标定。

3.1.4 硝酸:优级纯,用亚沸蒸馏器重蒸一次,并经标定。

3.1.5 丙酮:分析纯。

3.1.6 三脂肪胺。

3.1.7 水:去离子水经两级石英蒸馏器蒸馏。

3.1.8 盐酸 [$c(\text{HCl})=7 \text{ mol/L}$]:取盐酸(3.1.3)、水(3.1.7)配成 500 mL,摇匀。

3.1.9 硝酸 [$c(\text{HNO}_3)=0.5 \text{ mol/L}$]:取硝酸(3.1.4)、水(3.1.7)配成 500 mL,摇匀。

3.2 材料

3.2.1 感光板:紫外 I 型。

3.2.2 聚三氟氯乙烯粉(Kel-F):粒度为 0.125~0.175 mm。

3.2.3 氩气:纯度不低于 99.99%。

4 仪器和设备

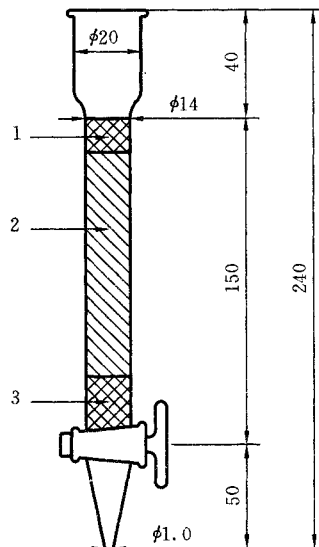
4.1 摄谱仪:ICP 光谱仪。

4.2 石墨电炉:1000 W,带调压器。

4.3 分析天平:感量为 0.1 mg。

4.4 实验器具:如烧杯、坩埚、滴管等均采用石英或塑料制品。

4.5 石英色层柱:见图 1。



1、3—有机玻璃丝;2—三脂肪胺-Kel-F 粉

图 1 石英色层柱

5 分析步骤

5.1 贮备液的配制

杂质标准、内标贮备液的配制,见表 1。

表 1 杂质及内标贮备液配制

元素	化合物	质量 m_B, mg	溶剂	$\rho_{B1}, \text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	贮备液 B_2	
					取 B_1 的体积 V, mL	$\rho_{B2}, \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$
Sm	Sm_2O_3	260.9	HNO_3	4.5	1.0	90
Eu	Eu_2O_3	34.7	HNO_3	0.60	0.5	6.0
Gd	Gd_2O_3	69.2	HNO_3	1.2	1.0	24
Dy	Dy_2O_3	51.6	HNO_3	0.90	1.0	18
Tm(内标)	Tm_2O_3	20.0	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$	0.35	0.5	3.5

5.1.1 将各杂质元素、内标元素的氧化物分别按表 1 所示数值称量,用硝酸(3.1.4)溶解并转入 50 mL 石英容量瓶中,再用硝酸(3.1.9)稀释至刻度并摇匀,即得浓度为 ρ_{B1} 的各杂质元素和内标元素的贮备液。

5.1.2 按表 1 所示体积分别取浓度为 ρ_{B1} 的贮备液于另外 5 个 50 mL 石英容量瓶中,用硝酸(3.1.9)稀释至刻度并摇匀,即得浓度为 ρ_{B2} 的贮备液。

5.1.3 按表 1 所示的体积分别取浓度 ρ_{B_2} 的杂质元素的贮备液 1 mL 于 50 mL 石英容量瓶中,用硝酸(3.1.9)稀释至刻度并摇匀,得标准溶液 N_6 ;再从 N_6 配成各杂质元素浓度相差一倍并含内标(浓度为 0.07 mg/L)的标准溶液 N_1 至 N_5 各 50 mL,分别转入烘干的 50 mL 塑料瓶中备用。 N_1 至 N_5 的含量见表 2。

表 2 标准、内标溶液含量

元素	标准溶液含量, g/L				
	N_1	N_2	N_3	N_4	N_5
Sm	0.056	0.112	0.225	0.450	0.900
Eu	0.004	0.007 5	0.015	0.030	0.060
Gd	0.015	0.030	0.060	0.120	0.240
Dy	0.011	0.022	0.045	0.090	0.180
Tm(内标)	0.07 mg/L				

5.2 样品用的内标溶液配制

取表 1 中铟浓度为 $\rho_{B_2, Tm} = 3.5$ mg/L 的内标贮备液 1.00 mL 于 50 mL 石英容量瓶中,用硝酸(3.1.9)稀释至刻度并摇匀,即得浓度为 0.07 mg/L 的样品用的内标溶液。

5.3 色层柱制备

称取烘干的聚三氟氯乙烯粉(3.2.2)3 g 于 50 mL 石英烧杯中,加入丙酮(3.1.5)使粉充分浸没。在不断搅拌下逐滴加入三脂肪胺(3.1.6),在石墨电炉上加热(约为 50℃)赶尽丙酮,加水(3.1.7)搅拌均匀,倒入下部填有有机玻璃丝的色层柱内,让其自然下沉。上部填少许有机玻璃丝,调节流速为 0.7 mL/min,用盐酸(3.1.8)不断淋洗,取淋洗液检查柱子空白,直至被测元素浓度小于分析下限为止。然后用水(3.1.7)洗至中性,注满水(3.1.7)备用。

5.4 光谱条件

见附录 A(提示的附录)。

5.5 样品分析

5.5.1 取与 0.150 g 铀相当的六氟化铀水解液于 30 mL 石英坩埚内,加样品用的内标(5.2)2.00 mL,加盐酸(3.1.3)2 mL,在石墨电炉上加热(约 170℃)赶氟至近干,稍冷后再加盐酸(3.1.3)1 mL,继续加热赶氟至完全结晶,将样品转化为氯化铀酰。用盐酸(3.1.8)1 mL 稍加热溶解,冷至室温待分离。每个样品做平行样,同时做两个试剂空白。

5.5.2 用约 5 mL 盐酸(3.1.8)分三次平衡色层柱,然后将上述样品(包括试剂空白)倒入柱内,并用盐酸(3.1.8)1 mL 分两次洗石英烧杯,一并倒入色层柱内,流速控制在 0.7 mL/min。用盐酸(3.1.8)淋洗,弃去前 3 mL,再收集 7 mL 淋洗液于 10 mL 石英烧杯中,在石墨电炉上加热(约 130℃)至近干,用硝酸(3.1.9)2 mL 稍加热溶解,即得待测溶液。

5.5.3 用水(3.1.7)解吸滞留在色层柱上的铀,用亚铁氰化钾试纸检查解吸液无红褐色出现为止,注满水(3.1.7)备用。

5.5.4 将标准内标混合液和待测溶液(5.5.2)按上述条件(5.4)摄谱、显影、定影。

5.5.5 用 G II 测微光度计 S 标尺测出内标和杂质元素的谱线黑度值和背景黑度值。各元素分析线对及测量范围,见表 3。

表 3 分析线对及测量范围

测定元素	分析线对 λ , nm	含量 ω , $\mu\text{g/g}$
Sm	Sm359.26/Tm313.13	0.75~12
Eu	Eu381.96/Tm313.13	0.05~0.80
Gd	Gd335.05/Tm313.13	0.20~3.2
Dy	Dy353.17/Tm313.13	0.15~2.4

6 结果计算

将谱线和背景黑度值用换值函数法计算,以 $\Delta\psi - \lg\{\omega\}$ 绘制工作曲线,在工作曲线上查出空白和样品中待测杂质的含量,然后按式(1)计算:

$$\omega_B = \omega_B' - \omega_B^0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: ω_B ——样品中待测杂质实际质量分数, $\mu\text{g/g}$;

ω_B' ——从工作曲线上查出的样品中待测杂质的质量分数, $\mu\text{g/g}$;

ω_B^0 ——从工作曲线上查出试剂空白样品中待测杂质的质量分数, $\mu\text{g/g}$ 。

7 精密度(见表 4)

表 4 重复性(r)和再现性(R)

元素	水平	加入量 ω $\mu\text{g/g}$	测得量 ω $\mu\text{g/g}$	r	R
Sm	A	1.0	1.06	0.157 6	0.157 6
	B	4.0	4.10	0.723 7	0.723 7
Eu	A	0.10	0.10	0.028 3	0.029 7
	B	0.40	0.41	0.069 3	0.084 9
Gd	A	0.30	0.31	0.056 6	0.063 3
	B	1.20	1.23	0.248 3	0.275 0
Dy	A	0.20	0.21	0.040 0	0.056 6
	B	0.80	0.81	0.141 5	0.144 7

第二篇 六氟化铀中钆的化学光谱法测定

8 方法提要

将六氟化铀水解液用硝酸赶氟,转化为硝酸铀酰。以镧作内标元素,钡为外加基体,采用反相色层分离技术,在 5.5 mol/L 硝酸介质中将铀与杂质分离,用溶液干渣法进行光谱测定。

9 试剂和材料

9.1 杂质内标和基体元素的化合物均为光谱纯试剂。

9.2 硝酸:优级纯,用亚沸蒸馏器重蒸一次,并经标定。

9.3 盐酸:优级纯,用亚沸蒸馏器重蒸一次,并经标定。

9.4 氢氟酸:优级纯, $\rho = 1.17 \text{ g/cm}^3$ 。

9.5 乙醚:分析纯。

- 9.6 磷酸:分析纯, $\rho=1.71\text{ g/cm}^3$ 。
- 9.7 过氧化氢:分析纯, $\rho=1.12\text{ g/cm}^3$ 。
- 9.8 磷酸三丁脂(TBP):分析纯。
- 9.9 苯:分析纯。
- 9.10 聚苯乙烯。
- 9.11 水:去离子水经两级石英蒸馏器蒸馏。
- 9.12 硝酸[$c(\text{HNO}_3)=5.5\text{ mol/L}$]:用水(9.11)与硝酸(9.2)配制而成。
- 9.13 硝酸[$\phi_{\text{HNO}_3}=1:50$]:用水(9.11)与硝酸(9.2)配成 500 mL,摇匀。
- 9.14 盐酸[$c(\text{HCl})=3\text{ mol/L}$]:用水(9.11)与盐酸(9.3)配成 500 mL,摇匀。
- 9.15 氢氟酸[$c(\text{HF})=0.1\text{ mol/L}$]:用氢氟酸(9.4)0.2 mL 与 48 mL 水(9.11)混合。
- 9.16 磷酸[$\phi_{\text{H}_3\text{PO}_4}=1:100$]:取磷酸(9.6)0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水(9.11)稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中备用。
- 9.17 聚苯乙烯-苯溶液: $\rho_{\text{聚苯乙烯}}=20\text{ g/L}$,称取 2.0 g 聚苯乙烯(9.10)缓慢加到摇动的 100 mL 苯溶液(9.9)中,摇至溶完为止。
- 9.18 TBP-乙醚溶液[$\phi_{\text{TBP:乙醚}}=1:4$]:取 TBP(9.8)12 mL,乙醚(9.5)48 mL 放入 100 mL 分液漏斗中,摇匀。
- 9.19 聚三氟氯乙烯粉(Kel-F):0.125~0.175 mm。
- 9.20 感光板:紫外 I 型。
- 9.21 平头石墨电极:光谱纯, $\phi 6\text{ mm}\times 25\text{ mm}$ 。

10 仪器和设备

- 10.1 石英棱镜摄谱仪。
- 10.2 交流电弧发生器。
- 10.3 测微光度计:S 标尺。
- 10.4 石墨电炉:1kW,带调压器。
- 10.5 石英烧杯:10 mL。
- 10.6 铂坩埚:30 mL。
- 10.7 色层柱:如图 2 所示。

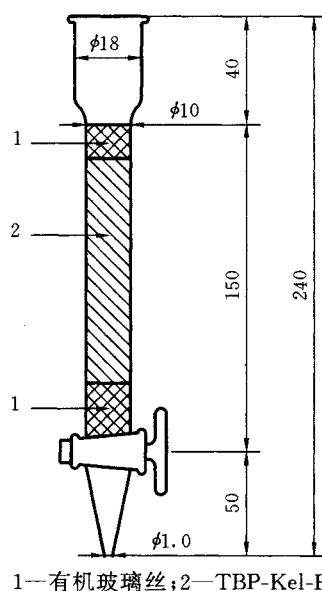


图 2 色层柱

11 分析步骤

11.1 贮备液的制备

杂质标准、内标、外加基体贮备液的制备,见表5。

表5 杂质标准、内标、外加基体贮备液的制备

元素	化合物	质量 m_B mg	溶剂	各元素浓度 ρ_1 $g \cdot L^{-1}$	各元素浓度 ρ_2 $mg \cdot L^{-1}$
Cd	CdO	137.0	HNO ₃	2.40	480.0
Ba	BaCO ₃	718.5	HNO ₃	10.0	100.0
La	La ₂ O ₃	117.3	HNO ₃	2.00	20.0

注:取浓度为 ρ_1 的钡和镧的贮备液各 1.00 mL 于 100 mL 石英容量瓶中,用硝酸(9.12)稀释至刻度并摇匀,得内标、基体混合溶液。

11.2 标准溶液的配制及其含量

按表5所示,取杂质贮备液 ρ_2 0.5 mL 于 50 mL 石英容量瓶中,用硝酸(9.13)稀释至刻度,摇匀,得标准溶液 N_6 ;又从 N_6 中取出 25 mL 于另一 50 mL 石英容量瓶中,两个石英容量瓶均用硝酸(9.13)稀释至刻度并摇匀,得标准溶液 N_5 ;然后由 N_5 按成倍比例稀释成 $N_5 \sim N_1$ 各 50 mL 的一套标准溶液。

分析线对及标准溶液含量见表6。

表6 分析线对及标准含量

元素	分析线对 λ nm	标准溶液含量, $\mu g/g$				
		N_1	N_2	N_3	N_4	N_5
Cd	Cd326.11/La310.46	0.5	1.0	2.0	4.0	8.0

11.3 色层柱制备

称取纯化烘干的聚三氟氯乙烯粉 2.5 g 于 50 mL 的烧杯中,加 TBP-乙醚溶液(9.18)12 mL,在石墨电炉上加热(约 60℃),不断搅拌,赶尽乙醚,加水(9.11),倒入下部填有有机玻璃丝的石英色层柱内,让其自然下沉,上部填上少许有机玻璃丝,调整流速为 0.7 mL/min,用硝酸(9.12)不断淋洗。检查柱子淋洗液空白,直至小于分析下限为止,再用水(9.11)洗至中性,注满水(9.11)备用。

11.4 光谱条件

见附录B(提示的附录)。

11.5 标准溶液处理

在五个石英烧杯中,分别取 N_1 至 N_5 标准溶液 1.00 mL,加内标基体混合溶液 1.00 mL,加磷酸(9.16)1滴,在石墨电炉上加热(约 130℃)蒸干,待用。

11.6 样品分析

11.6.1 六氟化铀样品用液氮冷冻,用水(9.11)水解成氟化铀酰,取与 0.30 g 铀相当的水解液进行测定。

11.6.2 将样品取于 30 mL 铂坩埚(10.6)中,加硝酸(9.2)3 mL,在石墨电炉上加热(约 130℃)赶氟至出现结晶,再加硝酸 2 mL 继续加热至完全结晶,加内标基体混合溶液 1.00 mL,稍加热溶解,待分离。

11.6.3 石英色层柱用硝酸(9.12)15 mL 分三次平衡,把待分离样品倒入分离柱内,用硝酸(9.12)不断淋洗,弃去前 2 mL,收集 6 mL,在石墨电炉上加热(130℃)蒸干。

11.6.4 每个样品平行做两个,同时带两个试剂空白,处理方法与样品相同。

11.6.5 将蒸干的标准、样品、试剂空白各加盐酸(9.3)3滴,稍加热(约 80℃)溶解,再加盐酸(9.14)1 mL,氢氟酸(9.15)4滴,过氧化氢(9.7)1滴,加热(约 80℃)至无气泡为止,使待测溶液体积保持在 0.5 mL 左右,均匀地分滴于预先用聚苯乙烯-苯溶液(9.17)封闭过的两对平头石墨电极上,加热(约

80℃)蒸干,然后升温灼烧 3 min,待摄谱。

11.6.6 滞留在石英色层柱上的铀用水(9.11)解吸,直至用亚铁氰化钾试纸检查无红褐色为止。注满水(9.11)备用。

11.6.7 用测微光度计 S 标尺分别测出镉元素和内标元素的谱线黑度和背景黑度。

12 结果计算

将谱线黑度值与背景黑度值用换值函数法计算,以 $\Delta\psi\text{-lg}\{\omega_B\}$ 绘制工作曲线,在工作曲线上查出试剂空白和样品中镉的含量,然后按式(2)计算:

$$\omega_B = \omega_B' - \omega_B^0 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: ω_B ——样品中镉的实际质量分数, $\mu\text{g/g}$;

ω_B' ——从工作曲线上查出样品中镉的质量分数, $\mu\text{g/g}$;

ω_B^0 ——从工作曲线上查出试剂空白中镉的质量分数, $\mu\text{g/g}$ 。

13 重复性和再现性(见表 7)

表 7 镉测量的重复性(r)和再现性(R)

元素	水平	加入量 ω $\mu\text{g/g}$	测得量 ω $\mu\text{g/g}$	r	R
Cd	A	0.75	0.73	0.194 0	0.194 0
	B	3.0	3.0	0.707 5	0.807 4

第三篇 六氟化铀中钽的化学光谱法测定

14 方法提要

六氟化铀水解液用浓硫酸赶氟,在 10 mol/L 盐酸介质中用 N-苯甲酰苯基羟胺(BPHA)-三氯甲烷作萃取剂,使待测杂质与铀分离,在 500℃马弗炉中灼烧 3 h,以除去碳。残渣用盐酸溶解,交流电弧干渣法光谱测定。试样中钒大于 3 μg ,锆大于 100 μg 时,对钽的测定有干扰;钼小于或等于 40 μg 、铁小于或等于 500 μg 时,对钽的测定无干扰。

在本方法中,100 μg 钽在试样中的相对含量 $\omega_x = 166.7 \mu\text{g/g}$ 。六氟化铀中钽的实际含量从未超过以上值,故不考虑钽的干扰;钒的干扰可于萃取前加入 $\rho_{\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2} = 1 \text{ g/L}$ 溶液 2 mL 消除。

15 试剂和材料

15.1 五氧化二钽:光谱纯。

15.2 五氧化二铌:光谱纯。

15.3 三氧化二镓:光谱纯。

15.4 N-苯甲酰苯基羟胺($\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}_2$, 钽试剂, BPHA):化学纯。

15.5 盐酸:优级纯,经石英亚沸蒸馏器提纯;标定后使用。

15.6 硝酸:优级纯,经石英亚沸蒸馏器提纯;标定后使用。

15.7 硫酸:优级纯, $\rho = 1.841 \text{ g/cm}^3$ 。

15.8 氢氟酸:优级纯, $\rho = 1.15 \text{ g/cm}^3$ 。

15.9 三氯甲烷:分析纯。

15.10 水:去离子水经两级石英蒸馏器提纯。

- 15.11 BPHA 溶液： $\rho(\text{BPHA})=5\text{ g/L}$ ，溶解 0.5 g BPHA(15.4)于 100 mL 三氯甲烷(15.9)中。
- 15.12 硫酸： $\varphi(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01$ ，取 1 mL 硫酸(15.7)用水(15.10)：稀释至 100 mL。
- 15.13 氢氟酸： $c(\text{HF})=0.1\text{ mol/L}$ ，取氢氟酸(15.8)0.2 mL 与 49.8 mL 水(15.10)混合。
- 15.14 盐酸： $c(\text{HCl})=10\text{ mol/L}$ 。
- 15.15 硝酸： $c(\text{HNO}_3)=8\text{ mol/L}$ 。
- 15.16 混酸： $\varphi(\text{HCl}:\text{HNO}_3)=5:1$ 。
- 15.17 盐酸： $c(\text{HCl})=3\text{ mol/L}$ 。
- 15.18 硝酸： $c(\text{HNO}_3)=3\text{ mol/L}$ 。
- 15.19 感光板：紫外 I 型。
- 15.20 石墨电极：光谱纯，平头， $\phi 6\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

16 仪器和设备

- 16.1 石英棱镜摄谱仪。
- 16.2 交流电弧发生器。
- 16.3 测微光度计；S 标尺。
- 16.4 康氏振荡机。
- 16.5 马弗炉：220 V，3 kW。
- 16.6 铂坩埚：30 mL。
- 16.7 聚四氟乙烯杯：10 mL。
- 16.8 分液漏斗：50 mL。
- 16.9 石墨电炉：1 kW，带调压器。
- 16.10 高压溶样罐：溶样杯用 10 mL 聚四氟乙烯杯，外罐用不锈钢耐压 1.3~4.3 MPa。

17 分析步骤

17.1 贮备液配制

17.1.1 钽标准贮备液 C_1

称五氧化二钽(15.1)146.5 mg 于聚四氟乙烯杯中加 4 mL 硝酸(15.6)，1 mL 氢氟酸(15.8)，在高压溶样罐中加热至 200℃，恒温 2 h 使之溶解，冷却后用硝酸(15.18)稀释至 50 mL，制得 C_1 ($\rho_{\text{Ta}}=2.4\text{ g/L}$)，然后贮存在塑料瓶中。

17.1.2 钽标准贮备液 C_2

取钽标准贮备液 C_1 (17.1.1)10 mL，用硝酸(15.18)：稀释至 50 mL，得 C_2 ($\rho_{\text{Ta}}=480\text{ mg/L}$)，贮存于塑料瓶中。

17.1.3 铌内标贮备液 C_1

称五氧化二铌(15.2)128.7 mg 于聚四氟乙烯杯中，加 4 mL 硝酸(15.6)，1 mL 氢氟酸(15.8)，在高压溶样罐中加热至 200℃，恒温 2 h 使之溶解，冷却后，用硝酸(15.18)稀释至 50 mL，制得 C_1 ($\rho_{\text{Nb}}=1.8\text{ g/L}$)，然后贮存在塑料瓶中。

17.1.4 铌内标贮备液 C_2

取铌内标贮备液 C_1 (17.1.3)5 mL，用硝酸(15.18)稀释至 50 mL，制得贮备液 C_2 ($\rho_{\text{Nb}}=180\text{ mg/L}$)，贮存于塑料瓶中。

17.1.5 镓基体贮备液

称三氧化二镓(15.3)134.5 mg 于石英烧杯中，用盐酸(15.5)1 mL、水(15.10)1 mL 溶解，用盐酸(15.17)稀释至 50 mL，制得 $\rho_{\text{Ga}}=2\text{ g/L}$ 贮备液。

17.2 标准、内标和基体溶液配制。

17.2.1 标准溶液的配制

取钽贮备液(17.1.2)1.00 mL于50 mL容量瓶中,用硝酸(15.18)稀释至刻度,摇匀,配成标准溶液 N_0 。再用硝酸(15.18)按一倍比例逐个稀释,配制成标准溶液 $N_5 \sim N_1$,标准溶液浓度见表8。

表8 钽标准溶液浓度

序号	N_1	N_2	N_3	N_4	N_5
$\rho_{Ta}, \text{mg/L}$	0.3	0.6	1.2	2.4	4.8

17.2.2 内标溶液配制

取铌内标贮备液(17.1.4)1.00 mL于50 mL容量瓶中,用硝酸(15.18)稀释至刻度摇匀,制得 $\rho_{Nb}=3.6 \text{ mg/L}$ 内标溶液。

17.2.3 基体溶液配制

取镓基体贮备液(17.1.5)5.0 mL于50 mL容量瓶中,用盐酸(15.17)稀释至刻度,并摇匀,制得 $\rho_{Ga}=200 \text{ mg/L}$ 基体溶液。

17.3 光谱测定条件

见附录C(提示的附录)。

17.4 分析线对与测量范围

分析线对与测量范围见表9。

表9 分析线对与测量范围

分析线对 λ, nm	测量范围 $W_{Ta}, \mu\text{g/g}$
Ta268.51/Nb292.78	0.5~8.0

17.5 标准溶液处理

取 $N_1 \sim N_5$ 标准溶液(17.2.1)各1.00 mL分别置于5个10 mL石英烧杯中,加内标溶液(17.2.2)0.50 mL、基体(17.2.3)0.50 mL、硫酸(15.12)0.2 mL、盐酸(15.14)1 mL,加热至刚冒烟,冷却后,加盐酸(15.17)1 mL、氢氟酸(15.13)4滴,盐酸(15.5)3滴,加热(约90℃)浓缩至约0.5 mL,待滴电极。

17.6 样品分析

17.6.1 取含铀0.600 g的六氟化铀水解液于聚四氟乙烯杯(16.7)中,加硫酸(15.7)1 mL,内标(17.2.2)0.50 mL,在石墨电炉上加热(约90℃)赶氟,蒸发至干,灼烧至大量白烟冒完。

17.6.2 冷却后加4 mL盐酸(15.14),加热(约90℃)待固体物溶解后,转移至分液漏斗中,用盐酸(15.14)2 mL分两次洗聚四氟乙烯杯,洗液倒入分液漏斗中,另取盐酸(15.14)1 mL冲洗分液漏斗杯口。

17.6.3 分液漏斗中加入BPHA溶液(15.11)8 mL,振荡5 min,静置分层后,将BPHA溶液放入第二个分液漏斗中(留约0.2 mL)。

17.6.4 第一个分液漏斗中再加BPHA溶液(15.11)8 mL,以下操作同(17.6.3)。

17.6.5 第一个分液漏斗中加三氯甲烷(15.9)1 mL,不摇动,大部分三氯甲烷放入第二个分液漏斗中。

17.6.6 第二个分液漏斗中加盐酸(15.14)3 mL,摇20 s,静置分层后,将BPHA液层放入铂坩埚(16.6)。

17.6.7 在第二个分液漏斗中加三氯甲烷(15.9)1 mL,不摇动,大部分三氯甲烷放入铂坩埚。

17.6.8 在通风柜内让铂坩埚中的三氯甲烷自然挥发,再用少量三氯甲烷(15.9)将其上部的固体物冲洗到底部,继续让三氯甲烷自然挥发至干。

17.6.9 用硝酸(15.15)1 mL将沉淀物润湿,加硝酸(15.6)0.5 mL,硫酸(15.7)1滴,在石墨电炉上加热(约90℃)溶解。加热前,用石英坩埚盖反扣在铂坩埚上,溶解完后去掉,并用硝酸(15.15)冲洗石英坩埚盖,继续加热蒸干。

17.6.10 将铂坩埚放入马弗炉,升温至500℃,恒温3 h,以除尽碳。

17.6.11 取出铂坩埚,冷却后加基体(17.2.3)0.50 mL、硫酸(15.7)1滴、混酸(15.16)1 mL,加热(约80℃)溶解并蒸发至近干。

17.6.12 加盐酸(15.17)1 mL、氢氟酸(15.13)4滴、盐酸(15.5)3滴,加热溶解并浓缩至0.5 mL,滴电极。

17.6.13 每个单样均匀滴在两对用聚苯乙烯封闭过的平头石墨电极上,约80℃加热蒸干,灼烧至白烟冒尽,按(17.3)光谱条件摄谱,将标准液也摄在同一块感光板上,每个试样做平行样,同时做试剂空白。

17.6.14 用测微光度计S标尺测出钽、内标元素分析谱线黑度和背景黑度,用D表法扣除背景,以标准溶液的 $\lg R - \lg \{\omega\}$ 绘制工作曲线。根据样品和试剂空白中杂质元素的 $\lg R$ 值在工作曲线上查出试样中杂质元素的质量分数 ω_2 ,试剂空白中杂质元素的质量分数 ω_3 。

18 分析结果计算

18.1 标准液中杂质的质量分数按式(3)计算:

$$\omega = \rho_{Ta} \cdot V / m \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: ρ_{Ta} ——标准溶液的质量浓度,mg/L;

V ——绘制工作曲线时所用标准溶液体积,mL;

m ——取样量,g;

ω ——用取样量计算得出的标准中杂质的质量分数, $\mu\text{g/g}$ 。

18.2 按式(4)计算试样中杂质的质量分数:

$$\omega_1 = \omega_2 - \omega_3 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: ω_1 ——试样中杂质的质量分数, $\mu\text{g/g}$;

ω_2 ——从工作曲线上查得的试样中杂质的质量分数, $\mu\text{g/g}$;

ω_3 ——从工作曲线上查得的试剂空白中杂质的质量分数, $\mu\text{g/g}$ 。

19 精密度(见表10)

表10 钽测量的重复性(r)和再现性(R)

水平	加入量 ω $\mu\text{g/g}$	测得量 ω $\mu\text{g/g}$	r	R
A	0.75	0.709 3	0.173 8	0.180 6
B	3.0	2.977	0.724 1	0.870 2

附录 A

(提示的附录)

钐、铈、钐、镨测量的光谱条件

- A1 摄谱仪:平面光栅摄谱仪,光栅为 1 200 条/mm;闪耀波长为 300.0 nm;一级衍射光栅;中心波长为 330.0 nm;狭缝宽度为 10 μm ;单透镜照明,物像比为 1:1。
- A2 光源:自激式高频等离子发生器。工作电压为 4 kV,阳极电流强度为 0.8 A,栅流为 100 mA。
- A3 感光板 1:紫外 I 型。
- A4 曝光时间:10 s。
- A5 显影液:D-19 配方;显影温度 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$;显影时间:3 min。
- A6 定影液:F-5 配方,定影至透明为止。
- A7 按高频等离子发生器操作步骤开启低压系统,流量为 32 L/min。
- A8 开启空气压缩机,使气压为 50 kPa,流量为 32 L/min。
- A9 开启控温仪,使其温度控制在 150°C 。
- A10 打开冷水系统,接通工作气体,使气压为 0.15 MPa,调节炬管外管气体流量为 16 L/min;调节炬管中管气体流量为 1.1 L/min;内管气体流量为 0.48 L/min。
- A11 开启发生器高压系统,当高压升到 4.5 kV 时“点火”。点燃后关闭炬管中管气体,调节振荡管阳流为 0.8 A,缓慢打开炬管内管气体,调节气体流量,使溶液提升量为 1.6 mL/min。
- A12 待测溶液雾化 45 s 后方可摄谱,每个标准和样品(包括试剂空白)摄谱两次,每次曝光 10 s。
- A13 标准与样品之间以及不同样品之间雾化前需先用硝酸(3.1.9)清洗去溶胶通道 60 s。

附录 B

(提示的附录)

杂质元素镨测量的光谱条件

- B1 石英棱镜摄谱仪:三透镜照明;狭缝宽 12 μm ,狭缝高 1 mm,中间光栏全圆。
- B2 交流电弧发生器:激发电流强度 9 A,电极极距 3 mm。
- B3 感光板(9.19)。
- B4 曝光时间:40 s。
- B5 显影液:D-19 配方,显影温度 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$,显影时间为 3 min。
- B6 定影液:F-5 配方,定影至透明为止。

附录 C

(提示的附录)

杂质元素钽测量的光谱条件

- C1 石英棱镜摄谱仪:三透镜照明;中间光栏全圆;狭缝宽度 12 μm ,高度 1 mm。
 - C2 交流电弧发生器,激发电流 10 A,极距 4 mm。
 - C3 曝光时间 60 s。
 - C4 显影液 D-19 配方,显影温度 $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$,显影时间 3 min。
 - C5 定影:F-5 配方,定影至透明为止。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
六氟化铀中钐、钕、钐、铈、镨、钕、钐
的测定 化学光谱法
GB/T 17508—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
1999年4月第一版 1999年4月第一次印刷
印数 1—600

*

书号: 155066·1-15666 定价 12.00 元

*

标 目 370—26



GB/T 17508—1998