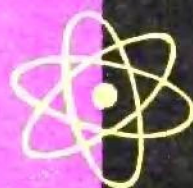


U KUANG YE FEN XI JI CHU ZHI SHI

铀矿冶分析基础知识

铀矿冶分析基础知识编写组



原子能出版社出版

内 容 简 介

本书介绍了铀矿冶工业中的分析基础知识,共九章,按内容大体上可分为四部分。

第一部分介绍了分析工作常识,包括安全、样品制备、仪器和器皿的使用与校准、溶液的配制等。第二部分介绍了样品中组分分离和测定方法的基本原理,测定方法包括重量法、容量法、分光光度法、原子吸收分光光度法、发射光谱法、荧光法、放射性物理分析法、气相色谱法和电化学分析法。第三部分介绍了铀、产品、排放物料的常用分析方法以及生产过程中控制分析方法。第四部分介绍了分析数据处理的基本知识。书末附有十个表。

本书主要读者对象是分析工人,也可供技工学校有关专业师生和技术人员参考。

铀矿冶分析基础知识

《铀矿冶分析基础知识》编写组

原子能出版社出版

(北京2108信箱)

张家口地区印刷厂

新华书店北京发行所发行·新华书店经售



开本 $850 \times 1168^{1/32}$ ·印张 $14^{3/8}$ ·字数 384 千字

1980 年 10 月第一版·1980 年 10 月第一次印刷

印数 001—1900·统一书号: 15175·189

定价: 2.30 元

前 言

我国的原子能事业在毛主席和周总理的亲切关怀下，二十多年来，取得了巨大的成绩，积累了丰富的经验。为了实现我国的农业、工业、国防和科学技术的现代化，华国锋同志在1978年全国科学大会上发出了“提高整个中华民族的科学文化水平”的号召。为了适应铀矿冶工业日益发展的需要，出版一部广大分析工人读物就显得十分必要。根据我们的生产实践，参考了有关厂矿的经验，编写了《铀矿冶分析基础知识》一书。

本书第一、二章介绍分析工作常识，包括安全，样品加工，称样，仪器校正和溶液的配制、标定等。第三、四章介绍试样中组分分离和测定方法的基本原理。第五、六、七、八章介绍一些常用的分析方法；限于篇幅，只选编了一些普通的分析项目和较为典型的分析方法；各厂的工艺流程不同，情况不一，读者选用分析方法时，不能生搬硬套，而应紧密结合本单位具体情况。第九章介绍分析数据统计的浅近知识。

由于我们水平有限，写作经验不多，书中一定有错误和不当之处，殷切希望广大读者对本书提出宝贵意见。

编写过程中，有关厂矿和研究所提供了宝贵资料，提出了修改意见，并对初稿进行了认真的审阅。这为本书及时出版，质量提高起到了很大的作用，在此一并表示衷心的感谢。

本书是由十位同志共同编写成的（姓名分别署在各章），由沈言淳、张祖一、赵志刚三位同志整理并定稿。

编 者

1978年12月

目 录

前 言

第一章 分析工作常识 (1)

第一节 铀矿冶分析室的安全知识 (1)

第二节 分析样品的制备 (2)

一、固体物料样品的采集 (3)

(一) 原矿石样品的采集 (3)

(二) 产品样品的采集 (3)

(三) 流动物料的样品采集 (3)

二、固体物料样品的加工 (4)

三、液体物料样品的采集和加工 (5)

第三节 常用的仪器和器皿 (5)

一、分析天平 (5)

(一) 分析天平的分类和级别 (5)

(二) 分析天平的构造 (6)

(三) 分析天平的计量性能 (12)

(四) 分析天平的调整 (13)

(五) 使用分析天平的注意事项 (14)

二、容量仪器的校准 (14)

(一) 校准方法 (15)

(二) 校准操作 (16)

三、金属和非金属器皿 (17)

(一) 铂器皿的使用 (17)

(二) 银器皿的使用 (19)

(三) 镍器皿的使用 (19)

(四) 石英器皿的使用方法 (19)

(五) 玛瑙研钵的使用 (19)

第二章 溶液的配制 (20)

第一节 离子交换法制备纯水 (20)

一、纯水制备的原理和装置 (20)

(一) 原理	(20)
(二) 装置	(21)
(三) 复床-混合床离子交换法制备纯水的优点	(22)
二、离子交换柱的再生	(23)
第二节 溶液浓度的表示和计算	(23)
一、溶液浓度的表示	(23)
(一) 一般溶液的浓度	(23)
(二) 标准溶液的浓度	(24)
二、标准溶液配制的计算	(27)
(一) 固体试剂称重的计算	(27)
(二) 原装液体试剂取用量的计算	(28)
(三) 已知浓度的浓溶液取用体积的计算	(29)
三、标准溶液标定的计算	(29)
第三节 标准溶液的配制和标定	(31)
一、化学试剂的等级	(32)
二、配制标准溶液的规定	(32)
三、常用标准溶液的配制	(32)
(一) 重铬酸钾基准溶液的配制	(34)
(二) 钼酸铵标准溶液的配制	(34)
(三) 碘标准溶液的配制	(34)
(四) 硫酸亚铁铵标准溶液的配制	(35)
(五) 氢氧化钠标准溶液的配制	(35)
(六) 盐酸标准溶液的配制	(36)
(七) 过氯酸标准溶液的配制	(36)
(八) EDTA 标准溶液的配制	(36)
(九) EGTA 标准溶液的配制	(37)
(十) CyDTA 标准溶液的配制	(37)
(十一) 硝酸银标准溶液的配制	(38)
第三章 化学组分的分离与掩蔽	(39)
第一节 质量作用定律和化学平衡	(39)
一、化学反应速度和质量作用定律	(40)
二、化学平衡	(41)

(一) 化学平衡的定义	(41)
(二) 化学平衡常数	(42)
(三) 化学平衡的移动	(45)
第二节 沉淀分离法	(46)
一、一般知识	(47)
(一) 溶度积原理	(47)
(二) 共沉淀和追随沉淀	(49)
二、选择性沉淀	(50)
(一) 控制溶液的酸度	(50)
(二) 加入络合剂	(51)
(三) 改变离子价态	(51)
(四) 控制沉淀剂的用量	(51)
(五) 均相沉淀与浓溶液中沉淀	(51)
(六) 其它方法	(52)
第三节 萃取分离法	(53)
一、一般知识	(53)
(一) 分配比、萃取率和分离系数	(53)
(二) 萃取机理	(54)
二、选择性萃取	(57)
(一) 选用介质和控制溶液酸度	(57)
(二) 络合剂的使用	(57)
(三) 试剂加入量	(58)
(四) 改变离子的价态	(58)
(五) 使用不同的溶剂	(58)
(六) 使用不同的反萃取剂	(58)
(七) 其它因素	(59)
第四节 离子交换分离法	(59)
一、离子交换树脂的性能	(59)
(一) 离子交换树脂的物理性能	(60)
(二) 离子交换树脂的化学性能	(60)
二、离子交换反应的速度	(62)
三、离子交换分离的操作	(62)

(一) 离子交换树脂的选择	(62)
(二) 树脂的预处理	(63)
(三) 离子交换操作法	(63)
(四) 树脂的再生	(65)
四、离子交换分离在分析中的应用举例	(65)
(一) 分离化学性质相近似的元素	(65)
(二) 分离干扰元素	(65)
(三) 用特种树脂进行选择分离	(66)
第五节 掩蔽法	(66)
一、络合掩蔽法	(66)
(一) 常用的络合掩蔽剂	(67)
(二) 络合掩蔽的应用	(70)
二、其它掩蔽法	(70)
(一) pH 缓冲液对 H^+ 、 OH^- 的掩蔽	(71)
(二) 氧化还原电位的缓冲	(72)
(三) 离子强度的缓冲	(72)
第六节 其它分离方法	(73)
一、色层分离法	(73)
(一) 色层柱的制备	(74)
(二) 柱上分离	(74)
(三) 色层柱的再生	(75)
二、活性炭吸附	(75)
三、蒸馏分离	(76)
四、灼烧分离	(76)
五、汞阴极电解	(77)
第四章 分析方法	(78)
第一节 重量分析法	(78)
一、重量分析法的基本原理	(78)
(一) 沉淀法	(78)
(二) 气化法	(78)
二、重量分析法的操作	(79)
(一) 沉淀剂的选择	(79)

(二) 沉淀的过滤和洗涤	(79)
(三) 沉淀的干燥与灼烧	(79)
(四) 沉淀的称量	(80)
三、重量分析法的计算	(80)
(一) 分析结果计算	(80)
(二) 样品称样量的估算	(81)
四、重量分析法的误差	(82)
第二节 容量分析法	(82)
一、容量分析法的基本原理	(82)
二、容量分析法的分类	(84)
(一) 中和滴定法	(84)
(二) 沉淀滴定法	(92)
(三) 络合滴定法	(95)
(四) 氧化还原滴定法	(105)
三、容量分析法结果的计算	(110)
四、容量分析法的误差	(112)
第三节 分光光度分析法 (附浊度分析法)	(113)
一、分光光度法的基本原理	(117)
(一) 布给定律	(117)
(二) 比耳定律	(117)
二、分光光度法的仪器	(119)
三、分光光度法测定条件的选择	(121)
(一) 显色剂的选择	(121)
(二) 试剂用量和 pH 的影响	(123)
(三) 显色温度的影响	(125)
(四) 时间的影响	(125)
(五) 工作波长的选择	(125)
四、分光光度法的定量方法分类	(126)
(一) 比较法	(126)
(二) 工作曲线法	(126)
(三) 差示分光光度法	(127)
五、分光光度法分析的误差	(128)

(一) 分光光度法分析误差的来源	(128)
(二) 分光光度法分析误差的减小	(128)
附: 浊度分析法	(129)
第四节 原子吸收分光光度法	(129)
一、原子吸收分光光度法的基本原理	(130)
(一) 基态原子和激发态原子	(130)
(二) 共振线、吸收线、吸收系数	(131)
二、原子吸收分光光度法的仪器	(133)
(一) 锐线光源——空心阴极灯	(133)
(二) 原子化装置	(134)
(三) 分光系统	(136)
(四) 测光系统	(137)
三、原子吸收分光光度法的操作	(138)
(一) 操作条件的选择	(138)
(二) 原子吸收分光光度法的干扰因素	(140)
四、原子吸收分光光度法的定量方法分类	(141)
(一) 标准曲线法	(141)
(二) 增量法	(141)
(三) 内标准法	(142)
五、原子吸收分光光度法的灵敏度	(142)
第五节 发射光谱分析法	(143)
一、发射光谱分析的基本原理	(145)
(一) 原子结构与光谱的产生	(145)
(二) 影响谱线强度的因素	(145)
二、发射光谱分析的光源	(147)
(一) 直流电弧	(148)
(二) 交流电弧	(149)
三、发射光谱用的仪器	(152)
(一) 棱镜光谱仪	(152)
(二) 光栅摄谱仪	(156)
(三) 照明系统	(158)
(四) 其它仪器	(160)

四、发射光谱分析的相板	(161)
(一) 相板分类	(162)
(二) 乳剂特性曲线的绘制与应用	(163)
(三) 暗室处理	(167)
五、发射光谱分析方法的分类	(169)
(一) 定性分析	(169)
(二) 半定量分析	(171)
(三) 定量分析	(171)
六、发射光谱分析的误差	(176)
(一) 系统误差的来源	(176)
(二) 偶然误差的来源	(176)
第六节 荧光分析法	(177)
一、荧光现象与荧光分析	(177)
二、紫外光激发的荧光分析	(177)
(一) 固体荧光法和液体荧光法	(178)
(二) 荧光的熄灭	(180)
(三) 铀化合物的荧光	(180)
(四) 荧光分析仪器	(181)
三、X射线荧光分析	(182)
(一) 原理	(182)
(二) 装置	(183)
(三) 应用	(185)
第七节 放射性物理分析法	(186)
一、放射性物理分析的基本原理	(186)
(一) 射线的产生和种类	(186)
(二) 放射性衰变的基本规律	(187)
(三) 天然放射系	(188)
(四) 射线和物质的相互作用	(188)
二、放射性物理分析仪器	(191)
(一) 铅室	(191)
(二) 探测器	(191)
(三) 仪器和装置	(197)

三、方法应用	(200)
(一) β - γ 综合法测定铀	(200)
(二) γ 能谱法测定镭	(202)
(三) β - γ' - γ'' 法测定铀、镭、钍	(204)
四、放射性物理分析方法的误差	(209)
第八节 气相色谱分析法	(210)
一、气相色谱分析法的基本原理	(210)
二、气相色谱分析的装置	(211)
(一) 载气系统	(211)
(二) 进样系统	(211)
(三) 分离系统	(212)
(四) 检测系统	(212)
三、气相色谱的应用	(220)
(一) 色谱的术语	(220)
(二) 柱效率	(221)
(三) 定性分析	(223)
(四) 定量分析	(224)
第九节 电化学分析方法	(227)
一、电极和电极电位	(228)
二、离子选择性电极法	(229)
(一) 离子选择性电极的种类与构造	(230)
(二) 离子选择性电极的测定原理	(231)
(三) 仪器介绍	(236)
(四) 离子选择性电极法的应用	(238)
三、极谱分析法	(239)
第五章 铀的分析	(243)
第一节 铀化合物的化学性质	(243)
一、铀的原子价态	(243)
二、铀的氧化物	(244)
三、铀的卤化物	(245)
四、铀酰盐	(245)
五、铀酸盐	(246)

六、铀盐的水解	(246)
七、铀的络合物	(247)
第二节 铀矿物及其化学组成	(249)
第三节 铀矿样的分解	(250)
第四节 铀与共存元素的分离	(252)
一、沉淀法	(252)
(一) 沉淀铀	(253)
(二) 沉淀干扰元素	(253)
(三) 在大体积水样中载带共沉淀痕量铀	(254)
二、溶剂萃取法	(254)
(一) 磷酸三丁酯 (TBP) 萃取法	(254)
(二) 三辛基氧膦 (TOPO) 萃取法	(254)
(三) 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰基-吡唑酮-5 (PMBP) 萃取法	(255)
三、离子交换法	(255)
(一) 硫酸介质中的阴离子交换法	(255)
(二) 盐酸介质中的阴离子交换法	(255)
四、色层分离法	(255)
第五节 铀的测定方法	(256)
一、容量法	(256)
(一) 亚铁-钼酸铵容量法	(259)
(二) 亚钛-钼酸铵容量法	(262)
(三) 亚钛-次溴酸钠-钼酸铵微容量法	(263)
(四) 亚钛-次溴酸钠-钼酸铵容量法测定铀精矿中的铀	(267)
(五) 连二亚硫酸钠-磷酸盐-重铬酸钾容量法	(269)
(六) 二氧化铀中四价铀的测定	(271)
二、重量法	(272)
(一) 苯甲酰乙酰替苯胺重量法测定	(273)
(二) 二氧化铀中总铀量的重量法测定	(273)
(三) 三碳酸铀酰铵中铀的重量法测定	(274)
三、分光光度法	(274)
(一) Br-PADAP 分光光度法测定铀	(276)

(二) P_{350} -聚三氟氯乙烯色层分离-偶氮胂Ⅱ比色法测定矿石和矿渣中的铀	(279)
(三) 溴代十六烷基三甲胺-铬天青 S 分光光度法测定废水中痕量铀	(282)
(四) 偶氮胂Ⅱ比色法测定微量铀	(284)
(五) TAR 分光光度法测定微量铀	(286)
四、荧光法测定痕量铀	(290)
五、示波极谱法测定微量铀	(293)
六、树脂中铀的测定	(295)
七、有机相中铀的测定	(296)
第六章 常规分析	(297)
第一节 矿石分析	(297)
一、氟硅酸钾容量法测定硅	(297)
二、铁的测定	(300)
(一) EDTA 容量法测定铁 (Ⅰ)	(300)
(二) 重铬酸钾容量法测定铁 (Ⅰ)	(301)
三、CyDTA 容量法测定铝	(302)
四、钙镁的连续测定	(304)
(一) EDTA 容量法	(304)
(二) EGTA-CyDTA 容量法	(305)
五、过氧化氢比色法测定钛	(307)
六、过硫酸铵容量法测定锰	(308)
七、燃烧碘量法测定总硫量	(309)
八、钼盐催化磷钼蓝比色法测定磷	(311)
九、硫氰酸盐比色法测定钼	(312)
十、离子选择性电极法测定氟	(313)
十一、中和法测定碳酸根	(315)
十二、烧失量的测定	(315)
第二节 控制分析	(316)
一、酸度分析	(316)
(一) 草酸钾-氯化镁法	(316)
(二) EDTA-Ca 法	(317)
(三) 六偏磷酸钠法	(318)

(一) D ₂ EHPA 的测定	(342)
(二) 煤油中 D ₂ EHPA 的测定	(343)
六、水相或矿泥中微量有机磷化合物的分析	(344)
七、高碳醇的测定——羟价的测定	(345)
(一) 乙酸酐-吡啶乙酰化法	(345)
(二) 微量醇的分光光度法测定	(347)
八、聚丙烯酰胺的分析	(347)
(一) 容量法	(347)
(二) 分光光度法	(349)
九、黄药的分析	(350)
(一) 容量法	(350)
(二) 废水中微量黄原酸盐的分光光度法测定	(351)

第七章 产品的纯度分析..... (352)

第一节 光谱分析方法

一、基体的制备	(352)
二、光谱纯氯化银的制备	(353)
三、固体标准样的配制及光谱内标的选择	(354)
(一) 固体标准样的配制	(354)
(二) 内标的选择	(355)
四、分析样品的处理	(355)
五、分析方法	(356)
(一) 蒸发法光谱分析	(356)
(二) 载体分馏光谱法	(361)
(三) 化学光谱法	(365)

第二节 产品纯度的化学分析

一、微量铁的邻菲罗啉比色测定	(372)
二、微量铬的二苯胺基脲比色测定	(373)
三、微量硫酸根的比浊测定	(375)
四、微量硅的比色测定	(376)
五、微量硼的比色测定	(378)
六、微量钨、钼的硫氰酸盐比色测定	(381)
七、微量镍的丁二肟比色测定	(384)

八、微量锰的高碘酸钾比色测定	(386)
九、微量镉的打萨宗比色测定	(387)
十、微量钒的 BPHA 比色测定	(389)
十一、微量铝的铬天青 S 比色测定	(390)
十二、离子交换-偶氮肿 III 比色法测定钍	(391)
第八章 排放物料的分析	(393)
第一节 尾矿渣和废水中镉的测定	(393)
一、尾矿渣中镉的测定	(394)
二、废水中镉的测定	(396)
第二节 尾矿渣和废水中钍的测定	(397)
一、P ₃₅₀ -反相分配色层分离偶氮肿 III 比色法测定微量钍	(397)
二、废水中微量钍的直接分光光度法测定	(399)
第三节 废水中总 α 放射性和总 β 放射性的测定	(400)
一、蒸发法	(401)
二、共沉淀法	(402)
第九章 分析数据的处理	(404)
第一节 有效数字与计算法则	(404)
一、测量数据中的有效数字	(404)
二、科学记数法	(405)
三、计算法则	(406)
第二节 误差与平均值	(407)
一、偶然误差、系统误差和过失误差	(407)
(一) 偶然误差	(407)
(二) 系统误差	(408)
(三) 过失误差	(408)
二、分析数据的离散程度和集中趋势	(408)
三、平均值的计算	(409)
四、均方根差的计算	(410)
五、变异系数 (相对均方根差)	(412)
第三节 置信区间	(413)
一、置信区间与置信度	(413)

二、可疑值的舍弃	(415)
三、常规分析中的可疑值	(417)
第四节 质量评定	(418)
第五节 分析结果的对比	(420)
一、分析结果与已知标准值的对比	(420)
二、两个平均值的对比	(422)
第六节 空白值	(422)
附录	(424)
表 1 常用酸碱指示剂	(424)
表 2 氧化-还原指示剂	(425)
表 3 常用掩蔽剂	(426)
表 4 金属-氨羧络合物稳定常数的指数	(432)
表 5 金属离子沉淀的 pH 值	(434)
表 6 常用有机试剂缩写词表	(435)
表 7 氧化还原电位表	(438)
表 8 光谱中背景的修正值 D	(440)
表 9 t 值表	(441)
表 10 一些铀化合物之间的换算因数	(442)