



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 840-2017

代替 GB6768-86,GB11220.1-89,GB11223.2-89,GB11223.1-89,GB12378-90,GB12377-90

环境样品中微量铀的分析方法

Technical guidelines for environmental impact assessment Analytical methods
for micro-quantity of uranium in environmental samples

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2017-7-7发布

2017-8-1实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前言.....	II
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 激光荧光法.....	1
4 N-235 萃取——分光光度法.....	8
5 磷酸三丁酯萃取或三正辛基氧磷萃取——固体荧光法.....	11
6 磷酸三丁酯萃取——分光光度法.....	15
7 磷酸三丁酯萃取——固体荧光法.....	17
8 TBP 萃取——固体荧光法.....	20
9 CL-5209 萃淋树脂分离——2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法.....	23
附录 A (规范性附录) 关于实施标准的补充说明.....	27
附录 B (规范性附录) 使用用 N-235 萃取——分光光度法测定钚的方法.....	28
附录 C (规范性附录) 正确使用标准的说明.....	29

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国放射性污染防治法》，加强环境质量管理，规范环境监测方法，制定本标准。

本标准规定了环境水样、空气、生物和土壤样品中微量铀的分析方法。

本标准的技术内容以 GB 6768-86《水中微量铀分析方法》、GB 11223.1-89《生物样品灰中铀的测定 固体荧光法》、GB 11223.2-89《生物样品灰中铀的测定 激光液体荧光法》、GB 11220.1-89《土壤中铀的测定 CL-5209 萃淋树脂分离 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法》、GB 12378-90《空气中微量铀的分析方法 TBP 萃取荧光法》、GB 12377-90《空气中微量铀的分析方法 激光荧光法》整合为主。整合过程中参照了 GB 14883.7-2016《食品安全国家标准 食品中放射性物质天然钍和铀的测定》、EJ/T 550-2000《土壤、岩石等样品中铀的测定 激光荧光法》和 HJ 168-2010《环境监测 分析方法标准制修订技术导则》等资料。

《水中微量铀分析方法》(GB 6768-86)首次发布于1986年，原标准起草单位为国营504厂和核工业部第三研究院；《生物样品灰中铀的测定 固体荧光法》(GB 11223.1-89)首次发布于1989年，原标准起草单位为核工业部国营814厂；《生物样品灰中铀的测定 激光液体荧光法》(GB 11223.2-89)首次发布于1989年，原标准起草单位为核工业部国营814厂；《土壤中铀的测定 CL-5209 萃淋树脂分离 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法》(GB 11220.1-89)首次发布于1989年，原标准起草单位为核工业部北京第五研究所；《空气中微量铀的分析方法 TBP 萃取荧光法》(GB 12378-90)和《空气中微量铀的分析方法 激光荧光法》(GB 12377-90)两项标准均首次发布于1990年，原标准起草单位为核工业部国营八一二厂。本次为第一次修订。修订的主要内容：

- 对以上六项分散的标准进行了整合，合并为一项标准；
- 将激光荧光法测定环境水样、空气、生物和土壤样品中微量铀的分析方法统一整合；
- 增加了生物样品灰中铀的测定方法 N-235 萃取一分光光度法，并给出了铀钍联合分析程序；
- 增加了样品前处理和分析过程中的个别步骤；
- 对部分文字和参数单位表述按照现行标准要求进行规范。

自本标准实施之日起，《水中微量铀分析方法》(GB 6768-86)、《土壤中铀的测定 CL-5209 萃淋树脂分离 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法》(GB 11220.1-89)、《生物样品灰中铀的测定 激光液体荧光法》(GB 11223.2-89)、《生物样品灰中铀的测定 固体荧光法》(GB 11223.1-89)、《空气中微量铀的分析方法 TBP 萃取荧光法》(GB 12378-90)、《空气中微量铀的分析方法 激光荧光法》(GB 12377-90)废止。

本标准的附录为资料性附录。

本标准由环境保护部核设施安全监管司提出。

本标准由环境保护部核设施安全监管司、科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：浙江省辐射环境监测站、青岛市环境监测中心站、广西辐射环境监督管理站。

本标准环境保护部于 2017 年 7 月 7 日批准。

本标准自 2017 年 8 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

环境样品中微量铀的分析方法

1 适用范围

本标准规定了环境水样、空气、生物和土壤样品中微量铀的分析方法。

本标准适用于环境水样、空气、生物、土壤样品中微量铀的分析，也适用于对核设施营运单位、核技术利用单位、铀（钍）矿和伴生放射性矿开发利用单位的铀污染监测。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 12997	水质采样方案设计技术规范
GB 12998	水质采样技术指导
GB 12999	水质采样样品的保存和管理技术规范
GB 12379	环境核辐射监测规定
GB 14883.7	食品中放射性物质检验 天然钍和铀的测定
HJ/T 61	辐射环境监测技术规范
EJ/T 550	土壤、岩石等样品中铀的测定 激光荧光法

3 激光荧光法

本方法适用于环境水样（包括地表水、地下水、污染源排放废水）、空气、生物、土壤样品中微量铀的分析。

激光荧光法对环境水、空气、生物、土壤样品中铀的测量范围分别为 $2.0 \times 10^{-8} \sim 2.0 \times 10^{-5}$ g/L（水样）， $2.0 \times 10^{-11} \sim 2.0 \times 10^{-8}$ g/m³（空气取样体积为 10 m³ 时）， $1.0 \times 10^{-8} \sim 1.0 \times 10^{-5}$ g/g 灰（生物样品灰量为 0.05 g 时）和 $1.0 \times 10^{-7} \sim 1.0 \times 10^{-4}$ g/g（土壤样品量为 0.10 g 时）。

3.1 方法原理

向液态样品中加入的铀荧光增强剂与样品中铀酰离子形成稳定的络合物，在紫外脉冲光源的照射下能被激发产生荧光，并且铀含量在一定范围内时，荧光强度与铀含量成正比，通过测量荧光强度，计算获得铀含量。

3.2 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准分析纯化学试剂,实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。所用酸在没有注明浓度时均指分析纯浓酸。硝酸酸化水均为 pH 为 2 的硝酸溶液。在需标明试剂含量时,按下述表示方法:

当溶液的浓度表示为物质的量浓度时,单位为摩尔每升(mol/L),量的符号为 c [例如 $c(\text{HNO}_3)=1 \text{ mol/L}$];当溶液的浓度表示为质量浓度时,单位为克每升(g/L)、微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)等,量的符号为 ρ [例如 $\rho(\text{U})=10.0 \mu\text{g/mL}$];如果溶液浓度以质量分数给出量的符号为 ω [例如 $\omega(\text{NaCl})=10\%$,表示 100 g 该溶液中含有 10 g 氯化钠,即 10 g 氯化钠溶于 90 g 水中],单位无量纲;如果溶液浓度以体积分数给出,量的符号为 ψ [例如 $\psi(\text{HCl})=5\%$,表示 100 mL 该溶液中含有浓盐酸 5 mL,单位无量纲。

对于微量铀分析方法中使用的试剂应进行铀含量测定,铀含量高于环境水平的试剂不能用于实验过程。

- 3.2.1 氢氟酸(HF): 质量浓度 $\geq 40\%$ 。
- 3.2.2 硝酸(HNO_3): 质量浓度 65.0%~68.0%。
- 3.2.3 硝酸溶液: $c(\text{HNO}_3)=1 \text{ mol/L}$ 。
- 3.2.4 硝酸溶液: 1+1。
- 3.2.5 硝酸溶液: 1+2。
- 3.2.6 硝酸酸化水: pH=2。
- 3.2.7 高氯酸(HClO_4): 质量浓度 70.0%~72.0%。
- 3.2.8 过硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)。
- 3.2.9 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.2.10 氢氧化钠溶液: $\omega(\text{NaOH})=4\%$ 。
- 3.2.11 铀荧光增强剂。
- 3.2.12 抗干扰型铀荧光增强剂使用液(土壤样品测定用)

称取 2.5 g 氢氧化钠(3.2.9),用 100 mL 铀荧光增强剂(3.2.11)溶解后,再用水定容至 1000 mL,摇匀,置于塑料瓶中保存备用。

- 3.2.13 八氧化三铀(基准或光谱纯,八氧化三铀含量大于 99.97%)

- 3.2.14 铀标准贮备溶液: $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$

- 3.2.14.1 外购铀标准贮备溶液

购买有标准物质证书的铀标准溶液作为铀标准贮备溶液。

- 3.2.14.2 配制铀标准贮备溶液

将八氧化三铀(3.2.13)放至马福炉中 850 °C 灼烧 0.5 h,取出置于干燥器中冷却至室温。

称取 0.1179 g 于 50 mL 烧杯内，用 2~3 滴水润湿后加入 5 mL 硝酸(3.2.2)，于电热板上加热溶解并蒸发至近干（控制温度防止溅出），然后用硝酸酸化水(3.2.6)溶解，定量转入 100 mL 容量瓶内，用硝酸酸化水(3.2.6)稀释至标线。

3.2.15 铀标准中间溶液： $\rho(U) = 10.0 \mu\text{g/mL}$

取 1.00 mL 1.00 mg/mL 的铀标准贮备溶液(3.2.14)，用硝酸酸化水(3.2.6)稀释至 100 mL。

3.2.16 铀标准工作溶液： $\rho(U) = 0.500 \mu\text{g/mL}$

取 5.00 mL 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的铀标准中间溶液(3.2.15)，用硝酸酸化水(3.2.6)稀释至 100 mL。

3.2.17 铀标准工作溶液： $\rho(U) = 0.100 \mu\text{g/mL}$

取 1.00 mL 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的铀标准中间溶液(3.2.15)，用硝酸酸化水(3.2.6)稀释至 100 mL。

3.3 主要仪器设备

3.3.1 铀分析仪

量程范围： $1 \times 10^{-11} \sim 2 \times 10^{-8} \text{ g/mL}$ ；

检出下限： $\leq 2 \times 10^{-11} \text{ g/mL}$ ；

线性： $r \geq 0.995$ 。

3.3.2 微量进样器：50 μL ，100 μL 。

3.3.3 分析天平：可读性 0.1 mg。

3.3.4 石英比色皿： $(1 \times 2 \times 4) \text{ cm}$ 。

3.3.5 聚四氟乙烯坩埚（有盖）：20 mL~30 mL。

3.3.6 铂坩埚：20 mL。

3.3.7 马福炉：控温精度 $\pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

3.3.8 空气取样器。

3.3.9 酸度计。

3.4 样品采集、运输、保存与预处理

3.4.1 样品采集、运输和保存

按照 GB 12997、GB 12998、GB 12999、GB 12379 和 HJ/T 61 等标准中的相关规定进行水样、空气、生物样品及土壤样品的采集和保存。其中空气样品采样滤膜为过氯乙烯树脂合成纤维滤布，取样器直径 $\phi 100 \text{ mm}$ ，取样头距地高 1.5 m，流速 50~100 cm/s。采样体积根

据空气中铀含量确定（一般不少于 10 m^3 ），记录采样时气温、气压、采样体积时，需换算成标准状况下体积。采样结束，将滤布存放于样品盒内。

3.4.2 样品预处理

3.4.2.1 水样

将水样静置后取上清液为待测样品。如水样有悬浮物，需用孔径 $0.45 \mu\text{m}$ 的过滤器过滤除去，以滤液为待测样品。

3.4.2.2 空气样品

3.4.2.2.1 揭开并弃去采样滤膜纱布，将过氯乙烯树脂合成纤维滤布放入铂坩埚中，置于马福炉内缓慢升温至 $700 \text{ }^\circ\text{C}$ ，灼烧 1 h 。

3.4.2.2.2 取出坩埚冷却后，加入 5 mL 硝酸(3.2.2)，在电热砂浴上加热，冒烟后，滴加氢氟酸(3.2.1) 0.5 mL ，继续加热至近干（控制温度防止溅出）。如果灰分大，可再滴加氢氟酸(3.2.1)直至脱硅完全。

3.4.2.2.3 取下坩埚，再加入 2 mL 硝酸(3.2.2)，蒸发至近干（控制温度防止溅出）。

3.4.2.2.4 用硝酸酸化水(3.2.6)洗涤坩埚三次，合并于 10 mL 容量瓶中，根据所用铀荧光增强剂的使用条件，以氢氧化钠和硝酸调节滤液 pH 值至合适范围，达到所用铀荧光增强剂使用要求，并定容至容量瓶标线，摇匀后作为待测样品。

3.4.2.3 生物样品

3.4.2.3.1 将所采集的生物样品通过样品预处理、前处理（包括干燥、炭化、灰化等）手段，得到生物样品灰样。样品处理应当控制好炭化、灰化温度，防止明火，防止样品发生烧结。

生物样品灰分析称重时应均匀，并且样品灰应当有与该生物样品鲜重（或干重）确切的换算系数（灰鲜比或灰干比，即 1 kg 鲜重或干重的生物样品经预处理、前处理后所得的灰重，以 g/kg 表示），仅需要给出灰样含量结果的除外。

3.4.2.3.2 称取 $0.0200\sim 0.0500 \text{ g}$ （根据样品中铀含量而定）生物样品灰于 50 mL 的瓷坩锅中，置于马福炉中 $600 \text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至灰化完全（无明显碳粒），取出稍冷后，加入 20 mL 水和 2.0 g 过硫酸钠(3.2.8)，于电热板上加热，搅拌，直至气泡冒尽后蒸干。若在蒸干过程中仍有气泡，可稍冷后再加入约 15 mL 水，于电热板上加热直至无气泡后蒸干，固体物完全熔融。取下坩锅，冷至室温，加入 15 mL 水，固体溶解后，稍微加热后转入离心管离心或过滤。用水洗涤容器与不溶物。收集滤液与洗涤液于 25 mL 容量瓶中。弃去不溶物。

3.4.2.3.3 根据所用铀荧光增强剂的使用条件，以氢氧化钠和硝酸调节滤液 pH 值至合适范围，并定容至容量瓶标线，摇匀后为待测样品。

3.4.2.4 土壤样品

3.4.2.4.1 取一定量通过 140 目筛的土壤样品，于恒温干燥箱内，在 105 °C~110 °C 温度条件下烘烤 2 h，取出置于干燥器冷却至室温。

3.4.2.4.2 称取 0.0100~0.1000 g 样品于 20 mL~30 mL 聚四氟乙烯坩埚中，用少许水润湿，加入硝酸(3.2.2) 5 mL、高氯酸(3.2.7) 3 mL、氢氟酸(3.2.1) 2 mL，缓缓摇匀，加坩埚盖，在调温电热板上加热约 1 h（注意控制温度不超过 220 °C），待样品完全分解后，去坩埚盖蒸发至白烟冒尽。取下坩埚，稍冷后沿壁加入硝酸(3.2.2) 1 mL，再将坩埚置于调温电热板上加热（注意控制温度不超过 220 °C）至样品呈湿盐状（注意防止干枯）。取下坩埚稍冷后，趁热沿壁加入 5 mL 已预热（60 °C~70 °C）的(1+2)硝酸(3.2.5)，再于电热板上加热至溶液清亮时立即取下，用水冲洗坩埚壁，放至室温，转于 50 mL 容量瓶中，用水洗涤坩埚三次，洗涤液合并于容量瓶中，并用水定容至容量瓶标线，摇匀，澄清。

3.4.2.4.3 移取 5 mL 澄清样品溶液于 50 mL 容量瓶中，并根据所用铀荧光增强剂的使用条件，以氢氧化钠和硝酸调节滤液 pH 值至合适范围，用水稀释定容至容量瓶标线，摇匀后为待测样品。

3.5 分析步骤

3.5.1 线性范围确定

以空白样品，按样品分析步骤操作，测量前按照仪器使用要求，将仪器的光电管负高压调节到合适范围，分数次加入铀标准溶液并分别测定记录荧光强度。以荧光强度为纵坐标，铀含量为横坐标，绘制荧光强度—铀含量标准曲线，确定荧光强度—铀含量线性范围，要求在线性范围内， $r > 0.995$ 。计算荧光强度与铀含量标准比值 B 。

实际样品采用标准加入法进行测量，应当在线性范围内进行。

本标准不要求每次测定时都重新确定线性范围，但如果仪器光电管负高压调整等指标变化或者铀荧光增强剂等试剂更换，以及荧光强度测定值在原确定的线性范围边界时，应当重新确定线性范围。

3.5.2 样品测定

3.5.2.1 按照仪器操作规程开机并至仪器稳定，检查确认仪器的光电管负高压等指标与确定线性范围时的状态相同。

3.5.2.2 移取 5.00 mL 待测样品溶液于石英比色皿中，置于微量铀分析仪测量室内，测定并记录读数 N_0 。

3.5.2.3 向样品内加入 0.5 mL 铀荧光增强剂(3.2.11) [土壤样品测定用抗干扰型铀荧光增强剂使用液(3.2.12)], 充分混匀, 注意观察, 如产生沉淀, 则该样品报废(注意: 应将被测样品稀释或进行其它方法处理, 直至无沉淀产生, 方可进入测量步骤)。

3.5.2.4 测定记录荧光强度 N_1 。

3.5.2.5 再向样品内加入 50 μL 0.100 $\mu\text{g/mL}$ 铀标准工作溶液(3.2.17) [铀含量较高时, 加入 50 μL 0.500 $\mu\text{g/mL}$ 铀标准溶液(3.2.16)], 充分混匀, 测定记录荧光强度 N_2 。

3.5.2.6 检查 N_2 应处于标准曲线线性范围内, 如超出线性范围, 应将样品稀释后重新测定。

3.5.2.7 检查 N_2-N_1 与加入的铀标准量的比值, 应与标准曲线 B 值相符合。

3.5.3 结果计算

3.5.3.1 水样铀含量按式(1)计算:

$$C_{\text{水}} = \frac{(N_1 - N_0) \times C_1 V_1 K}{(N_2 - N_1) \times V_0} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中: $C_{\text{水}}$ ——水样中铀的浓度, $\mu\text{g/L}$;

N_0 ——样品未加铀荧光增强剂前测得的荧光强度;

N_1 ——样品加铀荧光增强剂后测得的荧光强度;

N_2 ——样品加铀标准工作溶液后测得的荧光强度;

C_1 ——测定荧光强度 N_2 时加入的铀标准工作溶液的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_1 ——测定荧光强度 N_2 时加入的铀标准工作溶液的体积, mL ;

V_0 ——分析用水样的体积, mL ;

K ——水样稀释倍数。

V_1 ——测定荧光强度 N_2 时加入的铀标准工作溶液的体积, mL ;

K ——水样稀释倍数。

3.5.3.2 空气样品中铀含量按式(2)计算:

$$C_{\text{气}} = \left(\frac{N_1 - N_0}{N_2 - N_1} - \frac{N'_1 - N'_0}{N'_2 - N'_1} \right) \times \frac{KC_1 V_1 V_2}{V_0 V Y} \dots\dots\dots (2)$$

式中: $C_{\text{气}}$ ——空气样品中铀的浓度, $\mu\text{g/m}^3$;

N'_0 、 N'_1 、 N'_2 ——测定试剂空白样品时相应的仪器读数;

V_2 ——样品处理时的定容体积, mL ;

V ——测定用样品体积, mL ;

V_0 ——测定用标准状况下采样体积, m^3 ;

K ——稀释倍数 (样品需要稀释测量时用);

Y ——全程回收率, %;

其他符号同式(1)。

3.5.3.3 生物样品中铀含量按式(3)计算:

$$A_{\pm} = \left(\frac{N_1 - N_0}{N_2 - N_1} - \frac{N'_1 - N'_0}{N'_2 - N'_1} \right) \times \frac{KC_1V_1VM}{V_0WY} \dots\dots\dots (3)$$

式中: A_{\pm} ——生物样品中铀含量, $\mu\text{g}/\text{kg}$;

V ——生物样品灰溶解后的定容体积, mL;

V_0 ——测定用样品体积, mL;

M ——灰鲜(干)比, g/kg ;

W ——分析用生物样品灰重量, g;

其他符号同式(2)。

3.5.3.4 土壤样品中铀含量按式(4)计算:

$$A_{\pm} = \left(\frac{N_1 - N_0}{N_2 - N_1} - \frac{N'_1 - N'_0}{N'_2 - N'_1} \right) \times \frac{KC_1V_1V_2}{VWY} \dots\dots\dots (4)$$

式中: A_{\pm} ——土壤样品中铀含量, $\mu\text{g}/\text{g}$;

V_2 ——样品处理时的定容体积, mL;

V ——测定用样品体积, mL;

W ——样品称样量, g;

其他符号同式(2)。

3.5.4 全程回收率的测定

3.5.4.1 空气

使用空白滤膜, 揭开并弃去滤膜纱布, 加入铀标准溶液, 按样品处理与测定步骤操作, 按式(5)计算全程化学回收率 Y :

$$Y = \frac{C_1 - C_2}{C_0} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中: C_2 ——样品铀含量测定值, μg ;

C_1 ——空白样品铀含量测定值, μg ;

C_0 ——铀标准加入量, μg 。

3.5.4.2 生物与土壤样品

以试剂空白, 加入铀标准溶液, 按样品处理与测定步骤操作, 按式(5)计算全程化学回收率 Y 。

3.6 精密度

不包括取样误差，本方法的精密度下表。

方法的精密度表

样品水平/ μg	重复性偏差/ S_r	重复性/ r	再现性偏差/ S_R	再现性/ R
0.100	0.0081	0.023	0.0086	0.024
1.000	0.1001	0.280	0.1111	0.311
1.500	0.1191	0.334	0.1405	0.393

4 N-235 萃取——分光光度法

本方法适用于环境生物样品中微量铀的分析。

N-235 萃取—分光光度法对环境生物样品灰中铀的测量范围为 $1.0 \times 10^{-7} \sim 5.0 \times 10^{-5} \text{ g/g}$ 灰（分析用样品灰重为 2.0 g 时）。

4.1 方法原理

N-235 是含 8-10 个碳原子的长链叔胺，在硝酸体系中，盐析剂硝酸铝的存在下，能从硝酸铝溶液中同时萃取铀和钍的络合物，镭和其它的杂质不能被萃取而留在水相中。然后利用钍在盐酸介质中不能形成稳定络合物的特点，用 8 mol/L 的盐酸溶液反萃取钍，此时铀的硝酸络合物转变成氯离子络合物而保留在有机相中，再用 0.2 mol/L 的硝酸溶液反萃取铀。在掩蔽剂存在下，用偶氮胂 III 比色测定铀。

4.2 试剂

试剂要求及含量表示方法同 3.2。

4.2.1 硝酸 (HNO_3)：质量浓度 65.0%~68.0%。

4.2.2 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3)=8 \text{ mol/L}$ 。

4.2.3 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3)=6 \text{ mol/L}$ 。

4.2.4 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3)=2 \text{ mol/L}$ 。

4.2.5 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3)=1 \text{ mol/L}$ 。

4.2.6 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3)=0.2 \text{ mol/L}$ 。

4.2.7 高氯酸 (HClO_4)：质量浓度 70.0%~72.0%。

4.2.8 盐酸 (HCl)：质量浓度 36.0%~38.0%。

4.2.9 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=8 \text{ mol/L}$ 。

取 333 mL 浓盐酸 (4.2.8) 加入 1 g 尿素 (4.2.14)，用水稀释到 500 mL。

4.2.10 王水：硝酸(4.2.1)与盐酸(4.2.8)比例为1:3。

4.2.11 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)：质量浓度25%~28%。

4.2.12 过氧化氢(H_2O_2)：质量浓度30%。

4.2.13 抗坏血酸。

4.2.14 尿素($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$)。

4.2.15 无砷锌粒：颗粒大小均匀，直径约2毫米。

4.2.16 N-235。

4.2.17 环己烷(C_6H_{12})。

4.2.18 硝酸铝 $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 。

4.2.19 硝酸铵(NH_4NO_3)。

4.2.20 偶氮胂III($\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2$)。

4.2.21 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)。

4.2.22 N-235—环己烷溶液： $\psi(\text{N-235})=10\%$

50 mL N-235 溶液(4.2.16)用环己烷(4.2.17)稀释到500 mL，再用250 mL 2 mol/L 的硝酸溶液(4.2.4)萃洗平衡后待用。

4.2.23 硝酸铝饱和溶液： $\rho[\text{Al}(\text{NO}_3)_3]=1 \text{ g/mL}$

称取500 g 硝酸铝(4.2.18)于800 mL 的烧杯中，加入160 mL 水，再加入33 mL 氨水(4.2.11)，在水浴中缓慢加热溶解后，冷却，用水稀释至500 mL，混匀。若因温度降低出现结晶沉淀，应在水浴加热使其溶解后，混匀再用。

4.2.24 硝酸-硝酸铵饱和溶液

按100 mL 2 mol/L 的硝酸溶液(4.2.4)加入约190 g 硝酸铵的比例，分数次加入硝酸铵(4.2.19)并搅拌，至溶液恢复到室温时，试剂瓶底部有少量可视结晶物。使用时取上清液。

4.2.25 偶氮胂III-草酸饱和溶液： $\rho(\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2)=0.3 \text{ g/L}$

称取偶氮胂III(4.2.20)0.300 g 溶于水中(若溶解不完全，可加少量氢氧化钠)，稀释到1000 mL。使用时取此溶液于小试剂瓶中，加入草酸(4.2.21)至饱和。

4.2.26 铀标准贮备溶液： $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$ ，见3.2.14。

4.2.27 铀标准中间溶液与工作溶液：见3.2.15~3.2.17。

4.3 主要仪器设备

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 离心机：60 mL×4。

4.3.3 电动振荡器。

4.3.4 马福炉：控温精度 ± 3 °C。

4.3.5 砂心漏斗：100 mL。

4.3.6 可调定量加热器：5.00 mL 内装式。

4.3.7 锥形分液漏斗：60 mL。

4.4 样品采集、运输、保存与预处理

4.4.1 样品采集、运输和保存

同本标准3.4.1。

4.4.2 样品预处理

4.4.2.1 同本标准 3.4.2.3。

4.4.2.2 称取 1.000~2.000 g 样品灰于 50 mL 瓷蒸发皿中，滴加少许水润湿，再慢慢加入 5 mL 王水(4.2.10)，搅拌均匀，置于电炉上加热至黄烟冒尽。

4.4.2.3 置于 600 °C 马福炉中灼烧约 10 min。若灰化不完全(样品灰灼烧后呈黑色或灰色)，可加入王水重复处理，试样要处理至无碳粒为止。

4.4.2.4 取出冷却。加入 10 mL 6 mol/L 硝酸溶液(4.2.3)，在电炉上加热，离心或过滤分离溶液与不溶物，收集浸取液；再用 1 mol/L 热硝酸(4.2.4)洗涤蒸发皿和残渣 2~3 次，离心或过滤，合并浸取液与洗涤液。弃去不溶物。

4.4.2.5 搅拌下滴加氨水(4.2.11)，调节溶液 pH 至 9，生成白色沉淀，加热凝聚。冷却后离心或过滤分离，沉淀用水洗涤，弃去上清液或滤液。

4.4.2.6 滴加浓硝酸(4.2.1)使沉淀刚好溶解，控制硝酸浓度为 1 mol/L 以上、溶液体积在 10 mL 左右(如有不溶物，用快速滤纸过滤除去)。将溶液定量转移到 60 mL 的分液漏斗中，加入 15 mL 硝酸铝饱和溶液(4.2.23)。摇匀。

4.5 分析步骤

4.5.1 将盛有样品预处理溶液的分液漏斗中加入 15 mL 10% 的 N-235—环己烷溶液(4.2.22)，振荡 5 min，静置分相。弃水相。用 5 mL 饱和硝酸铵(4.2.24)萃洗一次，弃去萃洗液。

4.5.2 萃洗后的有机相依次用 5.0 mL 和 3.5 mL 8 mol/L 的盐酸溶液(4.2.9)分别反萃一次。每次振荡 5 min。单独测定铀时弃去反萃液，保留反萃铀后的有机相供铀测定用。需要同时测定钍时，保留钍反萃液，按附录 B 给出的步骤进行。

4.5.3 将反萃钍后的有机相中加入 25 mL 0.2 mol/L 的硝酸溶液(4.2.6)分两次反萃铀，各振荡 5 min，合并反萃液于 100 mL 烧杯中，于电热板上缓慢蒸干。加入 2 mL 高氯酸(4.2.7)和 2 mL 硝酸(4.2.1)，蒸干以破坏有机物。冷却。

4.5.4 加入 4 mL 8 mol/L 的盐酸溶液(4.2.9)溶解残渣, 加入约 0.2 g 抗坏血酸(4.2.13)和 0.5 g 锌粒(4.2.15), 不时摇动。待反应完毕后, 将溶液转移到 10 mL 比色管中。用约 4 mL 8 mol/L 的盐酸溶液(4.2.9)分两次洗涤烧杯, 洗涤液合并于 10 mL 比色管中。

4.5.5 加入 1.00 mL 0.03% 偶氮胂 III—草酸饱和溶液(4.2.25), 用 8 mol/L 的盐酸溶液(4.2.9)稀释到标线, 摇匀。

4.5.6 在分光光度计波长 665 nm 处, 用 3 厘米比色皿, 以试剂空白调零, 进行比色, 测定铀的吸光度值, 从铀的工作曲线上查出相应的铀含量。

4.6 工作曲线的绘制

以试剂空白样, 根据需要, 配制一系列不同铀含量的标准溶液, 按照样品操作步骤操作, 测定铀的吸光度值。以吸光度值 A 为纵坐标, 铀含量为横坐标, 绘制铀的工作曲线。

4.7 结果计算

按式(6)计算生物样品中的铀含量:

$$A = \frac{m \times M}{W} \dots\dots\dots (6)$$

式中: A ——生物样品中的铀含量, $\mu\text{g}/\text{kg}$;

m ——由工作曲线查得的所测样品铀的量, μg ;

W ——分析用样品灰重量, g ;

M ——灰鲜比, g/kg 。

4.8 精密度

不包括取样误差, 重复性相对标准偏差应小于 10%, 再现性相对标准偏差小于 15%。

5 磷酸三丁酯萃取或三正辛基氧磷萃取——固体荧光法

本方法适用于环境水样(包括地表水、地下水、污染源排放废水)中微量铀的测定。测定范围为 0.05~100 $\mu\text{g}/\text{L}$; 回收率大于 90%; 相对标准偏差优于 20%。

5.1 方法原理

在硝酸介质中, 铀酰离子与硫氰酸根生成的络合物被磷酸三丁酯定量萃取, 经铀试剂 III 反萃取后, 以固体荧光法测定铀或在硝酸介质中, 铀酰离子被三正辛基氧磷定量萃取分离后, 以固体荧光法测定铀。

5.2 试剂

试剂要求及含量表示方法同 3.2。

5.2.1 铀标准贮备溶液： $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$

同 3.2.3。

5.2.2 铀标准系列工作溶液（临用时配制）

用硝酸酸化水将 $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$ 铀标准贮备溶液逐级稀释成不同浓度的铀标准溶液：

I (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00) $\times 10^{-6} \text{ g/mL}$;

II (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00) $\times 10^{-7} \text{ g/mL}$;

III (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00) $\times 10^{-8} \text{ g/mL}$;

IV (1.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00) $\times 10^{-9} \text{ g/mL}$ 。

5.2.3 碳酸钠(Na_2CO_3)。

5.2.4 碳酸钠溶液： $\rho(\text{NaCO}_3) = 50 \text{ mg/mL}$

称取 50 g 无水碳酸钠(5.2.3)，用水溶解，稀释至 1000 mL。

5.2.5 硫氰酸钾(KSCN)。

5.2.6 硫氰酸钾溶液： $c(\text{KSCN})=6 \text{ mol/L}$

称取 291 g 硫氰酸钾(5.2.5)，用水溶解后，稀释至 500 mL。

5.2.7 酒石酸($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$)。

5.2.8 酒石酸溶液： $c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6) = 2 \text{ mol/L}$

称取 150 g 酒石酸(5.2.7)，用水溶解，稀释至 500 mL。

5.2.9 氨水($\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$)：质量浓度 25%~28%。

5.2.10 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

5.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液： $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8) = 75 \text{ mg/mL}$

称取 7.5 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 简称 EDTA 二钠)(5.2.10)，加少量水，滴加氨水(5.2.9)使之完全溶解后，用水稀释至 100 mL。

5.2.12 硝酸铵(NH_4NO_3)。

5.2.13 硝酸铵溶液： $\rho(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 400 \text{ mg/mL}$

称取 400 g 硝酸铵(5.2.12)，用水溶解后，稀释至 1000 mL。

5.2.14 偶氮胂III($\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2$)。

5.2.15 偶氮胂III溶液： $\rho(\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2)=0.02 \text{ g/L}$

称取 0.1000 g 偶氮胂III(5.2.14)，用硝酸酸化水溶解后，转入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，此溶液浓度为 0.1 g/L。使用时取 10.0 mL 该溶液于 500 mL 容量瓶中，用硝酸酸化水稀释至刻度。

5.2.16 二甲苯[$\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$]。

- 5.2.17 环己烷(C₆H₁₂)。
- 5.2.18 磷酸三丁酯[(C₄H₉O)₃PO]。
- 5.2.19 三正辛基氧磷(C₂₄H₅₁OP)。
- 5.2.20 1,2-环己二胺四乙酸(C₁₄H₂₂N₂O₈, 简称 CyDTA)。
- 5.2.21 氟化钠(NaF), 优级纯。
- 5.2.22 氟化锂(LiF)。
- 5.2.23 氢氧化钠(NaOH)。
- 5.2.24 氢氧化钠溶液ψ (NaOH)=20%。
- 5.2.25 硝酸(HNO₃): 质量浓度 65.0%~68.0%。
- 5.2.26 硝酸溶液: c(HNO₃)=1 mol/L。
- 5.2.27 磷酸三丁酯—二甲苯溶液: ψ [(C₄H₉O)₃PO/C₆H₄(CH₃)₂]=20%

取一定体积的磷酸三丁酯(5.2.18), 用等体积的 50 mg/mL 的碳酸钠溶液(5.2.4)洗涤 2~3 次, 再用水洗至中性。取洗涤过的磷酸三丁酯与二甲苯(5.2.16)按体积比 1+4 混匀。

- 5.2.28 混合熔剂, 将 98 份氟化钠粉末(5.2.21)与 2 份氟化锂粉末(5.2.22)均匀混合。
- 5.2.29 三正辛基氧磷—环己烷溶液

称取 19.33 g 三正辛基氧磷(5.2.19), 溶于环己烷(5.2.17)中, 并稀释至 500 mL。

- 5.2.30 混合掩蔽剂溶液

① 1,2-环己二胺四乙酸(简称 CyDTA)溶液: ρ(CyDTA)=60 mg/mL

称取 30 g CyDTA(5.2.20), 放入 500 mL 烧杯中, 加水 100 mL, 滴加 20%氢氧化钠溶液(5.2.24)至其完全溶解。然后, 用 1 mol/L 硝酸(5.2.26)或氢氧化钠溶液(5.2.24)调至中性, 再用水稀释至 500 mL;

② 氟化钠溶液: ρ(NaF)=30 mg/mL

称取 15 g 氟化钠(5.2.21), 用水溶解, 稀释至 500 mL;

③ 取等体积的 1,2-环己二胺四乙酸溶液①和氟化钠溶液②混匀, 即成混合掩蔽剂溶液。

5.3 主要仪器设备

5.3.1 光电荧光光度计

激发波长范围 320~370 nm;

测定范围 $5 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-5}$ g 铀/珠。

5.3.2 燃烧装置

酒精喷灯或液化石油气灯或煤气灯, 温度可达到 1100 °C。

5.3.3 铂丝环: 将直径 0.5 mm 的铂丝一端熔入玻璃棒, 另一端绕成内径为 3 mm 的圆环。

5.3.4 铂皿：内径 10 mm，深 2 mm。

5.3.5 氟化钠压片器。

5.3.6 马福炉：控温精度 ± 3 °C。

5.4 样品采集、运输、保存与预处理

5.4.1 样品采集、运输和保存

同本标准 3.4.1。

5.4.2 样品预处理

同本标准 3.4.2.1。

5.5 分析步骤

5.5.1 标准曲线绘制

将氟化钠或混合熔剂分别和 5.2.2 中所配制的铀标准溶液烧制成熔珠或熔片，其操作方法见附录 C。烧制熔珠的条件为：火焰（氧化焰）温度 980~1050 °C，全熔后持续 20~30 s，退火 5~10 s，冷却 15 min 后，在光电荧光光度计上测定其荧光强度。用荧光强度与对应的铀浓度作图，绘制成不同量级的标准曲线。

5.5.2 样品分析

5.5.2.1 磷酸三丁酯萃取—铀试剂Ⅲ反萃取

取 100 mL（视铀含量而定）水样放入 150 mL 分液漏斗中，依次加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(5.2.6)、2 mL 酒石酸溶液(5.2.8)、6 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(5.2.11)（含氟较高的水样，可再加 1 mL 饱和硝酸铝溶液，以消除氟的干扰），每加入一种试剂后均应摇匀。用 1+1 硝酸或 1+1 氨水调节 pH 为 2~3（精密 pH 试纸指示），加入 5 mL 磷酸三丁酯—二甲苯溶液(5.2.27)，充分振荡 5 min，静置分层后，弃去水相。用 5 mL 硝酸铵溶液(5.2.13)洗涤有机相二次，每次振荡 2 min，弃去水相。加 1.00 mL 偶氮胂Ⅲ溶液(5.2.15)，振荡 3 min，静置分层后，将下层水相全部或定量分取部分与氟化钠或混合熔剂烧制熔珠或熔片。以下操作同 5.5.1。

5.5.2.2 三正辛基氧磷萃取

取 100 mL（视铀含量而定）水样放入 150 mL 分液漏斗内，加入 7 mL 硝酸(4.2.25)和 0.5 mL 混合掩蔽剂溶液(5.2.30)，摇匀，加入 1.00 mL 三正辛基氧磷—环己烷溶液(5.2.29)。充分振荡 5 min，静置分层后，弃去水相，定量分取有机相部分与氟化钠或混合熔剂烧制熔珠或熔片，以下操作同 5.5.1。

5.6 结果计算

按式(7)计算水样中的铀含量:

$$C = \frac{(A - A_0)V_1}{V_0V_2R} \dots\dots\dots (7)$$

式中: C ——水样中铀的浓度, $\mu\text{g/L}$;

A ——从标准曲线上查得样品熔珠或熔片的铀量, μg ;

A_0 ——方法空白铀量, μg ;

V_1 ——反萃取(或萃取)液总体积, mL ;

V_2 ——用于测定的反萃取(或萃取)液体积, mL ;

V_0 ——分析用水样体积, L ;

R ——全程回收率, %。

6 磷酸三丁酯萃取——分光光度法

本方法适用于污染源排放废水中微量铀的测定。测定范围为 $2\sim 100 \mu\text{g/L}$; 相对标准偏差优于 10%; 全程回收率大于 90%。

6.1 方法原理

在硝酸介质中, 铀酰离子与硫氰酸根生成的络合物被磷酸三丁酯定量萃取后, 经铀试剂 III 反萃取, 以分光光度法测定铀。

6.2 试剂

试剂要求及含量表示方法同 3.2。

6.2.1 铀标准贮备溶液: $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$

同 3.2.14

6.2.2 铀标准溶液: $\rho(\text{U})=10.0 \mu\text{g/mL}$

同 3.2.15

6.2.3 磷酸三丁酯 $[(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}]$

6.2.4 氢化煤油

6.2.5 磷酸三丁酯—煤油溶液: $\psi[(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}]=20\%$

取 20 mL 磷酸三丁酯(6.2.3)与 80 mL 氢化煤油(6.2.4)混匀;

6.2.6 硫氰酸钾溶液: $c(\text{KSCN})=6 \text{ mol/L}$

同 5.2.6

6.2.7 酒石酸溶液: $c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)=2 \text{ mol/L}$

同 5.2.8

6.2.8 乙二胺四乙酸二钠溶液： $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8) = 75 \text{ mg/mL}$

同 5.2.11；

6.2.9 硝酸铵溶液： $\rho(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 400 \text{ mg/mL}$

同 5.2.13；

6.2.10 碳酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 50 \text{ mg/mL}$

同 5.2.4；

6.2.11 偶氮胂III溶液： $\rho(\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2) = 0.02 \text{ g/L}$

同 5.2.15。

6.3 主要仪器设备

6.3.1 分光光度计。

6.3.2 电动离心机。

6.3.3 酸度计。

6.4 样品采集、运输、保存与预处理

6.4.1 样品采集、运输和保存

同本标准 3.4.1。

6.4.2 样品预处理

同本标准 3.4.2.1。

6.5 分析步骤

6.5.1 工作曲线绘制

在 7 个 150 mL 分液漏斗内，分别加入 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 μg 铀标准溶液，用水加至 100 mL，摇匀。依次加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(6.2.6)、2 mL 酒石酸溶液(6.2.7)、6 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(6.2.8)，每加入一种试剂均应摇匀。用 1+1 硝酸或 1+1 氨水溶液调节 pH 为 2~3（精密 pH 试纸指示）。加入 10 mL 磷酸三丁酯—煤油溶液(6.2.5)，充分摇荡 5 min，静置分层后弃去水相。用 5 mL 硝酸铵溶液(6.2.9)洗涤有机相二次，每次振荡 2 min，弃尽洗涤液，加入 10.0 mL 偶氮胂III溶液(6.2.11)，振荡 2 min，静置分层后，将水相转入 10 mL 离心试管内，离心 3 min，移入 3 cm 比色皿内，于 655 nm 波长处，以试剂空白作参比，测定吸光度，并绘制工作曲线。

6.5.2 样品分析

取 100 mL 水样（视铀含量而定）于 150 mL 分液漏斗内，以下操作按 6.5.1 进行。

如果水样中含有有机物较多，应将水样蒸干，反复用硝酸和过氧化氢处理，蒸干、直至残

渣变白为止。最后，用 100 mL 硝酸酸化水溶解残渣，并转入 150 mL 分液漏斗中，以下操作同 6.5.1。

6.6 结果计算

按式(8)计算水样中的铀含量：

$$C = \frac{A}{V} \dots\dots\dots (8)$$

式中：C——水样中铀的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

A——由工作曲线上查得铀量、 μg ；

V——分析用水样体积，L。

7 磷酸三丁酯萃取——固体荧光法

本方法适用于各类动物和植物样品灰中铀的测定。测定范围为 $5.0 \times 10^{-9} \sim 5.0 \times 10^{-5} \text{ g/g}$ 灰；回收率大于 80%。

7.1 方法原理

生物样品经干式灰化，用王水处理，再用硝酸处理，然后将硝酸铀酰转化为硫氰酸铀酰络合物，用磷酸三丁酯—二甲苯溶液萃取，偶氮胂III溶液反萃取，以固体荧光法测定铀。

7.2 试剂

试剂要求及含量表示方法同 3.2。

7.2.1 硝酸(HNO_3)：质量浓度 65.0%~68.0%。

7.2.2 硝酸溶液： $\psi(\text{HNO}_3)=2\%$ 。

7.2.3 硝酸溶液： $\psi(\text{HNO}_3)=50\%$ 。

7.2.4 盐酸(HCl)：质量浓度 36.0%~38.0%。

7.2.5 王水：硝酸和盐酸按 1+3 混合。

7.2.6 碳酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O})=50 \text{ mg/mL}$

同5.2.4。

7.2.7 硫氰酸钾溶液： $c(\text{KSCN})=6 \text{ mol/L}$

同5.2.6。

7.2.8 酒石酸溶液： $c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)=2 \text{ mol/L}$

同5.2.8。

7.2.9 乙二胺四乙酸二钠溶液： $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8)=75 \text{ mg/mL}$

同5.2.11;

7.2.10 硝酸铵溶液: $\rho(\text{NH}_4\text{NO}_3)=400 \text{ mg/mL}$

同5.2.13。

7.2.11 氨水 ($\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$): 质量浓度 25%~28%。

7.2.12 甲酸 (CH_2O_2)。

7.2.13 甲酸缓冲液: $\psi(\text{CH}_2\text{O}_2)=15\%$

在 1 000 mL 容量瓶中加入 150 mL 甲酸, 再加 150 mL 氨水(7.2.11), 用水稀释至刻度。

7.2.14 偶氮胂III ($\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2$)。

7.2.15 偶氮胂III溶液: $\rho(\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{14}\text{N}_4\text{S}_2\text{As}_2)=0.02 \text{ g/L}$

称取 0.10 g 偶氮胂III(7.2.14)于小烧杯中, 用甲酸缓冲液(7.2.13)溶解, 转入 100 mL 容量瓶中, 用甲酸缓冲液稀释到刻度, 此溶液的浓度为 0.1%。将该溶液 10 mL 加入 50 mL 容量瓶中, 用甲酸缓冲液稀释到刻度。

7.2.16 乙醚: $\rho(\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O})$ 。

7.2.17 硝酸铝 [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3\cdot 9\text{H}_2\text{O}$]。

7.2.18 硝酸铝-硝酸混合溶液:

称取 75 g 硝酸铝(7.2.17)溶于水中, 加入 13 mL 硝酸(7.2.1), 用水稀释至 100 mL, 用等体积的乙醚(7.2.14)萃取洗涤两次备用。

7.2.19 磷酸三丁酯-二甲苯溶液: $\psi[(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}/\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2]=20\%$

同5.2.27。

7.2.20 氟化钠(NaF)

7.2.21 铀标准贮备溶液: $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$

同3.2.14。

7.2.22 铀标准系列工作溶液 (临用时配制):

同5.2.2。

7.3 主要仪器设备

7.3.1 光电荧光光度计

激发波长范围 320~370 nm;

测定范围 $5\times 10^{-9}\sim 1\times 10^{-5} \text{ g 铀/珠}$ 。

7.3.2 燃烧装置

酒精喷灯或液化石油气灯或煤气灯: 温度可达到 1100 ℃。

7.3.3 铂丝环：将直径 0.5 mm 的铂丝一端熔入玻璃棒，另一端绕成内径为 3 mm 的圆环。

7.3.4 铂皿：内径 10 mm，深 2 mm。

7.3.5 氟化钠压片器。

7.3.6 马福炉：控温精度 ± 3 °C。

7.4 样品采集、运输、保存与预处理

7.4.1 样品采集、运输和保存

同本标准 3.4.1。

7.4.2 样品预处理

同本标准 3.4.2.3。

7.5 分析步骤

7.5.1 标准曲线的绘制

在 20 个 20 mL 的瓷坩埚内分别加入 100 mg 氟化钠(7.2.20)，再分别加入不同浓度的铀标准系列使用溶液(7.2.22)，缓慢蒸干，加入 2 滴 2%的硝酸溶液(7.2.2)，用玻璃棒搅匀拌成小团。用铂丝环托起，从燃烧装置火焰的上方慢慢移入氧化焰中(980~1050 °C)熔融后，持续 30 s，把熔珠慢慢从火焰上方移出，退火 5~10 s，冷却 15 min 后，用光电荧光光度计测定其荧光强度。以荧光强度与相应珠球的铀含量作图，绘制四条不同量级的标准曲线。

7.5.2 样品分析

7.5.2.1 称取样品灰 0.2000~1.0000 g (视铀含量而定)，于 30 mL 瓷坩埚中，滴加几滴水润湿，慢慢加入 10 mL 王水(7.2.5)，在砂浴上蒸干。再加入 6 mL 硝酸溶解(7.2.1)，蒸干。

7.5.2.2 加入 6 mL 50%的硝酸溶液(7.2.3)，趁热用蓝带定量滤纸过滤于 125 mL 分液漏斗中，坩埚和滤纸用 2%的热硝酸溶液(7.2.2) 15 mL 分次洗涤，洗液均收入同一分液漏斗中，向分液漏斗中加入 20 mL 水，再依次加入 2 mL 硫氰酸钾溶液(7.2.7)、2 mL 酒石酸溶液(7.2.8)、6 mL 乙二胺四乙酸二钠盐溶液(7.2.9)和 2 mL 硝酸铝—硝酸混合溶液(7.2.18)，每加入一种试剂均应摇匀，用 50%的硝酸溶液(7.2.3)或(1+1)的氨水溶液调节 pH 至 2~3(用精密 pH 试纸指示)。

7.5.2.3 加入 5 mL 磷酸三丁酯—二甲苯溶液(7.2.19)，充分振荡 5 min，静置分层，弃去水相。

7.5.2.4 加入 5 mL 硝酸铵溶液(7.2.10)，洗涤有机相一次，振荡 2 min，弃去水相。

7.5.2.5 加入 2 mL 偶氮胂III溶液(7.2.15)，振荡 3 min，静置分层，将下层水相全部转入 20 mL 瓷坩埚中，缓慢蒸干。加入 100 mg 氟化钠(7.2.20)，烧制珠球及测定荧光强度的操

作与 7.5.1 相同。

7.6 结果计算

样品中铀含量按式(9)计算:

$$C = \frac{(A - A_0)M}{mR} \dots\dots\dots (9)$$

式中: C ——样品中铀含量, g/g;

A ——从标准曲线上查得珠球的铀含量, g;

A_0 ——从标准曲线上查得珠球空白试验值, g;

m ——分析测定时称取试样的重量, g;

M ——灰鲜比, g/kg;

R ——方法回收率, %。

7.7 精密度

用相对标准偏差表示, 实验室内小于 20%; 实验室间小于 25%。

8 TBP 萃取——固体荧光法

本方法适用于环境空气中微量铀的分析。空气取样体积为 30 m^3 , 熔珠重 $80 \pm 5 \text{ mg}$ 时, 铀的测定范围为 $6.7 \times 10^{-10} \sim 1.3 \times 10^{-6} \text{ g/m}^3$ 。

8.1 方法原理

将空气滤膜经干法灰化、氢氟酸脱硅、硝酸处理, 磷酸三丁酯(TBP)——二甲苯萃取铀, 直接取有机相烧制熔珠, 以固体荧光法测定铀。

8.2 试剂

试剂要求及含量表示方法同 3.2。

8.2.1 硝酸(HNO_3): 质量浓度 65.0%~68.0%。

8.2.2 硝酸(HNO_3)溶液: $\rho(\text{HNO}_3)=0.8 \text{ mol/L}$ 。

8.2.3 氢氟酸(HF): 质量浓度 $\geq 40\%$ 。

8.2.4 磷酸三丁酯(TBP) [$(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}$]。

8.2.5 二甲苯 [$\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$]。

8.2.6 硝酸钠 (NaNO_3)。

8.2.7 氟化钠 (NaF)。

8.2.8 氟化钠片: 将氟化钠压制成 $80 \pm 5 \text{ mg}$, 直径 $\phi 4 \text{ mm}$ 的圆片。

8.2.9 铀标准贮备溶液： $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$

同 3.2.14。

8.2.10 铀标准系列工作溶液（临用前配制）：

同 5.2.2。

8.2.11 碳酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3)=50 \text{ mg/mL}$

同 5.2.4。

8.2.12 TBP—二甲苯溶液： $\psi[(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_3\text{PO}/\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2]=20\%$

取样一定体积 TBP(8.2.4)，用等体积碳酸钠溶液(8.2.11)在分液漏斗中洗涤 2~3 次，再用水洗至中性。取洗涤过的 TBP 与二甲苯(8.2.5)按 1+4 体积比混匀。贮于棕色玻璃瓶中。

8.2.13 硝酸钠—硝酸混合溶液：

称取 250 g 硝酸钠(8.2.6)溶于 0.8 mol/L 的硝酸(8.2.2)中，并用 0.8 mol/L 的硝酸稀释到 500 mL。

8.3 主要仪器设备

8.3.1 光电荧光光度计：

激发波长范围 320~370 nm；

测定范围 $5 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^{-5} \text{ g}$ 铀/珠。

8.3.2 空气取样器，流速 50~100 cm/s。

8.3.3 燃烧装置

酒精喷灯或液化石油气灯或煤气灯，温度可达到 1100 °C。

8.3.4 铂丝环：

将直径 $\phi 0.5 \text{ mm}$ 的铂丝一端熔入细玻璃棒中，另一端绕成直径 $\phi 3 \text{ mm}$ 的圆环。

8.3.5 铂坩埚，20 mL。

8.3.6 微量注射器，50 μL 。

8.3.7 高温计，0~1 200 °C。

8.3.8 马福炉：控温精度 $\pm 3 \text{ °C}$ 。

8.3.9 氟化钠压片器。

8.4 样品采集、运输、保存与预处理

8.4.1 样品采集、运输和保存

同本标准 3.4.1。

8.4.2 样品预处理

按照本标准 3.4.2.2.1~3.4.2.2.3 进行。

8.5 分析步骤

8.5.1 标准曲线的绘制

将氟化钠片(8.2.8)用铂丝环托起,用微量注射器分别移取0.050 mL 铀标准工作系列溶液(8.2.10),滴在氟化钠片(8.2.8)上烧制熔珠。从燃烧装置火焰的上方慢慢移入氧化焰中,控制火焰(氧化焰)温度为980~1050 ℃,熔融后持续20~30 s,把熔珠慢慢从火焰上方移出,退火10 s,放入干燥器中,冷却15 min后,用光电荧光光度计测定其荧光强度。以荧光强度与相应珠球的铀含量作图,绘制四条不同量级的标准曲线。

8.5.2 样品分析

将经预处理后的样品用3 mL 硝酸钠—硝酸混合溶液(8.2.13),分四次洗涤坩埚中灰盐,并转入10 mL 具塞刻度试管中,加入1.00 mL TBP—二甲苯溶液(8.2.12),摇动3 min,静置15 min,完全分相后,用微量注射器移取0.050 mL 有机相烧制熔珠。在光电荧光光度计上测量荧光强度。

8.6 计算结果

样品中铀含量按式(10)计算:

$$C = \frac{(A - A_0)V_1}{RV_0V_2} \dots\dots\dots (10)$$

式中: C ——空气中含铀量, $\mu\text{g}/\text{m}^3$;

A ——标准曲线上查得样品珠含铀量, μg ;

A_0 ——标准曲线上查得空白珠含铀量, μg ;

V_1 ——萃取有机相体积, mL;

V_2 ——用于烧制熔珠的有机相体积, mL;

V_0 ——标准状况下空气取样体积, m^3 ;

R ——回收率, %。

8.7 回收率的测定

取样滤布撕去纱布,加入铀标准溶液,按样品预处理及分析步骤进行样品处理、萃取和测定,按式(11)计算全程回收率(%):

$$R = \frac{C_1}{C_0} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中: R ——样品回收率, %;

C_1 ——样品中加入铀的测定值, μg ;

C_0 ——样品中加入铀量, μg 。

8.8 精密度

样品水平/ μg	重复性偏差/Sr	重复性/r	再现性偏差/SR	再现性/R
0.100	0.007 3	0.021	0.007 5	0.021
1.000	0.072 6	0.203	0.101 9	0.285
1.500	0.108 2	0.303	0.129 1	0.361

注：本精密度数据是分别由七个实验室对三个水平样品做精密度试验确定的（不包括取样误差）。

9 CL-5209 萃淋树脂分离——2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法

本方法适用于土壤中铀含量的测定，测定范围：0.5~15 $\mu\text{g/g}$ 。

9.1 方法原理

土壤样品经灼烧有机物后，用氢氟酸除硅，氢氧化钾和过氧化钠熔融后，用硝酸浸出，铀(VI)以硝酸铀酰形式能被 CL-5209 萃淋树脂所吸附，树脂上的铀再用混合络合剂解吸。当 pH 为 7.8 时，在水—丙酮介质中，铀(VI)与 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚（简称 Br-PADAP），氟离子形成稳定的紫红色络合物，在 578 nm 处进行分光光度测定。

9.2 试剂

试剂要求及含量表示方法同 3.2。

9.2.1 丙酮。

9.2.2 氢氟酸(HF)：质量浓度 $\geq 40\%$ 。

9.2.3 硝酸(HNO_3)：质量浓度 65.0%~68.0%。

9.2.4 硝酸溶液： $c(\text{HNO}_3)=1 \text{ mol/L}$ 。

9.2.5 盐酸(HCl)：质量浓度 36.0%~38.0%。

9.2.6 盐酸溶液： $c(\text{HCL})=1 \text{ mol/L}$ 。

9.2.7 氨水：1+1。

9.2.8 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。

9.2.9 酚酞 $[\text{OCOC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH})_2]$ 。

9.2.10 酚酞溶液： $\rho[\text{OCOC}_6\text{H}_4\text{C}(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH})_2]=10 \text{ g/L}$ 。

称取1 g 酚酞(9.2.9)溶于60 mL乙醇(9.2.8)中，用水稀释至100 mL。

9.2.11 碳酸钠溶液： $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 50 \text{ mg/mL}$

同5.2.4。

9.2.12 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 100 \text{ mg/mL}$ 。

9.2.13 氟化钠(NaF)。

9.2.14 1,2-环己二胺四乙酸 $[(\text{CH}_2\text{COOH})_2\text{NCH}(\text{CH}_2)_4\text{HCN}(\text{CH}_2\text{COOH})_2]$ (简称 CyDTA)。

9.2.15 混合掩蔽剂溶液: $\rho(\text{CyDTA})=5 \text{ mg/mL}$

称取 5 g CyDTA(9.2.14), 5 g 氟化钠(9.2.13)于 600 mL 水中, 滴加氢氧化钠(9.2.12)溶液至 CyDTA 溶解, 并用盐酸(9.2.5)和 1+1 的氨水(9.2.7)在酸度计上调溶液至 $\text{pH}=7.8$, 然后用水稀释至 1 000 mL。

9.2.16 三乙醇胺 $[(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}]$ 。

9.2.17 三乙醇胺缓冲溶液

量取 200 mL 三乙醇胺(9.2.16), 置于 600 mL 水中, 用盐酸(9.2.5)中和至 pH 为 7~8, 然后加粉状活性炭 4~5 g, 搅拌, 放置过夜。过滤后在酸度计上调节 pH 为 7.8, 用水稀释至 1 000 mL。

9.2.18 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚(Br-PADAP)。

9.2.19 Br-PADAP 乙醇溶液: $\rho(\text{Br-PADAP})=0.15 \text{ mg/mL}$

称取 0.015 g Br-PADAP(9.2.18), 用乙醇(9.2.8)溶解并稀释至 100 mL。

9.2.20 铀标准贮备溶液: $\rho(\text{U})=1.00 \text{ mg/mL}$

同 3.2.14。

9.2.21 铀标准溶液: $\rho(\text{U})=1.0 \text{ }\mu\text{g/mL}$

移取 1.00 mL 铀标准贮备溶液(9.2.20)于 1000 mL 容量瓶中, 用 1 mol/L 的硝酸溶液(9.2.4)稀释至刻度, 摇匀, 此溶液每毫升含 1.0 μg 铀。

9.2.22 氢氧化钾(KOH)。

9.2.23 过氧化钠(Na_2O_2)。

9.2.24 CL-5209 苯淋树脂

CL-5209 萃取剂为烷基磷酸二烷基酯, 其含量为 60%; 粒度 60~75 目。

9.3 主要仪器设备

9.3.1 分光光度计: 波长范围 420~720 nm。

9.3.2 裂解石墨坩埚: 30 mL。

9.3.3 色层柱: 直径为 7 mm, 柱长 80 mm 的玻璃柱。

9.4 样品采集、运输、保存与预处理

9.4.1 样品采集、运输和保存

同本标准 3.4.1。

9.4.2 样品预处理

按照本标准 3.4.2.4.1 进行。

9.5 分析步骤

9.5.1 色层柱的制备

色层柱底部填装少量脱脂棉并充满水，称取 1 g CL-5209 萃淋树脂(9.2.24)装入色层柱中，上部再覆盖少量脱脂棉。用 10 mL 碳酸钠溶液(9.2.11)洗涤色层柱两次，然后再用蒸馏水淋洗至中性。使用前用 10 mL 1 mol/L(9.2.4)的硝酸溶液平衡色层柱。溶液流经色层柱的流速控制在 0.8~1.2 mL/min。

9.5.2 工作曲线的绘制

9.5.2.1 移取 0.00, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00, 1.20, 1.60 mL 1.0 µg/mL 的铀标准溶液(9.2.21)于一系列裂解石墨坩埚中，在电炉上低温蒸干，取下。

9.5.2.2 稍冷，加入 3 mL 氢氟酸(9.2.2)，1 mL 硝酸(9.2.3)，蒸干。

9.5.2.3 加入 5 g 氢氧化钾(9.2.22)，1 g 过氧化钠(9.2.23)，放在有保温圈的 2000 W 电炉上，盖上石棉板，加热 15 min。关电炉后取出坩埚。

9.5.2.4 稍冷，将坩埚放入 150 mL 烧杯中，用 1 mol/L 的硝酸溶液(9.2.4)浸出，控制体积为 60 mL，加 1 滴 10 g/L 的酚酞溶液(9.2.10)，用 1+1 的氨水(9.2.7)和硝酸(9.2.3)调至红色褪去，加入 6 mL 硝酸(9.2.3)，控制体积约 90 mL。加热煮沸约 1 min 取下烧杯。

9.5.2.5 稍冷，将此溶液过滤到预先用 1 mol/L 的硝酸溶液(9.2.4)平衡好的色层柱中，用 1 mol/L 的硝酸溶液(9.2.4)洗涤烧杯、漏斗、色层柱各三次（每次 5 mL），再以 2 mL 水洗柱子一次，弃去流出液。

9.5.2.6 用 5 mL 混合掩蔽剂溶液(9.2.15)分五次淋洗铀。再用 1 mL 水淋洗色层柱一次，将淋洗液收集于 10 mL 容量瓶中。

9.5.2.7 向容量瓶中加入 1 滴 10 g/L 的酚酞溶液(9.2.10)。用 1+1 的氨水(9.2.7)和 1 mol/L 的盐酸溶液(9.2.6)调酸度至红色刚褪。加入 1 mL 三乙醇胺缓冲溶液(9.2.17)，1 mL Br-PADAP 乙醇溶液(9.2.19)，用丙酮(9.2.1)稀释至刻度，摇匀，放置 40 min 后，在分光光度计上，波长 578 nm 处，用 3 cm 比色皿以试剂空白为参比，测定吸光度。

9.5.2.8 以铀为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9.5.3 样品分析

9.5.3.1 称取 0.1000~1.0000 g 样品，置于 30 mL 裂解石墨坩埚中，放入马福炉，在 700 °C 下灼烧半小时后，取出坩埚。

9.5.3.2 稍冷后，加入 3 mL 氢氟酸(9.2.2)，1 mL 硝酸(9.2.3)，蒸干（如分析样品量大

于 0.2 g, 可用氢氟酸和硝酸反复处理)。以下操作按 5.2.3~5.2.7 步骤进行。

9.6 结果计算

样品中铀含量按式(12)计算:

$$C = \frac{A}{m} \dots\dots\dots (12)$$

式中: C ——土壤样品中铀的含量, $\mu\text{g/g}$;

A ——从工作曲线上查得的铀含量, μg ;

m ——称样量, g 。

9.7 精密度

本方法相对标准偏差小于 10%。

本标准的资料性附录 A、附录 B、附录 C 分别给出了关于实施标准的补充说明、使用 N-235 萃取—分光光度法测定钍的方法和正确使用标准的说明。

附录 A

(资料性附录)

关于实施标准的补充说明

A.1 本标准规定的微量铀分析方法均为对环境样品中总铀的测定，对于非天然铀样品测量结果用于剂量评价时，不能按照天然铀中各同位素的丰度计算结果，应通过其他方式确定样品中铀各同位素的放射性比活度。

A.2 使用液体荧光法时，待测样品溶液应无色透明。当加入铀荧光增强剂进行样品测量时，如样品产生沉淀，应将被测样品稀释或其他方法处理，不再产生沉淀后，方可进行测量。

A.3 使用 N-235 萃取一分光光度法时，可以以标准曲线代替工作曲线，但结果计算时应对回收率进行校正。

标准曲线的绘制方法：根据待测样品铀、钍含量，分别配制一系列含不同量的铀标准溶液，按照 4.5.4~4.5.6 操作，测定铀的吸光值。以吸光值 A 为纵坐标，铀含量为横坐标，绘制铀的标准曲线。

A.4 分析的样品量应根据铀的含量水平而定。样品量增加时，样品前处理所用的试剂量可适当调整。

A.5 分析的样品量决定了样品的测量范围，当样品量增减（或样品稀释倍数改变）时，测量下限和上限应相应变化。

A.6 标准状况下空气体积按下式换算：

$$V_0 = \frac{PT_0V}{P_0T} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：P——取样时的气压，Pa；

V——空气取样体积，m³；

T——取样时气温，K；

P₀——标准状况下气压，1.01×10⁵ Pa；

T₀——标准状况下的气温，273 K。

附录 B

(资料性附录)

使用 N-235 萃取—分光光度法测定钍的方法

B.1 使用 N-235 萃取—分光光度法可用于铀和钍联合或单独测定。

B.2 N-235 萃取—分光光度法对环境生物样品中钍的测量范围为 $1.0 \times 10^{-7} \sim 5.0 \times 10^{-5}$ g/g 灰 (分析用样品灰重为 2.0 g 时)。

B.3 用于测定钍的主要设备与测定铀同, 主要试剂及配制方法如下:

B.3.1 钍标准贮备溶液: $\rho(\text{Th}) \approx 0.5 \text{ mg/mL}$

配制: 称取 0.6000 g 硝酸钍 ($\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 溶于 50 mL 0.5 mol/L 的硝酸溶液中, 然后转移到 500 mL 容量瓶内, 用 0.5 mol/L 硝酸溶液稀释到标线。

标定: 移取 30.0 mL 贮备液于烧杯中, 加 70 mL 水, 加热至 80 °C 左右, 以酚酞作指示剂, 用氨水沉淀钍, 沉淀用无灰滤纸过滤, 0.1% 氨水洗涤几次后, 放入已恒重的坩埚中烘干, 炭化, 900 °C 灼烧成二氧化钍, 恒重, 计算出钍含量。

B.3.2 钍标准工作溶液: $\rho(\text{Th}) = 5.0 \text{ } \mu\text{g/mL}$

根据需要用钍贮备溶液配制, 工作曲线绘制时以硝酸溶液作稀释剂, 标准曲线绘制时可直接以盐酸溶液作稀释剂。

B.4 测定钍的步骤

B.4.1 将 4.5.2 保留的两次钍反萃液合并于 10 mL 比色管中, 加入 1.00 mL 0.03% 的偶氮胂 III—草酸饱和溶液, 用 8 mol/L 的盐酸溶液稀释到标线, 摇匀。

B.4.2 在分光光度计波长 665 nm 处, 用 3 厘米比色皿, 以试剂空白调零, 进行比色, 测定钍的吸光值, 从钍的工作曲线上查出相应的钍含量。

B.5 钍的工作曲线绘制: 以试剂空白样, 配制一系列不同钍含量的标准溶液, 按照样品操作步骤操作, 测定钍的吸光值。以吸光值 A 为纵坐标, 钍含量为横坐标, 绘制钍的工作曲线。

钍的测定可以以标准曲线代替工作曲线, 但结果计算时应对回收率进行校正。

标准曲线的绘制方法: 根据待测样品钍含量, 配制一系列不同钍含量的标准溶液, 以 8 mol/L 的盐酸替代反萃液, 按照 B.4.1 和 B.4.2 操作, 测定钍的吸光值。以吸光值 A 为纵坐标, 钍含量为横坐标, 绘制钍的标准曲线。

B.6 钍含量计算公式与铀含量计算公式同。

附录 C

(资料性附录)

正确使用标准的说明

(参 考 件)

C1 固体荧光法中，烧制熔珠的方式可酌情选择下列方式中任意一种：

- a. 将 80 ± 5 mg 氟化钠用压片器压制成片，取 0.050 mL 含铀溶液滴在片上烧制熔珠；
- b. 用 80 ± 5 mg 氟化钠与含铀溶液混合蒸至近干，拌成滚球样的团，再烧制熔珠；
- c. 取 0.1 mL 含铀溶液滴入加有 100 mg 98%—NaF-2%LiF 混合熔剂的铂坩埚内，于烘箱内 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下烘干，转入马弗炉内在 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下熔融 5 min，制取熔片，取出冷至室温后，测量其荧光强度。

不管采用何种方式，每种样品均需烧制 3 个熔珠或熔片，而且分析样品烧制熔珠或熔片的方式必须与标准曲线烧制熔珠或熔片的方式一致。

标准曲线必须进行直线回归处理，并定期（最多不得超过三个月）进行校正。在分析中，更换制作标准曲线时所用的任何试剂或光电荧光光度计进行调整，更换零件等时，都必须重作标准曲线。测定样品时，必须同时作空白试验和回收试验。

烧制熔珠的熔剂也可采用 98%NaF 和 2%LiF 的混合熔剂。

C2 固体荧光法中，当样品铀含量大于 $0.1\text{ }\mu\text{g/L}$ （水样）或 $1.0 \times 10^{-7}\text{ g/g}$ （生物样品灰）时，可用 1.00 mL $\psi(\text{TBP})=20\%$ 的磷酸三丁酯—二甲苯溶液萃取后，直接取 0.050 mL $\psi(\text{TBP})=20\%$ 的磷酸三丁酯—二甲苯溶液滴在氟化钠片上烧制熔珠。

C3 固体荧光法中，磷酸三丁酯的稀释剂可用煤油、甲苯、二甲苯中任意一种。

C4 固体荧光法和磷酸三丁酯萃取—分光光度法中，用 $\rho(\text{NH}_4\text{NO}_3)=400\text{ mg/mL}$ 的硝酸铵溶液洗涤有机相时，如含铁量太高，不易洗至无色，可采用 $\rho(\text{NH}_4\text{NO}_3)=400\text{ mg/mL}$ 硝酸铵加 5%抗坏酸的混合溶液洗涤。