

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 384—94

煤中铀的测定方法

1994-12-07 发布

1995-05-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

煤中铀的测定方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤中铀测定用的试剂、材料、仪器、设备、煤样、测定步骤、结果表述和允许差。
本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 方法提要

煤样灰化,然后用混合铵盐熔融、再用含硝酸盐的稀硝酸浸取。浸取液通过磷酸三丁酯色层柱,使干扰元素分离,用洗脱液洗下柱上吸附的铀。在弱碱性溶液($\text{pH}=8$)中,铀与2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)形成有色的二元络合物,然后进行光度测量,求得铀含量。

3 引用标准

GB 474 煤样的制备方法

4 试剂和材料

4.1 聚三氟氯乙烯:粒度 0.125~0.175mm。

4.2 丙酮(GB 686)。

4.3 混合铵盐:氯化铵(GB 1276)、氯化铵(GB 658)、硫酸铵(GB 1396)和硝酸铵(GB 659)以 3+2+2+3 的质量比混匀、研细、装瓶备用。

4.4 磷酸三丁酯(TBP)-乙醚溶液:取 40mL TBP(HG3—1304)注入 100mL 容量瓶中,用乙醚(HG3—1002)稀释到刻度。

TBP 应进行如下预处理:取一定量的 TBP 注入分液漏斗中,用等体积的 50g/L 碳酸钠水溶液洗涤 3 次,再用等体积的水洗涤 3 次,分离后装瓶备用。

4.5 混合掩蔽液:称取 12g 环己二胺四乙酸(CYDTA),用氢氧化钠(GB 629)溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$] 溶解,加入 3g 氯化钠(GB 1264),32g 磺基水杨酸(HG3—991)和 400mL 水。待全部溶解后,用 400g/L 氢氧化钠(GB 629)溶液和 (1+1) 盐酸(GB 622)调整溶液的酸度至 $\text{pH}=8$ (用精密 pH 试纸检验),再用水稀释到 500mL。

4.6 三乙醇胺缓冲溶液:取 100mL 三乙醇胺溶于 300mL 水中,用 (1+1) 盐酸和氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$] 调整溶液的酸度到 $\text{pH}=8$ (用精密 pH 试纸检验),再用水稀释到 500mL。

4.7 淋洗液:称取 200g 硝酸铵(GB 659),加水溶解后,加入 130mL 硝酸(GB 626),移入 2L 的容量瓶中,加水稀释到刻度(此溶液每升含 100g 硝酸铵和 1mol 硝酸)。

4.8 洗脱液:硝酸溶液 [$c(\text{HNO}_3)=1\text{mol/L}$]。

4.9 Br-PADAP 乙醇溶液:称取 0.25g 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)溶于 500mL 无水乙醇(GB 678)中。

4.10 铀标准溶液:称取 0.2109g 硝酸铀酰 [$\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$],溶于少量水中,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释到刻度(此溶液 1mL 含 100 μg 铀)。

取上述溶液 50.0mL 于 500mL 容量瓶中,用水稀释到刻度(此溶液 1mL 含 10 μg 铀)。