|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 点击此处添加ICS号 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png |   点击此处添加CCS号 |

中国核学会团体标准

T/     XXXX—XXXX

海水提铀材料吸附-解吸性能测试方法

Test method for adsorption-desorption properties of seawater uranium-extracting materials

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

中国核学会  发布

目次

[前言 II](#_Toc168406357)

[1. 范围 1](#_Toc168406358)

[2. 规范性引用文件 1](#_Toc168406359)

[3. 术语和定义 1](#_Toc168406360)

[4. 试剂或材料 1](#_Toc168406361)

[5. 设备仪器 1](#_Toc168406362)

[6. 样品 2](#_Toc168406363)

[7. 试验步骤 2](#_Toc168406364)

[8. 试验数据 3](#_Toc168406365)

[9. 试验报告 3](#_Toc168406366)

[附 录 A （规范性） 样品中铀的含量测定方法 4](#_Toc168406367)

[附 录 B （资料性） 解吸剂的类型 6](#_Toc168406369)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准附录A、附录B是资料性附录。

本标准由中国核学会提出。

本标准由核工业标准化研究所归口。

本标准起草单位：核工业北京化工冶金研究院、中核矿业科技集团有限公司、中核第四研究设计工程有限公司、中科院上海高等研究院、上海大学、哈尔滨工程大学、清华大学、苏州大学、北京大学、四川大学、海南大学。

本标准主要起草人：陈树森、宋艳、丁红芳、李继香、王凤菊、马红娟、李子明、王君、吴浩天、叶钢、李昊、华道本、李壑、牛玉清、苏学斌、刘春立、廖学品、王宁。

海水提铀材料吸附-解吸性能测试方法

1. 范围

本文件规定了海水提铀材料性能测试的试剂或材料、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理和试验报告等内容。

本文件适用于有机高分子材料、无机材料、有机-无机杂化材料、金属有机框架材料、生物基底材料等固体海水提铀材料吸附-解吸的性能测试。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 加标海水 uranium spiked seawater

将硝酸铀酰六水化合物加入真实海水，配成的铀浓度为0.30 mg/L的溶液。

3.2 吸附容量 adsorption capacity

单位质量的海水提铀材料所吸附的海水中铀的含量，单位为mg/g。

1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水为符合GB/T 6682的二级水。

4.1 碳酸氢钠。

4.2 碳酸氢钠溶液，*c*（NaHCO3）=0.50 mol/L。

4.3 硝酸铀酰六水化合物，纯度99 %。

4.4 加标海水，*ρ*（U）=0.30 mg/L。称取0.029 g（精确到0.1 mg）硝酸铀酰六水化合物（4.3），溶于45 L真实海水中，用碳酸氢钠溶液（4.2）调节pH=8.1。

1. 仪器设备

5.1 分析天平，分度值0.1 mg。

5.2 试验桶，50 L。

5.3 悬臂式搅拌机，转速不小于100 r/min，四氟搅拌桨。

5.4 布氏漏斗，口径40 mm。

5.5 锥形瓶，500 mL.

5.6 摇床，最高频率不小于200 r/min。

5.7 真实海水吸附测试装置，简易提铀装置材质为100-200目尼龙网袋，由放置钢丝芯尼龙绳的上端和装有样品的尼龙网袋的下端组成，两者间用聚乙烯纤维线装订分开，配重块为质量大于4kg的船用沉石，如图1所示。



标引序号说明：

1——钢丝芯尼龙绳；

2——简易提铀装置；

3——装有样品的尼龙网袋；

4——配重块。

**图1 真实海水吸附测试装置示意图**

1. 样品

6.1 称取0.10 g样品，精确到0.1 mg，作为加标海水中吸附-解吸性能测试用样品。

6.2 称取2.00 g样品，精确到0.1 mg，作为真实海水中吸附-解吸性能测试用样品。

1. 试验步骤

7.1 加标海水中材料吸附-解吸性能测试

7.1.1 吸附动力学试验

7.1.1.1 将7份样品（6.1）分别置于7个装有45 L加标海水（4.4）的试验桶（5.2）内，立即开始计时，并机械搅拌。

7.1.1.2 吸附时间分别为6 h、12 h、18 h、24 h、32 h、40 h和48 h。遵照附录A的规定测定样品中铀的含量。

7.1.1.3 绘制样品的吸附容量（Y轴）和吸附时间（X轴）的曲线，即吸附动力学曲线。样品的吸附容量达到恒定值的时间为吸附平衡时间。

7.1.2 吸附饱和容量试验

7.1.2.1 将样品（6.1）置于装有45 L加标海水（4.4）的试验桶（5.2）内，立即开始计时，并机械搅拌，吸附平衡时间由7.1.1.3确定。

7.1.2.2 取出样品，置于装有45 L加标海水（4.4）的试验桶（5.2）内，按7.1.2.1进行操作。重复此操作3次。遵照附录A的规定测定样品中铀的含量，确定样品的吸附饱和容量。

7.1.3 解吸试验

7.1.3.1 样品（6.1）按7.1.2.1进行操作，平行做两份试验。

7.1.3.2 取出样品1份，遵照附录A的测定样品中铀的含量，记为*Q*a。

7.1.3.3 取出样品1份，用布氏漏斗（5.4）抽滤清洗3次，每次用50 mL水。

7.1.3.4 取出样品，加入装有100 mL解吸剂的锥形瓶（5.5），放入摇床（5.6），振荡1 h。解吸剂的类型应符合附录B的规定。

7.1.3.5 取出样品，加入100 mL解吸剂，按7.1.3.4进行操作。遵照附录A的规定测定样品中铀的含量，记为*Q*e。

7.2 真实海水中材料吸附-解吸性能测试

7.2.1 吸附试验

7.2.1.1 将5份样品（6.2）装入尼龙网袋，用聚乙烯纤维线将尼龙网袋封口，尼龙网袋网孔的大小按样品不会外漏，且海水可以在尼龙网袋中自由流动的标准来选择。

7.2.1.2 把装有样品的尼龙网袋放置到真实海水吸附测试装置中，将没有配重块的钢丝芯尼龙绳与海上试验平台、养殖平台等悬浮在海面的平台进行固定，配重块和简易提铀装置投入海水，确保样品全部浸入海水中，借助海水的自然流动性实现吸附材料对铀的富集。

7.2.1.3 每隔一段时间取样，遵照附录A的规定测定样品中铀的含量，绘制吸附动力学曲线，确定样品的吸附平衡时间。

7.2.2解吸试验

取出样品（7.2.1.3），称取0.20 g，按7.1.3.3、7.1.3.4和7.1.3.5进行操作。

7.2.3 吸附-解吸循环试验

7.2.3.1 取2份样品（6.2）装入尼龙网袋并封口，放置到真实海水吸附测试装置里的简易提铀装置中，将钢丝芯尼龙绳与悬浮在海面的平台进行固定，配重块和简易提铀装置投入海水，立即开始计时，吸附平衡时间由7.2.1.3确定。

7.2.3.2 取出样品1份，遵照附录A的规定测定样品中铀的含量，记为*Q*1。

7.2.3.3 取出样品1份，按7.2.2和7.2.3.1进行操作。重复此操作3~10次。

7.2.3.4 取出样品，遵照附录A的规定测定样品中铀的含量，记为*Q*i。

1. 试验数据

8.1 样品的解吸率以*η*计，数值以百分数（%）表示，按公式（1）计算：

…………………………………(1)

式中：

*Q*a——吸附后样品中铀的含量的数值，单位为毫克每克（mg/g）；

*Q*e——解吸后样品中铀的含量的数值，单位为毫克每克（mg/g）。

计算结果表示到小数点后两位。

8.2 样品的吸附容量损失率以*θ*计，数值以百分数（%）表示，按式（2）计算：

…………………………………(2)

式中：

*Q*1——在真实海水中第1次吸附后样品中铀的含量的数值，单位为毫克每克（mg/g）；

*Q*i——在真实海水中第i次吸附后样品中铀的含量的数值，单位为毫克每克（mg/g）。

计算结果表示到小数点后两位。

1. 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

1. 本文件编号；
2. 样品名称、测试日期、设备型号和操作人员等；
3. 试验条件，包括温度、pH、搅拌速率、振荡速率等；
4. 试验结果，包括吸附平衡时间、吸附饱和容量、样品中铀的含量、解吸率、吸附容量损失率等；
5. 在测试过程中的特殊情况（必要时）。

附 录 A  
（规范性）  
样品中铀的含量测定方法

警示--使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验，本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 试剂或材料

除特殊注明外，所用试剂均为满足国家标准的优级纯试剂，试验所用超纯水的电导率（25℃）不大于10μS/cm。

A.1.1 硝酸，MOS级，*ρ*（HNO3）=1.44 g/mL。

A.1.2 盐酸，MOS级，*ρ*（HCl）=1.19 g/mL。

A.1.3 硝酸溶液，2+98，用硝酸（A.1.1）与超纯水按体积比配制。

A.1.4 硝酸溶液，5+95，用硝酸（A.1.1）与超纯水按体积比配制。

A.1.5 铀标准溶液，*ρ*（U）=100 μg/mL，国家有证标准物质。

A.1.6 铑标准溶液，*ρ*（Rh）=100 μg/mL，国家有证标准物质。

A.1.7 铑内标工作标准溶液，*ρ*（Rh）=20 μg/L。用硝酸溶液（A.1.3）稀释铑标准溶液（A.1.6）制备而成。

A.1.8 铀标准工作溶液。移取适量铀标准溶液（A.1.5），用硝酸溶液（A.1.3）稀释配制成铀标准工作溶液，具体浓度见表A.1。

* 1. 标准工作溶液

单位为微克每升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准溶液  名称 | 空白 | 标准溶液1 | 标准溶液2 | 标准溶液3 | 标准溶液4 | 标准溶液5 | 标准溶液6 | 标准溶液7 |
| 铀的含量 | 0 | 0.1 | 0.5 | 1 | 5 | 10 | 50 | 100 |

A.1.9 氩气，纯度不小于99.99 %。

A.2 仪器设备

A.2.1 电感耦合等离子体质谱仪，仪器扫描范围，5 amu～250 amu，分辨率，10 %，峰高处所对应的峰宽应优于1 amu。

A.2.2 马弗炉，最高温度不小于1000 ℃。

A.2.3 温控电热板，最高温度不小于250 ℃。

A.2.4 真空干燥箱，最高温度不小于100 ℃。

A.2.5 瓷坩埚，30 mL。

A.2.6 聚四氟乙烯烧杯，100 mL。

A.3 样品

A.3.1 将吸附铀后的样品用布氏漏斗抽滤清洗3次，每次用100 mL蒸馏水，置于50 ℃的真空干燥箱（A.2.4）中24 h。

A.3.2 称取0.10 g样品，精确到0.1 mg，记为*m*。

A.4 试验步骤

A.4.1 样品的分解

A.4.1.1 将样品（A.3.2）置于滤纸中，包裹折叠后放入瓷坩埚（A.2.5）中，用少量水润湿，盖上坩埚盖留1 mm～3 mm缝隙，放入马弗炉（A.2.2）中，从室温升温至750 ℃后保持4 h。

A.4.1.2 冷却后取出坩埚，将样品转入聚四氟乙烯烧杯（A.2.6）中，用超纯水冲洗坩埚盖和内壁3次，洗涤液并入聚四氟乙烯烧杯。

A.4.1.3 在坩埚内加入1 mL超纯水和1 mL硝酸（A.1.1），置于温控电热板（A.2.3）220 ℃加热2 min～3 min，溶液转入聚四氟乙烯烧杯，用超纯水冲洗坩埚盖和内壁3次，洗涤液并入聚四氟乙烯烧杯。重复此操作1次。

A.4.1.4 在聚四氟乙烯烧杯中加入0.5 mL盐酸（A.1.2），置于温控电热板220 ℃加热至溶液体积约为2 mL，取下。冷却至室温，将溶液转移至25 mL容量瓶中，用超纯水定容至刻度，体积记为*V*，摇匀，待测。

A.4.2 空白试验

随同样品进行空白试验。所用试剂取自同一瓶，加入同等的量。

A.4.3 测定

A.4.3.1 标准曲线的绘制

按照电感耦合等离子体质谱仪（A.2.1）仪器操作说明书规定条件启动、调节仪器。在测定过程中通过三通在线引入内标使用溶液（A.1.7），测定标准溶液（A.1.8）中铀的含量，以铀标准溶液浓度为横坐标，样品信号与内标信号的比值为纵坐标绘制标准曲线。

A.4.3.2 样品溶液的测定

将空白溶液和样品溶液分别注入仪器进行测定，结果分别记为*ρ*0和*ρ*。若样品中浓度超出曲线范围，需用硝酸溶液（A.1.3）稀释后重新测定，稀释倍数为*f*。样品测定中间用硝酸（A.1.4）清洗系统。

A.5 试验数据处理

样品中铀的含量以*Q*计，数值以毫克每克（mg/g）表示，按式（A.1）计算：

……………………………… (A.1)

式中：

*ρ*——测定溶液中铀浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

*ρ*0——样品空白溶液中铀浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

*V*——试液溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

*f*——稀释倍数；

*m*——样品的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

附 录 B  
（资料性）  
解吸剂的类型

B.1 试剂或材料

B.1.1 硫酸，*ρ*（H2SO4）=1.84 g/mL。

B.1.2 硫酸溶液，*c*（H2SO4）=0.10 mol/L～0.50 mol/L。

量取5.44 mL～27.20 mL硫酸（B.1.5），缓慢注入约700 mL水中，冷却，稀释至1000 mL。

B.1.3 盐酸，*ρ*（HCl）=1.19 g/mL。

B.1.4 盐酸溶液，*c*（HCl）=0.10 mol/L～0.50 mol/L。

量取8.28 mL～41.40 mL盐酸（B.1.3），用水稀释至1000 mL。

B.1.5 硝酸，*ρ*（HNO3）=1.44 g/mL。

B.1.6 硝酸溶液，*c*（HNO3）=0.10 mol/L～0.50 mol/L。

量取6.73 mL～33.65 mL硝酸（B.1.1），用水稀释至1000 mL。

B.1.7 无水碳酸钠。

B.1.8 碳酸钠溶液，*c*（Na2CO3）=0.10 mol/L～2.00 mol/L。

称取10.60 g～211.98 g无水碳酸钠（B.1.7），加水溶解后稀释至1000 mL。

B.1.9 碳酸氢钠溶液，*c*（NaHCO3）=0.10 mol/L～1.00 mol/L。

称取8.40 g～84.00g碳酸氢钠（4.1），加蒸馏水溶解后稀释至1000 mL。

B.1.10 氯化钠。

B.1.11 氯化钠溶液，*c*（NaCl）=0.50 mol/L～2.00 mol/L。

称取29.22 g～116.88 g氯化钠（B.1.12），加蒸馏水溶解后稀释至1000 mL。

B.2 解吸剂

对于微球材料、纤维材料、无纺布材料、膜材料、无定型材料等海水提铀材料可能用到表B.1中的解吸剂，可根据实际情况对解吸剂的种类和浓度进行调整。

* 1. 解吸剂的类型

单位为摩尔每升

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 解吸剂的种类 | H2SO4 | HCl | HNO3 | Na2CO3 | NaHCO3 | NaCl |
| 解吸剂的浓度 | 0.10～0.50 | 0.10～0.50 | 0.10～0.50 | 0.10～2.00 | 0.10～1.00 | 0.50～2.00 |