

ウランの分析法

. キレート樹脂イオン交換 - I C P 発光分光分析法

1 定量範囲

本法の定量範囲は、固相抽出法で検水 1000mL のとき、超音波ブライザーを用いた場合は 0.2 ~ 20 $\mu\text{g/L}$ である。

2 原理

本法は、検水中のウランをキレート樹脂に選択的に吸着させ、硝酸で溶出した検液を ICP 発光分析法により波長 385.958 nm で発光強度を測定し、濃度既知の標準液の発光強度と比較することにより、ウラン濃度を求める方法である。

3 試薬

- (1) 硝酸：有害金属測定用
- (2) 1 mol/L 硝酸
- (3) 2 mol/L 硝酸
- (4) 酢酸アンモニウム
- (5) 0.1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液：酢酸アンモニウム ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 7.7 g を精製水で溶かして全量を 1 L とする（注 1）。
- (6) 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム溶液：酢酸アンモニウム ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 38.5 g を精製水で溶かして全量を 1 L とする（注 1）。
- (7) 0.1 mol/L CyDTA 溶液：*trans*-1,2-シクロヘキサンジアミン-*N,N,N',N'*-四酢酸（1水和物）(CyDTA)[$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{N}_2(\text{CH}_2\text{COOH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$] 3.6 g をメスフラスコ 100mL にとり、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で溶かして全量を 100mL とする。
- (8) アンモニア水（有害金属測定用）
- (9) 内部標準液（0.5 $\mu\text{g Y/mL}$ ）：1 mg Y/mL 5 mL をメスフラスコ 1L に採り、精製水を加えて全量を 1L とする。さらに、この溶液 25 mL をメスフラスコ 250 mL に採り、精製水を加えて全量を 250 mL にする。本溶液は使用の都度調製する。
- (10)ウラン標準液（10 $\mu\text{g U/mL}$ ）（注 2）

(注1) 測定対象となる重金属類の汚染が測定を妨害することのないことを確認してから使用する。

(注2) 10 µg/mLとして市販されているもの。

4 器具及び装置

(1) 固相：イミノ二酢酸キレート樹脂を充填したディスク(注3)またはミニカラム(注4)で、使用前に2 mol/L 硝酸 20 mL を1回、精製水 50 mL を2回、0.1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液(pH 5.6) 50 mL を1回、順次流下し、洗浄及び活性化を行う。

(2) ICP 発光分析装置

(注3) 市販されている

(注4) イミノ二酢酸キレート樹脂(200 - 400 メッシュ) 1 g をポリプロピレン製固相カートリッジ(8 mL 容)に充填したもの、あるいは同等の吸着容量をもつ類似品でもよい。

5 試験操作

(1) 水 1000 mL またはその適量(ウランとして 0.2 ~ 20 µg を含む量)を JIS K0102 5.5 によって前処理する。

(2) (1) に酢酸アンモニウム 7.7 g を加えて溶解させる。

(3) (2) にさらに 0.1 mol/L CyDTA 溶液 10mL を添加する。

(4) アンモニア水でこの溶液の pH を 5.6 に調整した後、調製した固相に加圧または吸引より流速 50 ~ 100 mL / 分(注5)で流下させる

(5) 0.5 mol/L 酢酸アンモニア溶液 50 mL を流下させて固相カラムを洗浄する。

(6) 固相カラムの上端から 1 mol/L 硝酸 5 mL を2回、緩やかに通してウランを溶出させ、試験管に受ける。

(7) 内部標準液 2 mL および精製水を加えて 20 mL とし、これを検液とする。

(注5) ミニカラムの場合は 10 ~ 20 mL / 分とする。

6 分析

5 で得られた検液を JIS K 0116 の 5.8 (ICP 発光分析の定量分析)にしたがって波長 385.958 nm と 371.029 nm (イットリウム)の発光強度を測定し、イットリウムに対する

ウランの発光強度比を求める。

7 検量線の作成

ウラン標準液 0、0.1～10 mL を段階的に数個のメスフラスコ 100 mL に採り、各々に硝酸を検液と同じ濃度になるように加え、内部標準液 10 mL および精製水を加えて 100 mL とする。以下 6 と同じように操作してウランとイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムに対するウランの発光強度比とウラン濃度 (mg/L) との関係を求める。

8 濃度の計算

6 で求めた検液の発光強度比を 7 の検量線に照らしてウラン濃度 (a mg/L) を求め、次式によって試料 1L 中のウランの mg 量を算出する。

$$\text{ウラン (U mg/L)} = a \text{ (mg/L)} \times [\text{検液 (mL)}] / [\text{検水 (mL)}]$$

備考

ウランの測定波長としては 385.958 nm のほか、367.007 nm などがある。検液のスペクトルを観察し、スペクトル干渉の少ない波長を選択する。

. ICP 質量分析法

1 定量範囲

本法の定量範囲は、ウランとして 0.05 ~ 5 $\mu\text{g/L}$ である。

2 原理

本法は検水を ICP 質量分析装置に導入し、質量数 (m/z) 238 でウランのイオン強度を測定し、既知ウラン濃度の標準液のイオン強度をもとにウラン濃度を求める方法である。

3 試薬

(1) 混合内部標準液 (0.05 $\mu\text{g/mL}$): 1 mg Be/mL、1 mg Y/mL、1 mg Tl/mL をそれぞれ 5 mL ずつメスフラスコ 1 L に採り、精製水を加えて全量を 1 L とする。この溶液 10 mL をメスフラスコ 1 L に採り、精製水を加えて全量を 1 L とする。

(2) ウラン標準原液 (10 $\mu\text{g U/mL}$)^(注1)

(3) ウラン標準液 (0.01 $\mu\text{g U/mL}$): ウラン標準原液 5 mL をメスフラスコ 500 mL にとり、精製水を加えて 500 mL とする。さらに、この溶液 25 mL をメスフラスコ 250 mL にとり、精製水を加えて全量を 250 mL にする。本溶液は使用のつど調製する。

(注1) 10 $\mu\text{g/mL}$ として市販されているもの。

4 器具及び装置

ICP 質量分析装置

5 試験操作

検水 100 mL またはその適量 (ウランとして 5 ~ 500 ng を含む量) をビーカーにとり、混合内部標準液 10 mL を加え、以下の 5 と同様に操作して検液 100 mL を調製する。

6 分析

5 で得られた検液を JIS K 0133 (高周波プラズマ質量分析通則) にしたがってウランの質量数 238 及びタリウム (注2) の質量数 205 のイオン強度を測定し、タリウムに対す

るウランのイオン強度比を求める。

7 検量線の作成

ウラン標準液 0、0.5～50 mL を段階的に数個のメスフラスコ 100 mL にとり、各々に硝酸を検液と同じ濃度になるように加え、5 に用いた混合内部標準液 10 mL 及び精製水を加えて 100 mL とする。以下 6 と同様に操作してウランとタリウムのイオン強度を測定し、タリウムに対するウランのイオン強度比を求め、イオン強度比とウラン濃度 (mg/L) との関係を求める。

8 濃度の計算

6 で求めた検液のイオン強度比を 7 の検量線に照らしてウラン濃度 (a mg/L) を求め、次式によって試料 1L 中のウランの mg 量を算出する。

$$\text{ウラン (U mg/L)} = a \text{ (mg/L)} \times [\text{検液(mL)}] / [\text{検水(mL)}]$$

(注 2) タリウムのほか、ウランの質量数に近い金属を使用してもよい (たとえばビスマスなど)。

備考 1

海水など共存物質が多い試料の場合は、共存物質による影響が観測されなくなるまで希釈してから測定する。ただし希釈によってウラン濃度が定量下限値を下回ることをないように注意する。この際、共存物質による影響の有無を判定する方法としては添加回収実験がある。例えば、元の試料中のウラン濃度が 2 ng/ml だけ増加するようにウランを添加したものと、添加しないものを試料として用意し、各々を希釈しようとする倍率で希釈した後に測定し、添加分の回収率が 90～110%の間にあることを確認する。なお、希釈によって検液中のウラン濃度が定量下限を下回る場合は、. の 5 により検水中のウランを共存塩類から分離して測定する。ただし検水の量は、ウランとして 1 ng～100 ng 含む量とする。このとき、. の 5 の (7) の内部標準液は 0.5 μ g Y/mL ではなく、. の 3 の (1) の混合内部標準液を使用する。

備考 2

. の 5 の分離濃縮法は、1 の 5 の (3) の CyDTA の添加を省けば、ウランだけでなく、ニッケル、亜鉛、カドミウム、鉛の同時分析が可能である。