

TBP 萃淋树脂色层分离、分光光度法测定 八氧化三铀中微量钍

张桂芹

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 八氧化三铀, 色层分离, 分光光度法, 钍。

一、前言

测定大量铀中微量钍, 主要采用溶剂萃取法^[1]或离子交换法预先除去大量铀^[2,3], 然后用分光光度法测定钍。溶剂萃取法分离铀很难分离干净, 铀的干扰严重。离子交换法分离铀费时较长。因此我们采用萃取色层法分离^[4]。根据钍与铀在 TBP-盐酸介质中分配系数上的差别, 以 TBP 萃淋树脂作为固定相, 以 6 mol/l 盐酸为流动相的萃取色层法, 可以方便地将微量钍从大量铀中分离出来。

对八氧化三铀中的微量钍样品进行了分析, 作了重加回收试验, 获得分析结果与水平 ICP/AES 法相符。

二、实验部分

1. 仪器

SX 721 型分光光度计

2. 试剂和色层柱

(1) 标准钍溶液 1 $\mu\text{g Th/ml}$ 。用万分之一天平称取 $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ 溶于 1:1 盐酸中配成。再用标准 EDTA 溶液标定。

(2) 0.1% 偶氮胂 III 溶液 称取 0.2 g, 加去离子水溶解, 用 G_3 玻璃砂漏斗过滤并移至 200 ml 棕色容量瓶中, 稀至刻度。

(3) 硝酸 优级纯。

(4) 盐酸 优级纯。

(5) 草酸 分析纯。

(6) 硝酸铀酰 分析纯。

(7) CL-TBP 萃淋树脂 含 TBP 60%, 75—120 目。

(8) 萃取色层柱 内径为 7 mm, 高 150 mm 的玻璃柱, 色层床高 135 mm, 流速为 0.8 ml/min。

3. 操作步骤

(1) 溶样 在万分之一天平上称取 0.3 g 八氧化三铀, 放入玻璃烧杯中, 加 0.5 ml 浓

硝酸，在电炉上加热溶解后蒸干，稍冷后加 0.5 ml 盐酸赶硝酸，蒸干后再重复一次，然后加 0.5 ml 1:1 盐酸溶解后待上柱分离。

(2) 分离 湿法装柱，用 5 ml 1:1 盐酸平衡柱子，将处理好的样品上柱，再用 1:1 盐酸淋洗，弃去前 2.8 ml 淋洗液，收集 3.5 ml 淋洗液于 10 ml 容量瓶中，柱中树脂上的铀用 40 ml 去离子水淋洗干净，柱子可继续使用。

(3) 测定 向收集于 10 ml 容量瓶中的 3.5 ml 含有钍的淋洗液中，加 1 ml 1:1 盐酸、2 ml 8% 的草酸、0.2 ml 0.1% 偶氮胂 III、用去离子水稀至刻度，以试剂空白为参比，用 3 cm 比色杯在 650 nm 处测定吸光度。

三、实验结果

1. 标准曲线及工作曲线的绘制

取含钍 0.125—1.25 μg 标准溶液于 10 ml 容量瓶中，按操作步骤 (3) 操作，绘制标准曲线，如图 1 中曲线 1。

取钍 0.125—1.25 μg 于 25 ml 烧杯中，加混合杂质（含量列于表 1）和铀 250 mg，蒸干后，加 1:1 盐酸 0.5 ml 溶解上柱，按操作步骤 (2) 和 (3)，测得结果绘制的工作曲线示于图 1 中的曲线 2。实验结果表明标准曲线和工作曲线吻合。

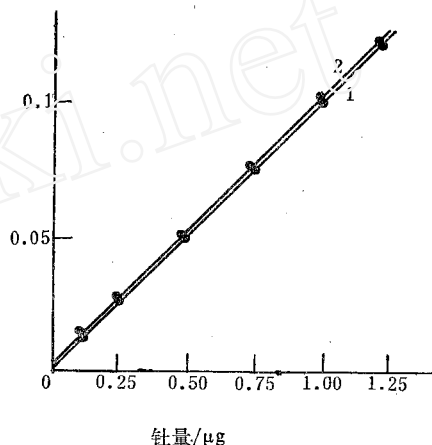


图 1 钍的标准曲线和工作曲线
Fig 1. Standard curve and working curve of Th
1——标准曲线； 2——工作曲线。

2. 钍的淋洗

取钍 1 μg 入色层柱中，按分离步骤操作，用 1:1 盐酸淋洗，每 0.5 ml 收集一份，按测定步骤进行显色测定。实验结果表明，前 3 ml 淋洗液中不含钍，用 6 ml 淋洗液可以完全淋洗钍。为此弃去前 2.8 ml，收集后 3.5 ml。

3. 铀的洗脱

残留在柱上的铀用去离子水洗脱，实验结果表明 40 ml 水即可将铀全部洗脱下来。

4. 共存离子的干扰影响

(1) 共存离子对钍回收率的影响 在含有钍 0.25 μg 、铀 250 mg 的溶液中加入混合的干扰离子（含量列于表 1），按操作步骤 (2)(3) 操作，测得结果列入表 1 中。

实验结果表明，共存离子存在对钍的回收率没有影响。

(2) 共存离子对测定的影响 对某些离子的干扰影响进行了研究，按操作步骤 (3) 进行操作，单个加入不同干扰离子，测得结果列入表 2。

从表 2 的实验结果可以看出，铅对测定有影响，但加入草酸可以消除铅的影响。其它

表 1 共存离子对钍回收率的影响

Table 1 The effect of coexisting ions for Th recovery ratio

加入离子	加入离子量/ μg	测得的钍量/ μg	回收率/%
Bi(V), P(V), Sn(IV), Zn(II), Al(III), Ba(II), Ca(II), Cd(II), Co(II), Cu(II), Cr(III), Fe(III), Mg(II), Mo(VI), Pb(II), Ru(III), W(VI), Ni(II), Sr(II), Zr(IV)	各 8	0.26	104
V(V)	6		
B(III)	2		
Mn(II), Be(II), Ti(IV)	各 0.8		

表 2 共存离子对测定的影响

Table 2 The effect of coexisting ions for determination

离子	离子加入量/ μg	钍加入量/ μg	钍测得量/ μg	误差/%
Si(IV)	200	1.0	0.97	-3
Ca(II)	32	1.0	0.97	-3
U(VI)	2	1.0	1.03	+3
Ti(IV)	4.4	0.25	0.26	+4
Ti(IV)	11	1.0	1.0	0
*Zr(IV)	10	1.0	8.0	700
*Zr(IV)	0.25	0.25	0.5	100
Zr(IV)	10	1.0	1.0	0
Zr(IV)	0.25	0.25	0.26	+4

* 测定时未加草酸。

离子对测定没有影响。

5. 样品分析及重加回收结果

称取 0.3 g 八氧化三铀，进行溶解、分离、测定，测得结果列入表 3。

表 3 八氧化三铀中微量钍的两种方法分析结果

Table 3 Analytical results of trace Th in U_3O_8 by the two methods

方法	重加钍/ppm	测得钍/ppm	平均/ppm	相对标准偏差/%	重加回收率/%
分光光度法	0	1.01 1.04 1.02 1.05 0.90 0.99 1.11 1.02	1.02	± 6	
	1.0	1.98 1.89 1.98 1.96 2.21	2.0		98
水平式 ICP/AES法		1.05 1.00 1.08 1.00 1.05 1.02 1.08 1.00	1.04	± 6	
					95

四、结 论

本文拟定了 TBP 萃淋树脂分离大量铀, 偶氮胂 III 试剂分光光度法测定微量钍的方法。分析范围 0.125~1.25 $\mu\text{g Th}/10\text{ ml}$, 精密度为 $\pm 6\%$, 重加回收率为 98%, 一个人操作分析 6 个样品 8 h 可以完成 (在样品溶解后)。

感谢关景素、姜延林同志的帮助。

参 考 文 献

- [1] Joshi, M. Y., BARC-617(1972).
- [2] Joshi, M. Y., BARC-716(1974).
- [3] 曹德声, 分光光度法测定 UF_6 水解液中微量钍, 中国原子能科学研究院资料(1981)。
- [4] 姬俊英等, 原子能科学技术, (2), 233(1985)。
- [5] Savvin, S. B., *Talanta*, 8, 673(1961).

(编辑部收到日期: 1988 年 6 月 27 日)

DETERMINATION OF TRACE Th IN U_3O_8 BY USING THE CHROMATOGRAPHY OF TBP-LEVEXTREL AND SPECTROPHOTOMETRY

ZHANG GUIQIN

(China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275, Beijing)

ABSTRACT

In this paper a spectrophotometry using arsenazo III is used to determine trace Th in U_3O_8 . The sample of U_3O_8 is dissolved in HNO_3 and then turned into HCl medium. Uranium is absorbed in TBP-levextrel at 1:1 HCl medium and thorium is eluted by 1:1 HCl.

The absorption obeys the Beer law when the content of Th is in the range of 0.125-1.25 $\mu\text{g}/10\text{ ml}$. If the uranium quantity of the U_3O_8 sample is 250 mg and the content of Th is 1 ppm., the precision is $\pm 6\%$ and the recovery is 98%. The detected limit is 0.5 ppm six samples can be performed within eight hours for one operator.

Key words U_3O_8 , Chromatographic separation, Spectrophotometric method, Th.