

[7] Kuhrt, W. et al., *Kerntechnik*, 12(8), 334(1970).

[8] 潘国梁等, *无机盐工业*, (1), 19(1979).

(编辑部收到日期: 1984年4月5日)

THE APPLICATION OF THE EXCHANGE ZONE METHOD TO THE ABSORPTION OF UF₆ ON A NaF SORBENT BED

HU JINGXIN ZHANG LIZHENG ZHANG XIANYE
JU KEFEI FEGN JIANZHANG

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

ABSTRACT

The height of absorption zone in the process of NaF-UF₆ absorption is determined. The effects of flow rate of UF₆, absorption temperature and concentration of UF₆ on the height of absorption zone are discussed.

Key words UF₆, NaF, Absorption, Height of absorption zone.

对乙酰基偶氮胂-铀(IV)的分光光度法 测定矿石中微量铀

李 有 芝

湖南某大队实验室

关键词 铀, 对乙酰基偶氮胂, 分光光度法。

一、前 言

微量铀的光度分析, 多采用偶氮胂 III、BrPADAP 作为显色剂^[1,2], 具有灵敏度高, 选择性好等优点。本实验用二乙三胺五乙酸(DTPA)作络合剂, 将铀(VI)在铁(II)-DTPA-抗坏血酸体系还原成铀(IV), 随之用对乙酰基偶氮胂^[3]显色。在 1 M 盐酸介质中, 络合物至少可稳定 4 小时, 且铈的允许量远高于偶氮胂 III 法。但钍、轻稀土和钷仍呈正干扰。

本实验观察了 33 种共存离子对显色的影响, 经氯型强碱 742 大孔型阴离子交换树脂在 4 M 盐酸中分离后, 用于测定多种矿石中微量铀, 获得了满意的结果。

二、实 验 部 分

1. 仪器和主要试剂

721 型分光光度计。铀标准溶液^[2]。强碱 742 大孔型阴离子交换树脂的处理与交换柱

的准备^[2]。0.1 M DTPA, (化学纯)。0.05% 对乙酰基偶氮胂水溶液(武汉大学化学系研制)。

2. 实验方法

准确分取盐酸浓度为 0.01 M 的 10 μgU 于 25 ml 比色管中, 加 20% 抗坏血酸 2 ml, 30% (NH₄)₂Fe(SO₄)₂ 0.2 ml, 0.1 M DTPA 溶液 2 ml, 5 分钟后, 加 6 M HCl 4 ml 和 0.05% 对乙酰基偶氮胂 2 ml, 加水至 25 ml, 摇匀。测定显色液的吸光度。

3. 结果和讨论

(1) 铀(IV)-对乙酰基偶氮胂络合物的吸收光谱 对乙酰基偶氮胂与铀(IV)络合物的吸收光谱示于图 1。表明, 铀(IV)-对乙酰基偶氮胂络合物的最大吸收峰在 700 nm 处, 试剂的吸收峰在 560 nm 处, Δλ=140 nm。在 700 nm 处络合物表现摩尔吸光系数为 8.8 × 10⁴。

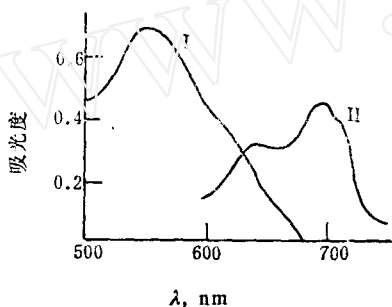


图 1 吸收光谱

I——试剂对水; II——络合物对试剂空白。

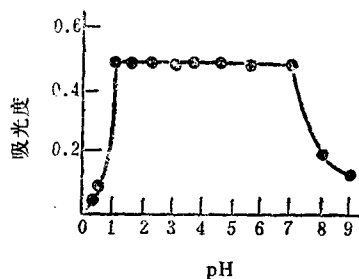


图 2 介质 pH 对还原铀(VI)的影响

25 μgU/25 ml; 3 cm 吸收池。

(2) 还原铀(VI)的适宜条件 还原铀(VI)的介质 pH 值和试剂的用量与文献[2]介绍的实验结果基本一致。图 2 表明, 铁(II)-DTPA-抗坏血酸完全还原铀(VI)的 pH 范围为 1.0—7.0。试剂用量为 30% 硫酸亚铁铵 0.05—0.3 ml, 20% 抗坏血酸 1—4 ml; 0.1 M DTPA 1—5 ml 对络合物的吸光度无影响。

实验表明 DTPA 除与铀(IV)络合外, 还影响着 U(VI)/U(IV)、Fe(III)/Fe(II)电对的电势, 这可能对溶液中部分共存离子起了络合掩蔽作用, 其影响特别是对锆尤为明显。

(3) 显色酸度 图 3 表明, 铀(IV)-对乙酰基偶氮胂络合物在 0.5—5 M 盐酸中的吸光度变化甚微。实验选定在 1 M HCl 中显色。

(4) 显色剂用量 图 4 表明, 25 ml 体积中, 1 ml 0.05% 对乙酰基偶氮胂可使 10 μgU 充分显色, 其用量加至 5 ml, 对吸光度无影响。测量中选用 0.05% 对乙酰基偶氮胂显色液 2 ml。

(5) 络合物的显色速度和稳定性 加入对乙酰基偶氮胂后, 络合物即充分显色, 显色后, 放置 4 小时吸光度基本不变。

(6) 共存离子的影响 表 1 表明, 铀(IV)与对乙酰基偶氮胂的显色反应有较好的选择性。在 DTPA、抗坏血酸存在下, 对测定 20 μgU 而言, 可允许锆、铅、镍、锌、锡、钴、砷、镉、钒、钨各 1 mg, 钇、铈、锰各 5 mg, 铝 10 mg, 钙、镁、铁(II)各 20 mg, 铬(III) 500 μg, 镓 300 μg, 铜、铍各 200 μg, 钼、钛、钽各 100 μg, 铋、钽各 50 μg; 但

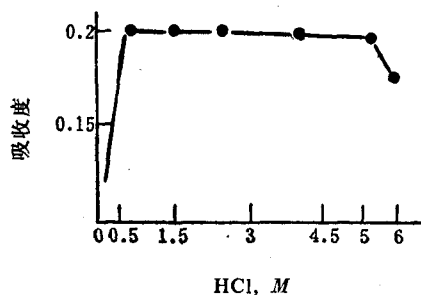


图 3 显色酸度

10 μgU/25 ml; 2 cm 吸收池。

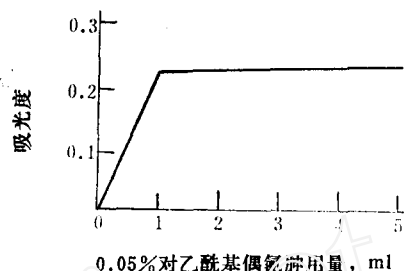


图 4 显色剂用量

10 μgU/25 ml; 2 cm 吸收池。

表 1 共存离子的影响

(U 含量: 20 μg/25 ml)

| 共存离子 | 加入量, μg | 测得铀, μg | 共存离子 | 加入量, μg | 测得铀, μg |
|------------------|---------|---------|-------------------------------|---------|---------|
| Th ⁴⁺ | 1 | 20.8 | Zr ⁴⁺ | 1000 | 19.6 |
| Th ⁴⁺ | 5 | 26.3 | Zr ⁴⁺ | 2000 | 24.9 |
| Ce ³⁺ | 10 | 20.8 | Er ³⁺ | 1000 | 20.6 |
| Ce ³⁺ | 50 | 21.3 | Er ³⁺ | 5000 | 21.6 |
| Ti ⁴⁺ | 300 | 17.7 | Cu ²⁺ | 200 | 20.0 |
| Sc ³⁺ | 100 | 21.2 | Cu ²⁺ | 500 | 18.7 |
| Co ²⁺ | 1000 | 20.0 | Y ³⁺ | 5000 | 19.3 |
| Pb ²⁺ | 1000 | 19.6 | Ni ²⁺ | 1000 | 19.6 |
| As ³⁺ | 1000 | 19.3 | Sn ²⁺ | 1000 | 20.6 |
| Cd ²⁺ | 1000 | 19.1 | Be ²⁺ | 200 | 19.8 |
| Mn ²⁺ | 5000 | 20.0 | Cr ³⁺ | 500 | 21.2 |
| Ca ³⁺ | 50 | 19.8 | Nb(V) | 50 | 19.8 |
| Mo(VI) | 100 | 20.9 | Ta(V) | 50 | 19.6 |
| V(IV) | 1000 | 20.4 | PO ₄ ³⁻ | 100000 | 18.6 |
| W(VI) | 1000 | 18.7 | SO ₄ ²⁻ | 100000 | 19.1 |
| Fe ²⁺ | 20000 | 19.4 | NO ₃ ⁻ | 50000 | 19.2 |
| Ca ²⁺ | 20000 | 20.1 | F ⁻ | 1000 | 8.3 |
| Mg ²⁺ | 20000 | 19.8 | Zn ²⁺ | 1000 | 19.8 |
| Al ³⁺ | 10000 | 20.0 | | | |

钍、铀和铈(III)有正干扰, 钽有负干扰, 故测定矿石中微量铀时仍须分离。氟的干扰可在熔矿样时, 高氯酸冒烟三次以除去。

(7) 共存离子分离 文献[4]已测定了铀(VI)在不同浓度 HCl 中在氯型强碱 742 大孔型阴离子交换树脂的分配系数以及在 4 M HCl 中部分离子在树脂上的分配系数表明, 在 4 M HCl 中, 对本法测定有干扰的钍、钽、轻稀土、铀、钒(IV, V)的分配系数均为零, 因而可与铀(VI)完全分离, 故选用氯型 742 大孔型阴离子交换树脂层析分离铀^[4]。

三、矿石中铀的测定

(1) 矿样分析 按文献[4]熔矿和离子交换分离铀, 将洗提溶液承接于 50 ml 烧杯中。

蒸至近干，加 0.67% (NH₄)₂Fe(SO₄)₂-抗坏血酸溶液 4.5 ml, 0.1 M DTPA 2 ml, 温热后，放置 5 min, 加 6 M HCl 1.5 ml, 0.05% 对乙酰基偶氮胍 2 ml, 每加一试剂均摇均，在分光光度计 700 nm 处，以试剂空白参比，测定吸光度。

(2) 校正曲线的绘制 准确量取铀 0, 1, 2 至 20 μg 于 50 ml 烧杯中，蒸干，其余步骤同“矿样分析”，绘制校正曲线如图 5。

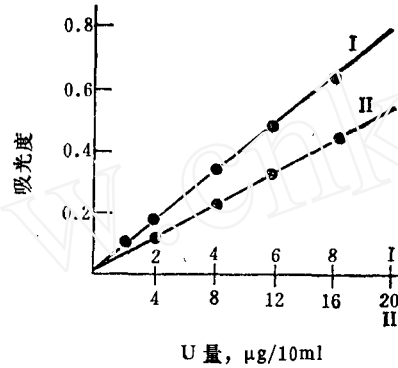


图 5 校正曲线

λ=700 nm; I—3 cm 吸收池; II—1 cm 吸收池。

(3) 方法的精密度和对照分析 结果列于表 2、表 3。

表 2 方法的精密度

| 矿样序号 | n 次测定结果, % | 算术平均值, % | 标准偏差 σ, % | 精密度 α, % |
|------|--|----------|-----------|----------|
| 1 | 0.190, 0.200, 0.190 0.200, 0.200, 0.196 | 0.19 | 0.00490 | 2.63 |
| 2 | 0.0280, 0.0300, 0.0290 0.0300, 0.0300, 0.0280 | 0.0292 | 0.000984 | 3.54 |
| 3 | 0.00112, 0.00108, 0.00114 0.00108, 0.00108, 0.00116 | 0.00112 | 0.000032 | 2.99 |
| 4 | 0.00048, 0.00050, 0.00049 0.00049, 0.00049, 0.00044 | 0.00048 | 0.000021 | 4.58 |

表 3 对照分析的部分结果

| 矿样名称 | 百分含量 | | 矿样名称 | 百分含量 | |
|------|---------------------|--------|-------|---------------------|--------|
| | 已知 | 测得 | | 已知 | 测得 |
| 标准样 | 0.0285 | 0.0292 | 标准样 | 0.0536 | 0.0538 |
| 标准样 | 0.194 | 0.196 | 水系沉积物 | 0.0060 ^b | 0.0067 |
| 管理样 | 0.0006 ^a | 0.0005 | 水系沉积物 | 0.0006 ^b | 0.0006 |
| 管理样 | 0.0010 ^a | 0.0011 | 水系沉积物 | 0.0027 ^b | 0.0025 |
| 金沙磷矿 | 0.055 | 0.052 | | | |

a 为湖南省地质局管理样结果; b 为铀(IV)-偶氮胍III光度法测得结果,

结 论

方法灵敏度为 8.8×10^4 , 选择性高。在较低浓度 (1 M) 盐酸中显色, 络合物稳定时间较长。用于矿石中微量铀的例行分析。

参 考 文 献

- [1] 杨振周主编, 矿石岩石中铀钍化学分析, 北京原子能出版社, 1980年, 172页。
 [2] 吴铁民等, 原子能科学技术, (4), 342(1980)。
 [3] 黎心懿等, 化学试剂, (4), 6(1981)。
 [4] 吴铁民等, 理化检验, (1), 14(1983)。

(编辑部收到日期: 1984年6月26日)

DETERMINATION OF TRACE AMOUNT OF URANIUM IN ORES BY SPECTROPHOTOMETRY WITH ARSENAZO-p-CH₃CO

LI YOZI

(A Brigade Laboratory of Hunan)

ABSTRACT

Uranium is extracted from the ore, converted into uranyl chloride and purified from most of the cationic impurities by means of anionexchange resin in 4 N HCl. U (VI) is reduced to U (IV) by Fe (II)-DTPA-ascorbic acid and complexed with arsenazo-p-CH₃CO as the color-forming reagent. The complex shows an absorption peak at 700 nm with a molar absorption coefficient of 8.8×10^4 , and Beer's law is obeyed at 0—2 gU/ml. The interference of 37 ions is studied.

Key words Uranium, Arsenazo-p-CH₃CO, Spectrophotometry.

离 心 沉 淀 法 制 备 粉 末 材 料 靶

许国基 王长兴

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 离心沉淀, 悬浮剂, 靶衬, 材料利用率。

一、引 言

核物理实验一般希望使用的自支撑靶, 主要用真空蒸发、电镀和滚轧等技术来制备。但制备希土和镭土金属, 高熔点材料以及数量较少而又贵重的同位素材料的自支撑靶就比较困难。一般说来, 这些元素的同位素以氧化物, 碳酸盐等化合物粉末状存在。对这些粉末材料可配制成溶液或悬浮液, 用重力沉淀, 电喷涂, 电泳等方法来制备有衬底靶。这些方法在靶的厚度范围、均匀性及材料利用率方面各自存在一些问题, 因而它们的使用范围受到一定限制。七十年代末, 一些国家^[1,2]研制成功一种用粉末材料制靶的新方法——离心沉淀法。这种新技术是将粉末材料的悬浮液进行离心, 使靶材料沉淀在靶衬上, 从而获