

萃取色层分离测定化探样品中微量铀

本文确立甲基膦酸二甲庚脂为固定相, (X-5)型大孔聚二乙烯苯吸附树脂为担体, 研究了反相萃取色谱的行为, 流动相为5%硝酸介质, 洗脱剂用0.2%氟化钠溶液。然后在增溶剂聚乙醇基苯基醚存在下, 以 UO_2 -Br-PADAP-F的形式显色, 拟定了化探样品中微量铀的比色测定方法。

铀的检出限为0.21ppm, 测定下限为0.42, ppm RSD为6—13%。

试剂:

甲基膦酸二甲庚脂(P-350)

聚二乙烯苯(X-5)型大孔吸附树脂

上柱液: 5%硝酸, 2%硝酸铝溶液

洗杂液: 5N盐酸0.2%氟化钠, 1%草酸溶液

混合掩蔽剂: 称取25克CyDTA, 65克磺基水杨酸, 溶于800毫升水中, 调节pH=7.9, 用水稀至1升。

缓冲溶液: 15%三乙醇胺溶液(pH=7.9)

显色剂: 称取0.05克Br-PADAP溶于20毫升乙醇中, 加20毫升OP(聚乙醇基苯基醚)用水稀至100毫升。

铀-pH显色剂:

0.05% Br-PADAP~OP 溶液: 缓冲溶液 = 1.5:1按体积比混合, 现用现配。

铀标准溶液: 1毫升含1微克铀5% (硝酸溶液或5%硝酸2%硝酸铝的溶液)

色层柱的制备:

1. X-5型吸附树脂的处理: 将吸附树脂浸泡于乙醇中, 搅拌20分钟, 过滤, 反复用乙醇洗至无混浊为止, 在80℃烘干即可使用。

2. 固定相的制备: 称取1克吸附树脂于25毫升烧杯中, 在不断搅拌下, 逐滴加入1.5毫升 P_{350} 溶液至呈均匀的颗粒状, 用上柱液浸泡二小时, 换用蒸馏水浸泡, 以半浆糊状水溶液装柱。

3. 色层柱的装置: 将洗净的漏斗式U型玻璃色层柱(10cm×0.7cm)底部垫一层棉花, 用小勺慢慢加入固定相, 使固定相均匀充满色层柱, 高度为

7cm, 上面再盖一层棉花, 流速为0.9—1.2毫升/分, 使用前用10毫升上柱液平衡备用。

操作步骤

分别取每毫升含1微克铀的标准溶液0.0、1.0、2.0、……10.0毫升置于平衡好的色层柱中, 流速为0.9—1.2毫升/分, 待溶液流尽后, 用10毫升5%硝酸洗一次, 5毫升2%硝酸洗一次, 全部通过色层柱后, 加3毫升0.2%氟化钠溶液顶出自由体积。继续用9毫升0.2%氟化钠溶液分三次解脱铀, 收集于25毫升比色管中(解脱铀后的色层柱, 用20毫升洗杂液淋洗一次, 再用10毫升5%硝酸平衡备用)。

向比色管中加入0.5毫升混合掩蔽剂, 一滴酚酞指示剂, 用6%氢氧化钠溶液中和至呈红色, 再用1N盐酸中和至红色刚退, 水稀至10毫升, 加铀pH显色剂2.5毫升, 摇匀, 放置30分钟, 用72型分光光度计, 3厘米比色杯, 以试剂空白参比, 于波长584nm处测量吸光度。

矿样分析

称取化探样品0.5—1克放于30毫升钢玉坩埚中(或聚四氟乙烯烧杯)在600℃灼烧二小时, 冷却后, 用水湿润, 加氢氟酸5毫升, 硝酸1毫升, 加热溶解, 蒸发至近干后, 分别加盐酸10毫升, 硝酸5毫升, 过氯酸1毫升, 继续加热溶解样品并蒸发至高氯酸烟冒尽为止, 再加逆王水2毫升, 溶解样品并蒸发之干涸。

加5%硝酸-2%硝酸铝溶液20毫升, 加热溶解盐类, 用中速滤纸过滤于平衡过的色层柱中, 待流尽后用5%硝酸洗涤滤纸和烧杯各3次, 每次10毫升, 再用2%硝酸5毫升洗一次, 其余步骤同标准曲线的绘制。

本法测试了2000个样品, 编入密码及标样加以监控, 结果令人满意, 合格率达100%。