

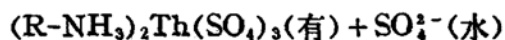
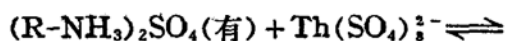
## N-1923 萃取偶氮胂Ⅲ比色法 测定矿石中低含量钍

甘肃地矿局兰州实验室

李 敬 林

### 一、方法提要:

本方法应用国产液体阴离子交换剂N-1923作为钍的萃取剂<sup>(1)</sup>, 它的硫酸盐与水相中的金属络阴离子结合成电中性疏水化合物而被萃入有机相中, 以钍为例反应机理如下:



由反应可知它只能萃取能生成硫酸络阴离子的金属。碱金属及碱土金属均不被萃取, 三价铁在显色前加抗坏血酸还原不干扰测定,

稀土、铀, 钛和锆虽能被部分萃取但可用3 M硫酸洗除而钍不受损失<sup>(2)</sup>。本方法可测定矿石中钍0.000x%。

本文采取碱熔矿拟定了矿石中低含量钍的测定。并进行了必要的试验和样品考验。

### 二、主要试剂

N-1923- (伯胺); 上海有机化学研究所产品, 2%N-1923-苯溶液; 吸取10毫升N-1923于1000毫升苯中混匀。

钍标准溶液: 配制含钍5 $\mu$ g/ml的1N 硫酸溶液。

偶氮胂Ⅲ：0.05%水溶液。上海或北京化工厂产品。

### 三、试验部份

#### 1. 不同含量钍的萃取率

据文献〔1〕报导，加入不同含量钍的标准溶液于60ml分液漏斗中，以1N硫酸稀释体积至15ml，加2%N-1923-苯溶液15ml，萃取2min，用6N硫酸萃洗一次，加1:1盐酸、15ml反萃取一次，显色后，测定钍的消光值，计算结果，测得5—2000 $\mu$ g钍的回收率可达97%以上。

#### 2. 萃取相比试验

试验了不同比例的有机相与水相对萃取钍的效果情况，测得最佳相比（有机相：水相）为2:3至1:1之间。

反萃取相比的最佳条件为（有机相：水相）为3:2至3:4之间。

#### 3. 萃取酸度试验

控制上述的相比加入一定量的钍，用1—6N硫酸酸度范围内萃取钍，消光值在此酸度内变化不大，故萃取酸度控制在1N硫酸即可。洗涤酸度控制6N硫酸对钍无损失。

#### 4. 铀、铁、钛、稀土总量、铍对测定钍的影响

有上述离子存在时，加入10 $\mu$ g钍，在1N硫酸酸度下萃取；6N硫酸萃洗一次。1:1盐酸反萃取。显色条件的酸度为4N盐酸，饱和草酸2ml，0.05%偶氮胂Ⅲ2ml。试验结果可允许(mg)铀(0.040)、锆(0.8)、钛(0.5)、稀土总量(2)、铁(B00)。同时进行了碱熔矿情况，结果表明通过碱熔后的允许量(mg)铀(0.2)、钛(3)，因为大部分铀和钛转入碱溶液而与钍分离。其它共存元素未进行试验，可参阅有关文献。

#### 5. 稀释剂：

用环乙烷和苯进行了对比，说明以苯为稀释剂萃取率较高，流动性好，反萃取率

利，且价格便宜。故确定使用苯为稀释剂。最佳浓度为2%N-1923-苯溶液。

#### 6. 萃取时间

萃取时间对钍萃取率影响不大，25 $\mu$ g钍经手摇1min即可定量萃取，为了使之充分达到平衡，故确定手摇萃取2min。

### 五、标准曲线的绘制：

分别吸取含钍2.5, 5, 10, 15, 20, 25 $\mu$ g的标准液于一系列60ml分液漏斗中，加1N硫酸稀释体积至20ml，加15ml2%N-1923-苯溶液，萃取2min，待分层后去其水相；用6N硫酸15ml萃洗一次，振荡30s，待分层后去其水相；加入15ml1:1盐酸反萃取2min，待溶液分层后将水相放入25ml比色管中，加入少许固体抗坏血酸，摇匀放置片刻，再加1:1盐酸1ml，饱和草酸2ml，0.05%偶氮胂Ⅲ溶液2ml，用水稀释至刻度。于ELKO II比色计2cm比色皿，滤光片J66.8，测定吸光度绘制标准曲线。

### 五、分析手续

称取0.1000—0.5000g（视钍含量）矿样于20ml高铝坩埚中，加入2—5g过氧化钠，

#### 标准样品和管理样分析结果

#### Analytical results in standard samples

试样级别	编号	标准结果 Th%	本方法测定结果 Th%
核工业部标样	EJ101-06	0.156	0.153
地矿部一级标样	GSD-3	0.00099	0.00092
	GSD-4	0.00128	0.00129
	GSD-5	0.00122	0.00133
	GSD-6	0.00101	0.00084
	地矿部二级标样	40-1	0.00124
40-2		0.00180	0.00134
40-3		0.00102	0.00106
40-4		0.00175	0.00184
40-5		0.00083	0.00082
兰州中心室管理样	3704	0.071	0.074
广东省实验室管理样	B098	0.100	0.099
	BQ10	0.0042	0.0039
省局二队实验室管理样	8301	0.0027	0.00264

用玻棒搅匀。然后在上面覆盖一层过氧化钠，将坩埚放入700℃马弗炉中熔融至红色流体（约10min），取出冷却后，放入150ml烧杯中，加10ml1:1三乙醇胺和5%EDTA混合溶液，50ml水，盖上表面皿，置于已升温的电热板上加热煮沸2-3min，取下，吹洗表面皿，洗净坩埚，内壁用几滴1:1盐酸洗净。用中速滤纸过滤，用水洗烧杯和沉淀各三次，用微热的1N硫酸20ml，洗杯两次；溶解沉淀于60ml分液漏斗中，以下手续同标准曲线绘制。

#### 六、结果和讨论：

1. 将用过的N-1923苯溶液澄清后，可连续使用三次对钍的萃取率影响不大，分层

情况良好，这说明N-1923-在萃取过程中有良好的稳定性。

2. 用过的N-1923-苯溶液也可用5%碳酸钠溶液以等体积萃洗两次，再用等体积水洗两次除去剩余碳酸钠。最后用1N硫酸平衡一次，存放备用。

3. 本方法较为简便、快速、一个工作日可完成25份矿石样品分析。

#### 参 考 文 献

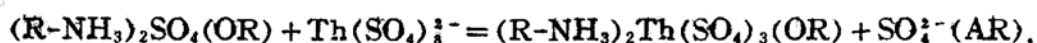
1. 王大震：国产胺型萃取剂N-1923在钍的分析化学中的应用，（分析化学），4期，1981。
2. 微量钍钍分析技术文集，放射地质出版社，1977。

### Extraction Colorimetric Determination of Micro Amounts of Thorium in Ores with N-1923 and Arsenazo III

Li Jing-lin

A liquid anion exchange resin N-1923 has been used as an extractant for thorium.

The mechanism is,



The metal which forms a sulphuric complex anion with the resin is extracted.

Alkali and RE metals have no interferences; REE, U, Ti, Zr can be eluted by 3 M-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; ferric ion can be masked by ascorbic acid.

The method is suitable for determining Th higher than 0.000x% in ores.