

## 742树脂粉静态吸附X-射线荧光光谱法 测定矿石及选冶样品中的铀

广东省地质局第九实验室

罗津新 袁锡英

为寻找有效且简单的克服基体效应的方法,我们研究了树脂吸附铀的行为;742阴离子树脂具有孔径大,吸附洗脱快等优点,本文择其吸附快之长处,对少量粉末状742树脂(280目以上)吸附铀的可能性进行了探索试验,富集分离效果良好。最终拟定在硫酸介质中以742阴离子树脂静态吸附分离铀, X-射线测量的方法,操作简单易行,方法灵敏度高、稳定,适应于地质、选冶样品中0.00X~X%铀的测定。0.138%的样品测定15次,计算其标准偏差为0.0027,变动系数为1.98%。

### 实验部分

#### 一、仪器与试剂

东德VRA2型X-射线荧光分析仪,采用钨靶X射线管,50KV 20mA, LiF分析晶体,闪烁计数器,工作电压1120V,积分测量10V基线,42db放大,选UL $\alpha$ 126.05作分析线,在25.55处测背景,40秒一次测量。

742阴离子交换树脂,取树脂研磨后,收集280—400目部分,用水浸泡一天,再用1:10硫酸浸泡4小时,用蒸馏水倾泻法洗至中性,红外灯下烘干备用。

铀标准液,准确称取烘干的八氧化三铀1.179克于150毫升烧杯中,加入20毫升浓硫酸及2滴浓硝酸,盖上表皿在电炉上加热溶解,冷却,缓慢移入盛有500毫升的1000毫升容量瓶中,冷却,用水稀至刻度,摇匀,此溶液1毫升含铀1毫克,用重量法校正。

吸取上述溶液稀释配制制成1毫升相当于10微克的工作液。

#### 二、树脂吸附铀的条件选择

742型树脂为大孔强碱性阴离子交换树脂,(孔网为600 $\text{\AA}$ 左右)离子在树脂内部的固体扩散速度较快,因而具有吸附,洗脱速度较快等优点<sup>(2)</sup>,我们利用其吸附快的特点,并考虑到X-射线分析制样的要求,选择了以粉末状742树脂静态吸附铀,实验结果证明选择的富集分离手段是可行的。吸附

铀的最佳条件：在体积10—60毫升内，pH2—5时，用20—50毫克树脂，放置5分钟以上即能定量吸附50微克铀。

### 三、其他元素干扰情况

本文对X—射线荧光光谱法测铀能引起线干扰的元素及一些常见元素进行了干扰试验。

一般的元素对铀的吸附和测定均无影响。大量的钒和铁也能使铀结果偏低，可采用抗坏血酸掩蔽后即能得到满意的结果。对于难溶矿样需用氢氟酸分解，引入的氟本试验采用加入5%硫酸铝1—4毫升掩蔽的方法。

### 四、标准曲线与标准回收

分取铀标准溶液5、10……100微克，50、100……300微克于两套小烧杯中，加入2毫升5%抗坏血酸，用硫酸和氢氧化钠调节pH2—3，称入250—400目742树脂粉30毫克，搅拌，放置半小时后在抽滤装置上抽滤至圆形滤纸片上，取下，加贴一小块圆半透明纸，在压机上200公斤/cm<sup>2</sup>压力下成型，取下，按选定的仪器条件测量。铀量在5—200微克其脉冲强度与浓度线性关系良好。250微克铀开始偏低，实际分析中控制铀量不得超过200微克。

另分取不同量铀标准液加入空矿，按矿样分析手续测定铀含量，计算其回收率为96—106.7%。

### 样品分析手续

称取0.1—1克试样于150毫升烧杯中，加15毫升浓盐酸，6—7毫升浓硝酸（如系硅酸盐矿，应先用氢氟酸处理一次，待冒烟蒸干后再用王水分解），盖上表面皿，加热溶解，蒸至小体积取下冷却，加入1:1硫酸5毫升，蒸至冒SO<sub>2</sub>白烟2—5分钟，取下冷却，移入100毫升（或50毫升）容量瓶中，

样品分析结果对照（%）表

编号	本法	化学	编号	本法	化学法	备注
81-1575	0.008	0.008	81-2003	0.038	0.039	化学法结果为铀试剂Ⅲ比色法之结果
1381	0.061	0.063	4543	0.120	0.120	
A014	0.338	0.330	4547	0.750	0.744	

用水稀至刻度，摇匀。

视铀含量分取上述试液于100毫升烧杯中，按标准曲线绘制手续吸附、制片、测量。

### 参考文献

- [1] 张鸿文《放射性地质》1 81 (1980)。
- [2] 杨振周主编《矿石岩石中铀钍化学分析》原子能出版社180页

## Determination of Uranium in Ores and Samples of Mineral dressing and Metallurgy by XRF Spectrometry

Luo Jin-xin Yuan Xi-ying

In sulfuric acid medium at pH 2-3, uranium can be sorbed by 30mg of Type -742 anion resin (250-400) in competing equilibrium sorption. Then the resin and the sorbed uranium is filtered on a circular paper. Intensity is measured by VRAXRF-spectrograph using a x-ray tube with a Mo anode at 50 KV, U L $\alpha$  I ray and a LiF crystal analyser

The method has been used for determination of uranium (0.00X-X%) in ores and samples of mineral-dressing and metallurgy.