

## 纸色谱分离目视比色法测定岩石中微量铀

南京地质矿产研究所实验室 林文祥

本法用盐酸、氢氟酸、硝酸分解样品，以丁酮—甲基异丁基甲酮—硝酸—水为展开剂，上升法层析1—2小时，用0.2%铀试剂Ⅲ的水溶液（含1%硝酸）喷色。与标准系列0.1—1.0微克铀进行目视比色。可测定 $0.0000x-0.00x\%$ 的铀。

这方法已用于测定岩石中微量铀的生产任务，测定的结果与中子活化分析结果比较接近。

### 实验部分

#### 一、主要试剂及设备

0.2%铀试剂Ⅲ水溶液（含1%硝酸）

展开剂：丁酮：甲基异丁基甲酮：硝酸：水=80：80：20：20。

色谱纸规格：新华3号层析纸（ $3.5 \times 25$  厘米<sup>2</sup>）

色层箱：塑料制品，直径40厘米，高38厘米的园柱箱。

展开器皿：展开皿（ $28 \times 25 \times 3.5$  厘米<sup>3</sup>）、层析架（ $22 \times 22 \times 25$  厘米<sup>3</sup>）、层析隔板（ $21.5 \times 21.5$  厘米<sup>2</sup>）

隔板上、下两端（黑线部分）须凸出0.2—0.5厘米，试样在凹面部分（ $21.5 \times 17.1$  厘米<sup>2</sup>）内进行层析，否则色谱纸会叠在隔板上影响层析。

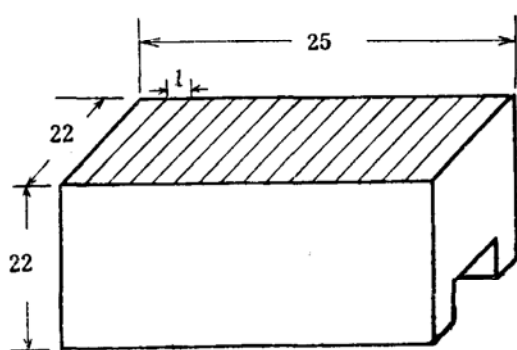


图1 层析架

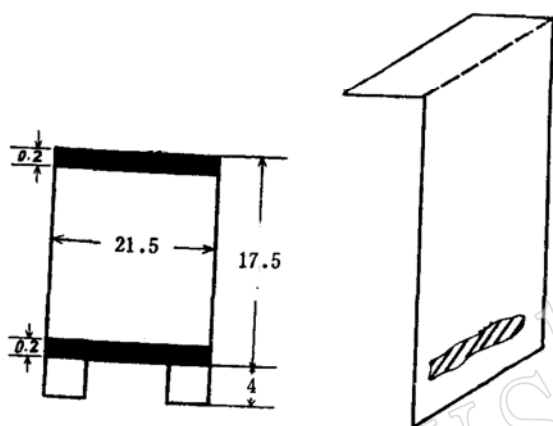


图2 隔板(cm)

图3 色谱纸

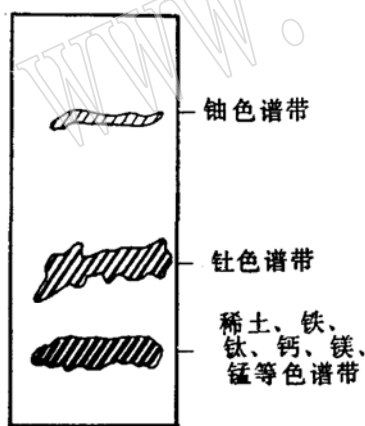


图4 色谱带

铀标准溶液：称取基准八氧化三铀0.1179克，用30毫升1:1硝酸和1毫升过氧化氢加热至全部溶解后转入1000毫升容量瓶中，加100毫升1:1硝酸用水稀释至刻度，此溶液每毫升含100微克铀。

二、铀、钍、稀土等元素比移值( $R_f$ )的测定试验

取含有0.01—2毫克的铀、钍、稀土、钨、钙、镁、铁、锰、钨、镍、钴等元素的标准溶液，分别涂在色谱纸上，烘干后插入展开剂中层析1—2小时，取出烘干。铀、钍、稀土、钙、镁等元素的色谱带用0.2%铀试剂Ⅲ的1%硝酸溶液喷层显色。其它元素的色谱带用氨水中和后喷上丹宁水溶液进行显色。用比移值( $R_f$ )的公式<sup>[1-3]</sup>。计算出各元素的比移值( $R_f$ )是：铀(0.9—1.0)钍(0.4—0.5)、稀土(0)、钨(0)、铁(0)钨(0)、锰(0)、钨(0)、镍(0)、钴(0)钙(0)、镁(0)。各元素色谱带如图(4)所示。

### 三、操作手续

称取0.1—2克样品于塑料坩埚或塑料烧杯中，用少许水润湿，加氢氟酸、硝酸、盐酸各3—10毫升放在电热板上加热分解样品，蒸干。用水吹洗坩埚，加入2—5毫升硝酸，蒸干。重复用硝酸蒸干二次，最后用3—5毫升硝酸及少许水溶解沉淀，将溶液转移到25毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

吸取部分清液(0.1—0.2克)置于10毫升小烧杯中在电热板上加热蒸发至0.5毫升左右。用吸管将试液全部涂到色谱纸上，用少许稀硝酸洗烧杯2—3次，也涂到纸上烘干。将色谱纸上端折一段(如图3示意)插入展开剂中层析1—2小时，取出烘干。喷上0.2%铀试剂Ⅲ的1%硝酸溶液显色，铀则呈现亮绿色，即可与系列进行比色。

标准系列配制：吸取0、0.1、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40、0.45、0.50……1.0微克铀的标准溶液置于10毫升小烧杯中，按照样品操作手续同时进行层析，显色。

### 四、分析结果

用上述方法对地球化学标准参考样和一批岩石样品中进行铀的分析，测定结果列于

表(1)。

分析结果对照 表 1

测定结果 编号	标准定值铀 (克/吨)	纸色谱法测定 值铀(克/吨)
GSD-1	4.3±0.3	4.3
GSD-2	15.5±2.3	20.0
GSD-3	1.8±0.3	2.1
GSD-4	2.3±0.6	2.4

测定结果 样品编号	中子活化分析(*) 测定值铀(克/吨)	纸色谱法** 测定值铀(克/吨)
318	1.02—1.42	2.0
319	0.84—1.08	2.0
326	2.3—3.76	4.0
335	8.61—9.63	10.0

注:〔\*〕核工业部北京原子能研究所中子活化分析组测定结果。

〔\*\*〕本法经本室周文署、刘竺萍等同志完成了200多个岩石分析样品的测试任务,表内是外检结果。

#### 四、讨论

1)、试液中不允许有大量的磷酸根、氯离子和氟离子的存在,否则影响层析分离。硫酸和高氯酸存在会使色谱纸断裂,层析无法进行。

2)、层析时色谱纸的上端析一段(2—

3厘米),见示意图3否则色谱终插入隔板内层析时容易倒,致使实验失败。层析温度在20—28℃为宜,25℃左右最好。

3)、六价铀的比移值( $R_f$ )是(0.9—1.0)四价铀的比移值( $R_f$ )等于零,故配制试液过程中要避免四价铀的产生。

4)、显色剂要加入少许硝酸(约1%左右),显色后才便以目视比色,否则背景颜色深,影响定量测定。显色后的色谱纸(样品和系列)可长期保存,以便检查。铀色谱带的颜色(1—2年内)都不会退色。

5)、按上述规格的色层箱,展开器皿和色谱纸,一个色层箱每次可层析40—50个样品,一般在生产过程中用两个色层箱层析,因此一次可做80—100个样品。

#### 参考文献

- 〔1〕董灵英主编“铀的分析化学”原子能出版社,1982上第81—95页
- 〔2〕林卓坤主编“色谱法”(一)科学出版社1982第87—100页
- 〔3〕杭州大学化学系分析化学教研室编“分析化学手册”第二分册、化学工业出版社1982,第723—730页。

## Visual-colorimetric Determination of Micro Amounts of Uranium in Rocks by using Paper-chromatography

Lin Wen-xiang

A new extractive paper-chromatography for the colorimetric determination of micro amounts of uranium with arsenazo III in rocks has been studied. The sample solution in nitric acid medium was developed on the filter paper with butanone-MIBK-HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O (80:80:20:20) for 1-2 hrs. The  $R_f$  values were found to be 0.9-1.0 and 0.4-0.5 for U and Th respectively, the other elements such as RE, Fe, Ti, Mn, W, Ni, Co and Mg were zero. This method could be applied to the determination of 0.0000x-0.00x% uranium in rocks.