

阳离子交换树脂填充纸吸附、X—射线荧光光谱法 测定矿石及选冶样品中的钍

广东省地质局第九实验室 罗津新

本文叙述了阳离子交换纸对钍的予富集、吸附条件及干扰情况。发现在保温条件下,静态吸附10分钟就可以获得分离富集目的。这样就大大简化了操作手续,缩短了实验流程;为钍的快速测定提供了简便方法。

对含量为0.1%钍的样品,本法15次测定变动系数为3.26%。本方法可测定样品中 $0.00x-x\%$ 钍。

试验部分

一、试剂:

钍的标准溶液:准确称取高纯硝酸钍 $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 2.380克,2NHCl加热溶解,冷后移入1000毫升容量瓶中,用2NHCl稀至刻度。摇匀,此溶液为1毫升含1毫克钍。用重量法校正。用此溶液稀至1毫升含10微克钍的工作液。

阳离子交换纸:取阳离子交换纸切成直径为4厘米的圆片,在4NHCl中,浸泡24

小时,用水洗至中性,烘干备用。

二、吸附条件的选择:

1. 吸附酸度:

取含钍50微克标准液,调节其酸度分别为0.5、1、……4NHCl,放入一离子交换纸片,水浴保温吸附。酸度为0.5~2.0 NHCl范围内回收较理想。

2. 吸附温度和时间:

常温静态吸附试验结果表明:常温静态吸附定量回收,需要很长时间。在水浴保温(80℃左右)下,静态吸附获得可喜结果。

取含钍50微克溶液,于烧杯中,放在热水(80℃左右)浴(搪瓷盘)里,投入离子交换纸片,静态吸附,10分钟即达到平衡。规定保温(80℃左右)吸附时间为30分钟。

3. 吸附液体积:

静态保温半小时条件下,溶液体积对吸附交换的影响,试验结果体积控制在40毫升

之内为宜。

三、干扰元素影响试验:

对碱熔矿样后,氢氧化物沉淀中,可能存在的元素做了干扰试验。结果见表1。

大量的Cu、Co、Ni、Ti、Zn、Rb、Sr、Ba、Sn及常量的Nb、Ta、La、Ce、Y、Yb、Ga、U、Sc、Zr等对钍的吸附无影响。当溶液中有大量Fe、Ca、Mg时,钍的结果偏低。10%磺基水杨酸溶液4毫升,即可掩蔽100毫克的铁。而1%CyDTA溶液3毫升,可使100毫克钙、镁对钍的影响消失。当矿样中锆大于10毫克时,也使钍的结果偏低,此时加入30%酒石酸2毫升即可消除其干扰。

四、标准曲线与标准回收

分取钍标准溶液5、10、30……250微克于小烧杯中,用1N HCl稀至20毫升左右,加入10%磺基水杨酸4毫升,1%CyDTA 3毫升,放入 $\phi 4$ 厘米的阳离子交换纸一片。将烧杯放入盛有热水的搪瓷盘中,在电热板上保温半小时,取出、烘干、压平及测量。

分取不同量的钍标准溶液,加入空矿,按矿样分析手续,测其含钍量,计算回收率。

矿样分析手续

称取含钍样品0.1~1克于刚玉坩埚中,加入3~6克过氧化钠,拌匀后再复盖一层过氧化钠,送入700℃高温炉中熔融5分钟,取出、稍冷,将坩埚放入200毫升烧杯中,用

80毫升5%三乙醇胺溶液提取,于电热板上煮沸2分钟,取下冷却,洗出坩埚,稍放置后过滤,用1%氢氧化钠溶液洗涤烧杯及沉淀3~5次。沉淀用热的2N盐酸溶解于100毫升烧杯中(高含量样品溶于100毫升容量瓶中,待后分取试液),体积不超过40毫升,加入4毫升10%磺基水杨酸溶液,3毫升1%CyDTA溶液,放入一张阳离子交换树脂填充纸圆片,保温吸附测量等,同标准曲线的绘制。

应用本法对东北、福建等地的样品及几个管理样进行了试验,其分析结果与化学分析结果基本一致,数据列入表1。

样品结果对照 表1

编 号	化学法 结 果 (%)	本 法 结 果 (%)	编 号	化学法 结 果 (%)	本 法 结 果 (%)
606	0.088	0.093	4018	0.185	0.162
608	0.118	0.124	4019	0.069	0.058
610	0.014	0.016	4020	0.179	0.167
613	0.020	0.019	4021	0.023	0.019
3970	0.0028	0.002	B008	0.100	0.108
3972	0.012	0.008	B009	0.007	0.006
3974	0.121	0.142	B015	0.170	0.171
3985	0.185	0.180	B084	7.67	7.57

讨 论

1. 本文提出的静态交换吸附操作方法简化,一天可完成20个样品的分析。

2. 本方法可适应地质、选冶、土壤样中钍的测定,遇含锆量大于10毫克之样品应加入50%酒石酸2毫升掩蔽。

Seperation and Determination of Thorium in Minerals and Metallurgical Processing Products with Ion Exchange Paper by XRF Analysis

Luo Jin Xin

A rapid and simple determination of thorium in minerals and metallurgical processing products by XRF analysis is described. It is based on the use of ion

exchange paper with static sorption for 10 minutes in 0.5-2.0 N hydrochloric acid. The coefficient of variation for sample containing 0.1% Th is 3.26% ($n=15$). The method can be used for determination of thorium within the range of 0.00x-x%.