

# 海水中铀的快速预富集及其测定

周仲怀 徐丽君

(中国科学院海洋研究所)

我们发现,利用氢氧化铝作为共沉淀剂,以蛤蜊皮粉作为载体,可以较好地预富集海水中的铀。本文较系统地研究了载带共沉淀的条件对预富集的影响,并用此法测定了青岛汇泉湾外沿岸海水中的铀浓度。

时,即调pH至7.0,铀即被载带共沉淀下来。共沉淀后,原则上应立即过滤为好。pH对共沉淀的影响主要是由预富集剂表面电性的变化引起

## 一、实验方法

### 1. 试剂和仪器

(1)硫酸铝(精制工业品), (2)蛤蜊皮粉( $\leq 200$ 目), (3)氢氧化钠(A.R.), (4)碳酸铵(A.R.), (5)硝酸(A.R.), (6)乙二胺四乙酸二钠(A.R.), (7)磷酸三丁酯(L.R.), (8)煤油(经活性炭处理), (9)硝酸铵(A.R.), (10)铀试剂Ⅲ(A.R.), (11)电动搅拌器, (12)72型分光光度计。

蛤蜊皮粉的处理见《海洋科学》1984年第4期报道。

## 二、实验结果及讨论

### 1. 共沉淀条件试验

我们对溶液pH、硫酸铝浓度、蛤蜊皮粉含量、溶液温度及共沉淀后再搅拌时间对预富集的影响等条件,进行了试验,其结果如下。

(1)溶液pH的影响: pH对铀的共沉淀的影响较大,从6.5开始急剧上升,至7.0时达到最高值,7.0以后铀的共沉淀量下降较快,见图1。因此,共沉淀时, pH的控制较为重要。由于硫酸铝溶液的pH为1—2,加入蛤蜊皮粉后,有一小部分碳酸钙溶解, pH也随之改变,故对pH有一定的调节作用,待搅拌5分钟后, pH由于碳酸钙的溶解作用影响不大

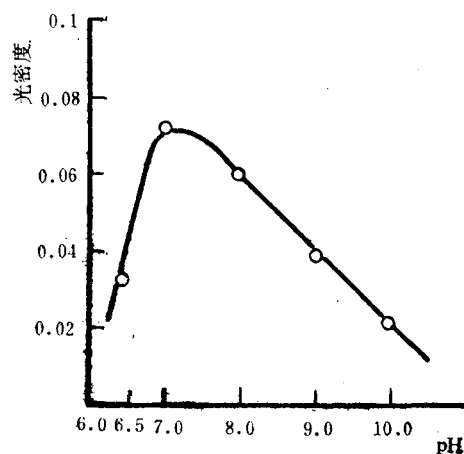


图1 溶液pH对共沉淀铀的影响

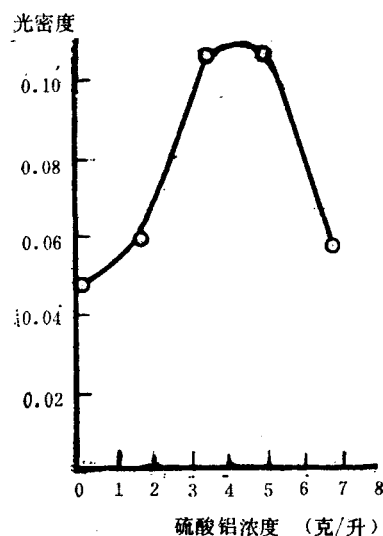


图2 硫酸铝浓度对共沉淀铀的影响

的,这对海水中铀的预富集是一个重要因素。

(2) 硫酸铝浓度的影响:硫酸铝浓度对共沉淀铀的最佳条件是3.34—5.0克/升,5.0以后急剧下降,见图2。其原因可能是,由于硫酸铝浓度增加,其有效比表面减少所致。我们在预富集时采用的浓度为3.34克/升。

(3) 溶液温度的影响:共沉淀时溶液温度对预富集铀的影响也是较大的。溶液温度在19°C时预富集效果最好,19°C以后效果就降低,见图3。主要是在不同温度下氢氧化铝的结构发生了变化。一般说,随着溶液的温度升高,其有效比表面减少和平均孔径变小,从而影响到铀的预富集量。

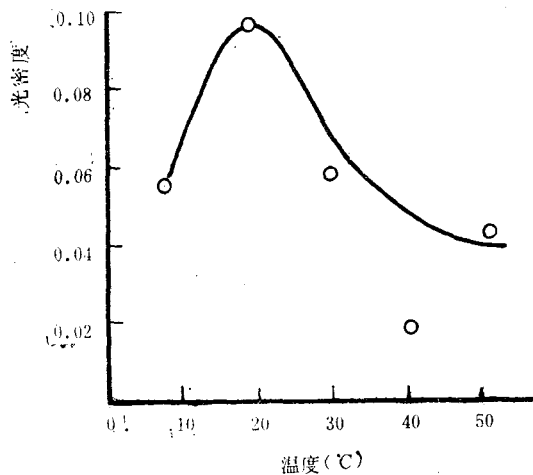


图3 溶液温度对共沉淀铀的影响

(4) 蛤蜊皮粉量的影响:蛤蜊皮粉加入量的多少也有一定的影响,量少对载带共沉淀不完全,量多了可能会起相反的作用,而使载带共沉淀效果降低,见图4。试验表明,以每升海水中加7克为最好。

(5) 共沉淀后搅拌时间的影响:共沉淀后搅拌时间对预富集铀也有影响。共沉淀后再搅拌5分钟,载带共沉淀预富集铀的效果更好些,见图5。

## 2. 回收率试验

试验是这样进行的:(1)先用共载带沉淀法测定海水中的铀浓度。(2)再在盛1升海水的烧杯中,加入5.0微克标准铀,用测海水中铀的操作方法测得加标准铀后的铀浓度,由此

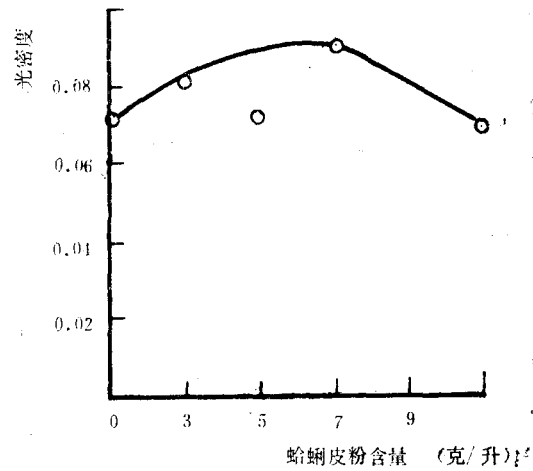


图4 蛤蜊皮粉含量对共沉淀铀的影响

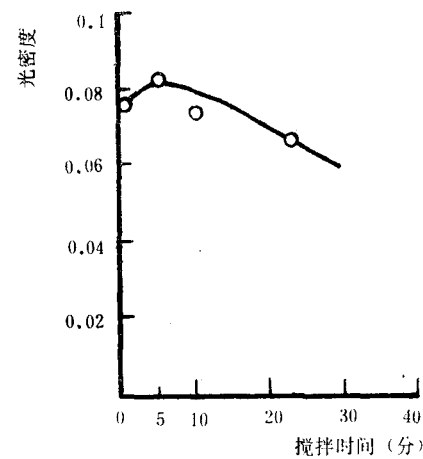


图5 共沉淀后再搅拌时间对预富集铀的影响

可求得铀的回收率为86—100%,见表1。由表1回收率数据可知,本法载带共沉淀效率为86—100%。说明本法的共沉淀效率是高的。

表1 回收率的试验<sup>1)</sup>(微克/升)

1升海水中的铀	加入的铀	实测铀	回收铀	回收率(%)
2.65	5.0	6.95	4.30	86
2.65	5.0	7.63	4.98	99.6

1) 海水中的铀浓度和实测铀浓度值均为平均值。

## 3. 干扰离子的影响

干扰离子的影响试验,是以载带共沉淀效

率100%为依据的。即直接在海水中加入各种干扰离子,视其对载带共沉淀的影响。试验结果见表2。由表2可知,除 $\text{Fe}^{3+}$ 为正的相对偏差,结果偏高外,其它干扰离子的结果均偏低。

表2 干扰离子对载带共沉淀法测铀的影响

所加干扰离子 <sup>1)</sup>	实测铀 <sup>4)</sup> (微克)	回收率 (%)	相对偏差 (%)
10微克铀	10.25	102.5	+ 2.5
10毫克 $\text{Fe}^{3+}$	11.10	111.0	+11.0
10毫克 $\text{Al}^{3+}$ <sup>2)</sup>	9.75	97.5	- 2.5
10毫克 $\text{Al}^{3+}$ <sup>3)</sup>	9.10	91.0	- 9.0
20毫克 $\text{Mn}^{2+}$	6.70	67.0	-33.0
20毫克 $\text{Mg}^{2+}$	5.80	58.0	-42.0
1微克 $\text{Th}^{4+}$	5.10	51.0	-49.0
20毫克 $\text{Ca}^{2+}$	6.90	69.0	-31.0
50毫克 $\text{SO}_4^{2-}$	5.00	50.0	-50.0

1) 均是加入在一升海水中; 2) 是用 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  (A. R.) 配的溶液; 3) 是用 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  (A. R.) 配的溶液; 4) 已减去海水中铀的本底值。

#### 4. 工作曲线的绘制

取2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0微克标准铀分别加入到分液漏斗内, 然后各加入10毫升60%硝酸铵溶液(内含0.75%乙二胺四乙酸二钠), 加蒸馏水使水相总体积为15毫升, 调pH为2.0—2.5后, 分别加入15毫升1:4的磷酸三丁酯-煤油溶液, 萃取3—5分钟, 静置分层后, 弃去水相, 加入15毫升0.1%铀试剂III溶液, 反萃取3—5分钟, 以铀试剂III溶液作空白, 进行分光光度测定。以光密度对铀含量作图, 绘出已知铀含量的工作曲线, 以备测水样用。工作曲线如图6。

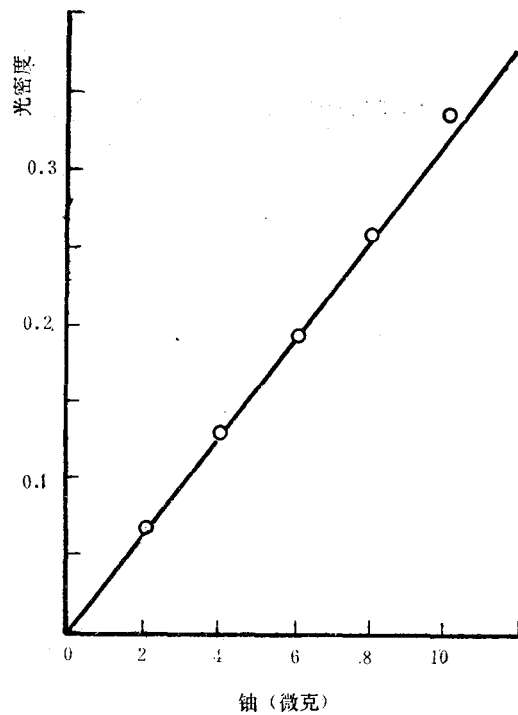


图6 光密度对铀含量的工作曲线

#### 5. 载带共沉淀预富集操作和铀的测定

在盛1升海水的2000毫升烧杯中, 加入3.34克硫酸铝, 待搅拌溶解后, 再加入7克蛤蜊皮粉, 边沉淀边搅拌5分钟后, 用氢氧化钠溶液调pH至7.0, 载带共沉淀完后, 继续搅拌5分钟, 即进行过滤。沉淀转移入100毫升高型烧杯中, 用40毫升1摩尔的碳酸铵溶液分别解吸3次, 解吸液分成两份, 用硝酸中和, 并蒸发至近干, 然后转移入分液漏斗, 以下的操作步骤见工作曲线的绘制部分。

我们用此法测定了青岛汇泉湾外东沿岸海水中的铀浓度, 平均为2.75微克/升。

### THE FAST PRECONCENTRATION OF URANIUM FROM SEAWATER AND ITS DETERMINATION

Zhou Zhonghuai and Xu Lijun

(Institute of Oceanology, Academia Sinica)

#### Abstract

Test results showed the optimum pH conditions of the carrier coprecipitation is 7.0, the concentration of aluminium sulphate is 3.34 g/L, the clam shell powder is 7g/L, the solution temperature is 19°C, the agitation time after coprecipitation is five minutes.

The concentration of uranium from nearshore seawater of Qingdao is determined to be 2.75  $\mu\text{g/L}$  in average.