

用5-Br-PADAP比色法测定高铁、高硝酸根体系中的低含量铀

曹欣然¹,程晨²,周丽彬¹

(1.核工业北京化工冶金研究院,北京 101149;
2.安国市农业农村局,河北 保定 071200)

摘要:为了消除高铁、高硝酸根对5-Br-PADAP比色法测定低含量铀的影响,研究了高铁、高硝酸根、低铀含量溶液的预处理方式。结果表明:以4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在有机相与水相体积比1:6、萃取时间2 min、萃取温度25℃、以混合配合剂为反萃取剂的预处理条件下,萃取率达99.0%,反萃取率为99.0%。对高铁、高硝酸根、低铀含量溶液进行萃取—反萃取后,采用5-Br-PADAP比色法能够准确测定预处理后溶液中铀的含量。该方法的相对标准偏差小于8.11%,加标回收率为96.0%~99.5%,方法检出限为0.013 mg/L。

关键词:高铁;高硝酸根;低含量铀;预处理;萃取;反萃取;5-Br-PADAP比色法

中图分类号: TL271; O661 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-8063(2025)01-0071-07

DOI: 10.13426/j.cnki.yky.2024.05.04

在核能开发项目“含铀废水沉淀形成碱渣中铀回收技术研究及工程化装置研发”中,铀工艺课题组对碱渣浸出液采用多次萃取方法回收其中的铀,3级或4级萃取后的萃余溶液为含有高浓度铁、高浓度硝酸根、低浓度铀的复杂体系,其中 $\rho(\text{Fe})=20.0\sim 27.4\text{ g/L}$, $\rho(\text{NO}_3^-)=210\sim 410\text{ g/L}$, $\rho(\text{U})=0.10\sim 20\text{ mg/L}$,体系中铀的准确含量是此项目的考核指标之一。

目前,溶液中铀的分析方法有质谱法、激光荧光法、容量法、分光光度法等^{[1]131}。质谱法^{[2]4-5}(ICP-MS法)虽然能够准确测定高铁、高硝酸根、低铀含量复杂溶液体系中的铀浓度;但ICP-MS仪器昂贵,需放置在空白值较低的分析实验室,无法满足铀工艺现场的使用要求。由于待测溶液中的铁和硝酸根含量较高,激光荧光法^[3-5]不适合测定该溶液体系中的铀浓度。容量法包括磷酸-亚铁-钒酸铵容量法、硫酸-亚铁-钒酸铵容量法、三氯化钛还原/钒酸氢氧化滴定法、磷酸-亚铁-钒酸铵容量法、磷酸-亚锡-钒酸铵容量法等^[6-10]。容量法测定铀浓度必须满足:待测溶液中 $\rho(\text{U})>0.05\text{ g/L}$,杂质 $\rho(\text{Fe})\leq 1.25\text{ g/L}$, $\rho(\text{NO}_3^-)\leq 12.$

5 g/L的要求;本研究溶液体系不满足容量法的测定要求。分光光度法主要有铀试剂Ⅲ分光光度法、苯基荧光酮分光光度法、流动注射分光光度法、电化学发光分析法、5-Br-PADAP分光光度法等^[11-20],在这些分析方法中,微量铀含量的测定方法常用5-Br-PADAP分光光度法。5-Br-PADAP分光光度法直接测定溶液中铀含量须满足:待测溶液中 $\rho(\text{U})\geq 1.0\text{ mg/L}$, $\rho(\text{Fe})\leq 0.28\text{ g/L}$, $\rho(\text{NO}_3^-)\leq 2.0\text{ g/L}$ 的要求。本研究溶液体系不满足5-Br-PADAP分光光度法的测定要求,不能直接采用5-Br-PADAP分光光度法进行测定。

因此,针对测定高铁、高硝酸根、低铀溶液体系中的铀含量,需要建立快速准确的分析方法,以满足现场测定的要求。

1 试验部分

1.1 试验原料、试剂及设备

试验原料:铀工艺现场试验提供的萃余液HA、萃余液H1115、萃余液H1119P1、萃余液H1119P2,这些萃余溶液的主要组分为: $\rho(\text{Fe})=$

收稿日期:2024-05-24

基金项目:核工业北京化工冶金研究院院长基金。

第一作者简介:曹欣然(1989—),女,北京人,硕士,工程师,主要研究方向为辐射环境监测。

20.0 ~ 27.4 g/L, $\rho(\text{NO}_3^-) = 210 \sim 410 \text{ g/L}$, $\rho(\text{U}) = 1.0 \sim 20 \text{ mg/L}$, $\rho(\text{Pb}) \approx 666 \text{ mg/L}$, $\rho(\text{Cr}) \approx 1.88 \text{ g/L}$, $\rho(\text{Ni}) \approx 255 \text{ mg/L}$ 。

试验试剂:丙酮、盐酸、氨水、酚酞指示剂、三辛基氧膦(TOPO)、三烷基氧膦(TRPO)、磷酸三丁酯(TBP)、煤油、环己烷、氢氧化钠、反式-1,2-环己二胺四乙酸(C_yDTA)、氟化钠、三乙醇胺、2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基酚(简称5-Br-PADAP)、无水乙醇、硝酸铁、硝酸铝,均为分析纯。

模拟基体溶液:在3 mol/L的硝酸溶液中,配制模拟溶液的基体溶液。基体溶液杂质含量: $\rho(\text{Fe}) = 27.4 \text{ g/L}$, $\rho(\text{NO}_3^-) = 410 \text{ g/L}$, $\rho(\text{Ni}) = 255 \text{ mg/L}$, $\rho(\text{Pb}) = 666 \text{ mg/L}$, $\rho(\text{Cr}) = 1.88 \text{ g/L}$, $\rho(\text{Al}) = 3.76 \text{ g/L}$ 。

模拟溶液1:移取模拟基体溶液200 mL,加入2 mL铀标准溶液(10 mg/L),得到含铀0.1 mg/L的模拟溶液。

模拟溶液2:移取模拟基体溶液200 mL,加入2 mL铀标准溶液(100 mg/L),得到含铀1.0 mg/L的模拟溶液。

铀工作溶液:量取10 mL铀标准溶液(10 mg/L)至100 mL的容量瓶,加入12.7 mL分析纯浓硝酸,加水摇匀,冷却,用水稀释至刻度得到含铀1 mg/L的工作溶液。

4% TRPO-环己烷溶液的配制:移取40 mL TRPO,用环己烷溶解,并稀释至1 L。

4% TOPO-环己烷溶液的配制:称取40 g TOPO溶解在环己烷中,并用环己烷稀释至1 L;

TBP(30%)-煤油的配制:移取60 mL TBP至200 mL容量瓶中,用煤油稀释至200 mL。

混合配合剂:称取 C_yDTA 50 g、NaF 30 g,溶于800 mL水中,用NaOH和1:1盐酸调至pH=7~8,然后用水稀释至1 L。

三乙醇胺缓冲液:移取135 mL三乙醇胺溶于800 mL水中,用浓盐酸中和至pH=7~8,用水稀释至1 L。

5-Br-PADAP显色剂:称取0.25 g 5-Br-PADAP溶于无水乙醇中,并用无水乙醇稀释至500 mL。

试验设备:721型分光光度计,无机质谱仪(分辨率为0.70~1.0 amu, NexION 35X)。

1.2 试验原理

在2 mol/L硝酸介质中, UO_2^{2+} 能被TOPO-

环己烷萃取;以 C_yDTA 和氟化钠混合液做反萃取剂,将铀反萃取到水相;在pH=7~8条件下,以5-Br-PADAP显色测定铀。

1.3 试验方法

1.3.1 萃取反萃取试验

萃取试验:在60 mL的分液漏斗中,依次加入硝酸溶液、铀工作溶液(或待测溶液)、萃取剂,在一定温度下萃取震荡2 min,静置分相,弃去水相。

洗涤试验:用5 mL硝酸溶液(2 mol/L)洗涤萃取后的有机相,震荡洗涤2 min,静置分相,弃去水相,重复2次。如果界面有污物,可用滤纸条擦净。

反萃取试验:用混合配合剂进行反萃取,反萃震荡2 min,反萃液放入25 mL容量瓶中。

1.3.2 比色试验

在25 mL容量瓶中,分别加入一定质量的铀工作溶液(或待测反萃溶液),依次加入5 mL混合配合剂(若是待测反萃溶液,不需加)、酚酞指示剂,用1:1氨水和1 mol/L的盐酸调至中性;再加入2 mL三乙醇胺缓冲液、5 mL丙酮和1 mL 5-Br-PADAP显色剂,用水稀释至刻度并摇匀。25℃发色40 min后,在721型分光光度计选定波长下,用3 cm比色皿,以试剂空白作参比测定铀配合物的吸光度。

2 试验结果与讨论

2.1 方法工作曲线

分别量取1 mg/L的铀工作溶液0、0.5、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0、20.0 mL置于一系列盛有30 mL硝酸(2 mol/L)的分液漏斗中,以空白溶液作参比,按照试验1.3.1~1.3.2方法试验,得到相应的吸光度值。以铀质量浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,得到工作曲线(图1)。可以看出,工作曲线为: $y = 0.0239x - 0.0006$,曲线的斜率 $R^2 = 0.9997$ 。

2.2 方法检出限

移取10 mL水于25 mL容量瓶中,然后按1.3.2的比色试验步骤发色,以此作为空白样品的对照比色点。

分别移取6份10 mL水于6个60 mL的分液漏斗中,然后按照1.3.1~1.3.2方法进行萃取-反萃取试验、比色试验,测定空白样品的吸光度值 A_0 。

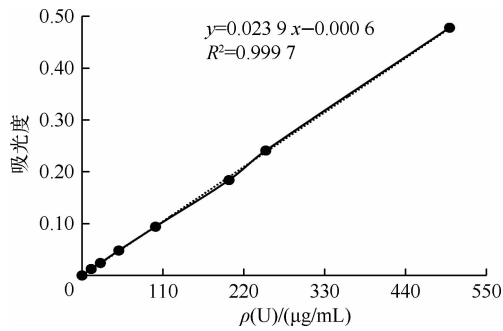


图 1 方法工作曲线

Fig. 1 Work curve of the method

通过试验得到 6 个空白样品的吸光度值,分别为 0.005、0.006、0.005、0.003、0.004、0.005;将 6 个 A_0 值分别代入工作曲线,计算得到铀质量浓度,分别为 0.023、0.028、0.023、0.015、0.019、0.023 mg/L,标准偏差为 0.004 3 mg/L。该方法检出限为 3 倍标准偏差,即方法检出限为 0.013 mg/L。

2.3 萃取分离铀试验研究

2.3.1 萃取剂的选取

取 3 份 10 mL 模拟溶液 2(含铀 1.0 mg/L)分别置于 3 个 100 mL 分液漏斗中,采用 1:1 的相比,分别用 4% TRPO-环己烷、4% TOPO-环己烷、TBP(30%)-煤油为萃取剂进行试验,测得相应吸光度,计算得到铀质量及萃取效率(表 1)。可以看出,4% TOPO-环己烷溶液的萃取率达 99.2%。因此,以下试验以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂。

表 1 萃取剂对铀萃取率的影响

Table 1 Influence of extraction agent on uranium extraction rate

名称	移取的铀 质量/ μg	萃取的铀 质量/ μg	铀萃取 率/%
TBP(30%)- 煤油溶液	10.0	1.41	14.1
4% TOPO- 环己烷溶液	10.0	9.92	99.2
4% TRPO- 环己烷溶液	10.0	9.48	94.8

2.3.2 萃取相比的选择

分别移取 4 份 10 mL 模拟溶液 2(含铀

1.0 mg/L)于 4 个 60 mL 的分液漏斗中,以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂, $V(\text{有机相}):V(\text{水相})$ 分别为 1:1、1:2、1:4、1:6,在萃取温度 25℃、萃取酸度 2 mol/L 条件下,萃取 2.0 min,采用质谱法测定萃余液中的铀质量,并计算萃取率,结果见表 2。可以看出,铀萃取率随相比的变化不大。为节省萃取剂,试验 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})$ 以 1:6 为宜。

表 2 萃取相比对铀萃取率的影响

Table 2 Influence of aqueous phase to organic phase on uranium extraction rate

$V(\text{有机相}):$ $V(\text{水相})$	萃余液中铀的 质量/ μg	萃取的铀 质量/ μg	铀萃取 率/%
1:1	0.05	9.95	99.5
1:2	0.06	9.94	99.4
1:4	0.06	9.94	99.4
1:6	0.06	9.94	99.4

2.3.3 萃取时间的选择

分取 4 份 10 mL 模拟溶液 2(含铀 1.0 mg/L)于 4 个 60 mL 的分液漏斗中,以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取温度 25℃ 条件下,改变萃取时间(分别为 0.5、1.0、2.0、3.0 min)进行萃取试验,采用质谱法测定萃余液中的铀质量,计算出铀萃取率,结果见表 3。可以看出,随着萃取时间的增加,铀萃取率增加,本试验萃取时间以 2.0 min 为宜。

表 3 萃取时间对铀萃取率的影响

Table 3 Influence of extraction time on uranium extraction rate

萃取 时间/min	萃余液中的铀 质量/ μg	萃取的铀 质量/ μg	铀萃取 率/%
0.5	1.90	8.10	81.0
1.0	0.53	9.47	94.7
2.0	0.06	9.94	99.4
3.0	0.06	9.94	99.4

2.3.4 萃取温度的选择

分取 4 份 10 mL 模拟溶液 2(含铀 1.0 mg/L)

于 4 个 60 mL 的分液漏斗中,以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取时间=2.0 min 条件下,改变萃取温度(分别为 10、20、25、30℃)进行萃取试验,用质谱法测定萃余液中的铀质量,计算铀萃取率,结果见表 4。可以看出,随着萃取温度的升高,铀萃取率增加,试验萃取的温度以 $\geq 25^\circ\text{C}$ 为宜。

表 4 萃取温度对铀萃取率的影响
Table 4 Influence of extraction temperature on uranium extraction rate

萃取温度/℃	萃余液中的铀质量/ μg	萃取的铀质量/ μg	铀萃取率/%
10	2.74	7.26	72.6
20	0.14	9.86	98.6
25	0.06	9.94	99.4
30	0.06	9.94	99.4

2.3.5 萃取酸度的选择

分取 4 份 10 mL 模拟溶液 2(含铀 1.0 mg/L)于 4 个 60 mL 的分液漏斗中,室温 25℃,以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取时间=2.0 min 条件下,改变硝酸浓度(分别为 0.5、1.0、2.0、3.0 mol/L)进行反萃取试验,测定不同萃取酸度下反萃取溶液中铀的吸光度值,并做酸度曲线,结果见图 2。

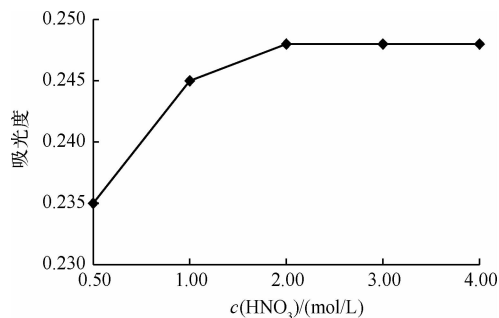


图 2 萃取酸度曲线

Fig. 2 Acidity curve of extraction

图 2 说明,当硝酸浓度在 0.5~2.0 mol/L 时,吸光度值逐渐增加;当硝酸浓度在 2.0~4.0 mol/L 时,吸光度值趋于稳定,因此萃取酸度

以 2.0 mol/L 硝酸为宜。

2.3.6 反萃取剂的选取

分取 3 份 5 mL 模拟溶液 2(含铀 1.0 mg/L)于 3 个 60 mL 的分液漏斗中,以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取温度 25℃、硝酸浓度为 2.0 mol/L 条件下,进行萃取试验;然后分别以 1% Na_2CO_3 、 H_2O 、混合配合剂为反萃取剂进行反萃取,用分光光度法选用 3 cm 比色皿测定吸光度值,计算反萃取液中的铀质量和反萃取率,结果见表 5。可以看出,混合配合剂的反萃取铀效果最好,试验采用混合配合剂为反萃取剂。

表 5 反萃取剂的选取试验

Table 5 Selection experiment of reverse extractant

反萃取剂	测定的铀质量/ μg	铀反萃取率/%
1% Na_2CO_3	6.41	64.1
H_2O	5.20	52.0
混合配合剂	9.94	99.4

2.4 干扰离子允许量试验

采用加入不同体积的模拟溶液 1 来进行干扰离子允许量试验。采用分别移取 5、10、15 mL 的模拟溶液 1,置于 3 个 60 mL 的分液漏斗中,以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取温度 25℃、硝酸浓度 2 mol/L 条件下进行萃取试验;以混合配合剂为反萃取剂进行反萃取试验,测定反萃取溶液中的铀浓度,考察不同质量的干扰离子对测定铀的影响程度,从而得到本方法的干扰离子允许量。通过试验和计算,得到铀的测定值以及相对误差值,结果见表 6。

表 6 干扰离子对铀浓度的影响

Table 6 Influence of interfering ions on uranium concentration

样品名称	加入的铀质量浓度/(mg/L)	测定铀的质量浓度/(mg/L)	偏差/%
5 mL 模拟溶液 1	0.10	0.098	-2.00
10 mL 模拟溶液 1	0.10	0.099	-1.00
15 mL 模拟溶液 1	0.10	0.080	-20.0

从表 6 可看出,15 mL 模拟溶液 1 中的干扰离子对铀准确值的测定产生 -20.0% 的偏差,而 5 mL、10 mL 模拟溶液 1 中的干扰离子对铀准确值的测定分别产生 -2.0%、-1.0% 的偏差。因此,以 10 mL 模拟溶液 1 的干扰离子质量为本方法的干扰离子允许量,结果见表 7。

表 7 干扰离子的允许量

Table 7 Allowable amount of interfering ions

元素	Fe/mg	NO ₃ ⁻ /g	Ni/mg	Pb/mg	Cr/mg	Al/mg
数值	274	4.10	2.55	6.66	18.8	37.6

2.5 样品验证试验

分别移取 $\rho(\text{U})=1.0 \text{ mg/L}$ 的铀工艺萃余溶液(HA)5 mL、 $\rho(\text{U})=5.0 \text{ mg/L}$ 的铀工艺萃余溶液(H916)1 mL,置于 2 个 60 mL 的分液漏斗中,再分别加入 2.0 mol/L 的硝酸 25、29 mL,加入 4% TOPO-环己烷溶液 5 mL,在 25℃ 下进行萃取;萃取后,加入 2.0 mol/L 的硝酸 5 mL,按照 1.3.1 方法洗涤 2 次;然后加入 5 mL 混合配合剂进行反萃取,测定 3 个反萃取溶液的吸光度值,计算铀的浓度;并将结果与 ICP-MS 法的结果比较,计算相对误差(表 8)。

表 8 样品验证试验

Table 8 Sample validation test

样品	铀质量浓度测定结果/(mg/L)		相对误差/%
	萃取-反萃取-比色法	ICP-MS 法	
HA	0.98	1.01	3.02
H916	5.05	4.98	1.40

从表 8 可知,对于铀工艺萃取溶液,采用萃取-反萃取-比色法测定铀含量方法是可行的,和质谱法测定的结果相对误差 $\leq 3.02\%$ 。

2.6 精密度试验

对铀工艺现场的不同含量水平样品进行了精密度试验。分别移取 6 份各个水平的试验溶液,置于 60 mL 的分液漏斗中,分别加入 4% TOPO-环己烷溶液 5 mL,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取温度 25℃、硝酸浓度 2.0 mol/L 条件下进行萃取试验,洗涤后加入 5 mL 混合配合剂进行反萃取,测

定各反萃取溶液的吸光值,并计算 6 次平行试验的铀质量浓度与相对标准偏差,结果见表 9。可以看出,萃取-反萃取-比色法测定 3 个含量水平的实际样品,铀质量浓度的相对标准偏差 $\leq 8.11\%$ 。

表 9 精密度试验

Table 9 Precision test

样品	铀质量浓度/(mg/L)		相对标准偏差/%
	测定结果	平均值	
H1119P2	1.00, 0.98, 1.05, 1.10, 1.15, 0.92	1.03	8.11
H1119P1	4.56, 4.48, 4.40, 4.58, 4.23, 4.56	4.47	2.97
H11115	19.9, 20.6, 19.8, 20.0, 19.5, 19.8	19.9	1.84

2.7 准确度试验

对铀工艺现场的不同含量水平样品进行了准确度试验。每个水平分别移取 2 份溶液,在其中 1 份溶液中加入相同含量的铀工作溶液,(以 4% TOPO-环己烷溶液为萃取剂,在 $V(\text{有机相}):V(\text{水相})=1:6$ 、萃取温度 25℃、硝酸浓度 2.0 mol/L 下进行萃取;以混合配合剂为反萃取剂进行萃取-反萃取试验,并测定吸光度值,计算铀的质量与加标回收率,试验结果见表 10。

表 10 准确度试验

Table 10 Accuracy test

样品名称	铀质量测定结果/ μg	回收率/%
H1119P2(1 mL)	1.03	
H1119P2(1 mL)+1 μg 铀	1.99	96.0
H1119P1(1 mL)	4.47	
H1119P1(1 mL)+5 μg 铀	9.44	99.4
H11115(0.5 mL)	9.95	
H11115(0.5 mL)+10 μg 铀	19.90	99.5

从表 10 可看出,对于实际样品溶液,采取萃取分离富集、混合配合剂反萃取法预处理后,测定 3 个水平溶液的铀质量,加标回收率在 96.0%~99.5%。

3 结论

对高铁、高硝酸根、低铀含量溶液进行萃取-反萃取预处理后,采用5-Br-PADAP比色法能够准确测定预处理后溶液中铀的含量。萃取-反萃取-比色法的精密度高,相对标准偏差小于8.11%;该方法的准确度高,加标回收率在96.0%~99.5%;本方法的检出限为0.013 mg/L。

参考文献:

- [1] 罗明标,张曼.工业分析化学[M].北京:化学工业出版社,2018.
- [2] 环境保护部.水质65种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法:HJ 700—2014[S].北京:中国环境科学出版社,2014.
- [3] 环境保护部.环境样品样品中微量铀的测定:HJ 840—2017[S].北京:中国环境科学出版社,2017.
- [4] 李清贞,张延安.激光荧光法快速测定地球化学样品中微量铀[J].岩矿测试,1983,2(4):303-305.
LI Qingzhen, ZHANG Yanan. Laser-induced fluorescence for rapid determination of micro-levels of uranium in geochemical materials[J]. Rock and Mineral Analysis, 1983, 2(4): (303-305) (in Chinese).
- [5] 张彩虹.激光荧光法直接测定环境样品中的微量铀[J].核技术,1999,22(9):551-555.
ZHANG Caihong. Direct determination of uranium in environmental samples by laser fluorescence method[J]. Nuclear Techniques, 1999, 22(9): 551-555 (in Chinese).
- [6] 周京霞,孙立梅,游建南,等.酸性浸出工艺过程溶液中铀的测定:Q/BS. J03-05. 1—2003[S].北京:核工业北京化工冶金研究院,2003.
- [7] 中华人民共和国核工业部.铀矿石中铀的测定 硫酸亚铁还原/钒酸氨氧化滴定法:EJ 267.2—1984[S].北京:中国标准出版社,1984.
- [8] 杨金辉,谭海明,胡凯光,等.硫酸-亚钛-钒酸铵容量法测定矿石中铀[J].铀矿冶,2004,23(3):147-150.
YANG Jinhui, TAN Haiming, HU Kaiguang, et al. Determination of uranium in ore with volumetry of H_2SO_4 -TiCl₃-NH₄VO₃ [J]. Uranium Mining and Metallurgy, 2004, 23(3): 147-150 (in Chinese).
- [9] 中华人民共和国核工业部.铀矿石中铀的测定 三氯化钛还原/钒酸氨氧化滴定法:EJ 267.3—1984[S].北京:中国标准出版社,1984.
- [10] 刘登云,李雪梅,陈仕陆,等.亚铁-钒酸铵容量法与比色法测定煤中铀的对比分析[J].煤炭加工与综合利用,2016,3:58-59.
LIU Dengyun, LI Xueming, CHEN Shilu, et al. Comparative analysis of determination of uranium in coal by ferro-ammonium vanadate volumetric method and colorimetric method[J]. Coal Processing & Comprehensive Utilization, 2016, 3: 58-59 (in Chinese).
- [11] 马恒励,蔡起秀.应用铀试剂Ⅲ分光光度法测定铀(VI)[J].原子能科学技术,1964(6):748-752.
MA Hengli, CAI Qixiu. Determination of uranium(VI) by spectrophotometry with uranium reagent III [J]. Atomic Energy Science and Technology, 1964(6): 748-752 (in Chinese).
- [12] 曹诗倜.矿石中微量铀的比色测定[J].原子能科学技术,1966(4):232-239.
CAO Shiti. Colorimetric determination of trace uranium in ores[J]. Atomic Energy Science and Technology, 1966(4): 232-239 (in Chinese).
- [13] 周秀林,周文辉.苯基荧光酮分光光度法测定煤灰中微量铀[J].冶金分析,2005,25(2):56-58.
ZHOU Xiulin, ZHOU Wenhui. Spectrophotometric determination of trace uranium VI in coal ashes with phenylfluorone[J]. Metallurgical Analysis, 2005, 25(2): 56-58 (in Chinese).
- [14] 邓昌爱.流动注射分光光度法测定煤灰中的微量铀[J].光谱实验室,2011,8(4):2017-2110.
DENG Changai. Determination of micro uranium in coal ash by spectrophotometry with flow injection [J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2011, 8(4): 2017-2110 (in Chinese).
- [15] 杨玲娟.流动注射电化学发光分析法测定煤灰中微量铀[J].冶金分析,2008,28(2):15-18.
YANG Lingjuan. Flow injection electrogenerated chemiluminescence determination of uranium in coal ashes[J]. Metallurgical Analysis, 2008, 28(2): 15-18 (in Chinese).
- [16] 杨金峰,包伯荣,王高栋,等.5-Br-PADAP分光光度法测定钍中微量铀[J].核化学与放射化学,1991,13(4):241-244.
YANG Jinfeng, BAO Borong, WANG Gaodong, et al. Spectrophotometric determination of micro amount of uranium from the large amount of thorium with 5-Br-PADAP[J]. Journal of Nuclear and Radiochemistry, 1991, 13(4): 241-244 (in Chinese).
- [17] 朱理哲,周秀林.5-Br-PADAP分光光度法测定环境水样中微量铀[J].湘潭矿业学院学报,2001,16(4):42-43+45.

- ZHU Lizhe, ZHOU Xiulin. Spectrophotometric determination of trace uranium in sample of environment water with 5-Br-PADAP[J]. Journal of Xiangan Mining Institute, 2001, 16(4): 42-43 + 45 (in Chinese).
- [18] 林春. 5-Br-PADAP 分光光度法测定煤灰中微量铀[J]. 光谱实验室, 2006, 23(3): 513-515.
- LIN Chun. Spectrophotometric determination of trace uranium in coal ashes with 5-Br-PADAP[J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2006, 23(3): 513-515 (in Chinese).
- [19] 白志明. 三辛基氧磷-溴代 PADAP 光度法测定矿石中微量铀[J]. 牡丹江师范学院学报(自然科学版), 2011(1): 32-33.
- BAI Zhiming. Spectrophotometric determination of trace uranium in ores by trioctylphosphine oxygen-bromine PADAP[J]. Journal of Mudanjiang Normal University (Natural Sciences Edition), 2011(1): 32-33 (in Chinese).
- [20] 中华人民共和国核工业部. 低品位铀矿石中铀的测定 三辛基氧磷(TOPO)萃取 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙基苯酚(Br-PADAP)分光光度法: EJ 267.4—1984[S]. 北京: 中华人民共和国核工业部, 1984.

Application of 5-Br-PADAP Colorimetric Method in the Determination of Low Content Uranium in High Iron and High Nitrate Solutions

CAO Xinran¹, CHENG Chen², ZHOU Libin¹

(1. Beijing Research Institute of Chemical Engineering and Metallurgy, CNNC, Beijing 101149, China;

2. Agriculture and Rural Bureau of Anguo, Baoding 071200, China)

Abstract: This article studies the pretreatment methods of solutions with high iron content, high nitrate content, and low uranium content. The results show that under the pretreatment conditions of using 4% TOPO cyclohexane solution as the extractant, a volume ratio of organic phase to water phase of 1:6, an extraction time of 2 minutes, an extraction temperature of 25°C, and a mixed complexing agent as the counter extractant, the extraction efficiency reached 99.0%, and the counter extraction efficiency was 99.0%. The 5-Br-PADAP colorimetric method can accurately determine the uranium content in the pretreated solution after extraction reverse extraction of high iron, high nitrate, and low uranium content solutions. The relative standard deviation of this method is less than 8.11%, the recovery rate of spiking is 96.0%~99.5%, and the detection limit of this method is 0.013 mg/L.

Key words: high iron; high nitrate content; low uranium content; pretreatment; extraction; reverse extraction; 5-Br-PADAP