

海洋沉积物微量铀的分析方法

赵一阳 古堂秀 杨清海

(中国科学院海洋研究所)

铀的海洋地球化学研究,具有理论和实践的双重意义。在海洋地球化学萌芽时期,外国学者就开始了这一研究。为了尽快赶超世界科学先进水平,我们研究了海洋沉积物中微量铀的分析方法,并首次对中国海沉积物中的铀进行了测定,已取得第一批资料。

用于大陆岩石分析铀的方法屡有报道,但大都不能直接适用于海洋沉积物。在综合前人成果的基础上,我们制定了萃取分离——铀试剂Ⅲ比色分析铀的方法。其基本原理是:在过量隐蔽剂 EDTA 存在下,用 TBP 萃取和 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 反萃取,分离干扰元素后用 Zn 粒还原 U^{+6} 为 U^{+4} ,加显色剂铀试剂Ⅲ进行比色。

本方法曾进行了条件试验,如 pH 影响、试剂用量、TBP 稀释剂的选择、比色液的稳定时间、干扰离子的试验等。回收率高,重现性好,绝对误差 $< \pm 0.03 - 0.18 \text{ ppm}$,可测 1 ppm 以上的微量铀。经反复试验,完全适用于海洋沉积物中微量铀的测定。

所用试剂和仪器,全系国产。兹将分析步骤简述如下:

准确称样 $0.5000 - 1.0000 \text{ g}$ 于白金皿中,置高温电炉 600°C 灼烧除去有机质,加 5 ml 浓 HNO_3 和 15 ml HF 加热分解,蒸干,加 10 ml 稀 $\text{HNO}_3(1:10)$ 溶解,过滤至 150 ml 烧杯中,

残渣连同滤纸置于镍坩埚灰化,加 5 g NaOH 在 $600^\circ - 700^\circ\text{C}$ 熔融 15 分钟,热水浸取,合并于原滤液中。加 $50\% \text{ Al}(\text{NO}_3)_3 5 \text{ ml}$, $10\% \text{ EDTA} 10 \text{ ml}$,饱和 $\text{NH}_4\text{NO}_3 40 \text{ ml}$,用 NH_4OH 调 pH 至 2.5 ,转入 200 ml 分液漏斗,加 $20\% \text{ TBP}$ 的环己烷溶液 30 ml 萃取,弃去水相,有机相用 20 ml pH 为 2.5 的饱和 NH_4NO_3 溶液洗涤 $1 - 2$ 次,用 30 ml $5\% (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液反萃取,水相移至 125 ml 带柄的瓷蒸发皿中,蒸干, 600°C 灼烧,加 15 ml 6 N HCl 加热溶解,冷却,加约 3 mg 抗坏血酸,约 0.5 g Zn 粒,还原 10 分钟,用玻璃砂漏斗(G2)过滤入 25 ml 容量瓶中,加 1.5 ml 0.05% 铀试剂Ⅲ溶液, 6 N HCl 稀释至刻度,摇匀,立刻用 72 型分光光度计,波长 $670 \text{ m}\mu$, 3 cm 比色皿,测定消光值。以蒸馏水为空白,测定后加数滴六偏磷酸钠的饱和液, 20 分钟后再测一次,两次之差即为试液的消光值,根据标准曲线 (2.5 、 5.0 、 7.5 、 10.0 、 12.5 ppm U) 求得含量。

我国海底沉积物中的铀含量一直没有进行过测定。基于上述方法我们曾对渤海进行了首次测定。铀的含量在 $1 - 7 \text{ ppm}$ 的数量级内,平均含量在 $4 - 5 \text{ ppm}$ 的数量级内。与世界其它海区沉积物相比,含量接近于日本海,大于亚速海,略小于黑海。