

用铅为载体从铀精矿中提取镭

岑运骅 陆向文 武兴德 黄达峰

董灵英 于焕章 赖绍春 李有顺

(北京铀矿选冶研究所)

对用铅为载体从铀精矿中提取镭的可能性进行了研究,提出了一套新的提镭工艺流程。

用40%硝酸从铀矿石中浸出铀和镭,在浸出液中加入硝酸铅和硫酸,使镭以硫酸钡-镭形式沉淀,用EDTA溶液将沉淀溶解,调节酸度至 $\text{pH}=4$,让硫酸钡-镭选择沉淀。将后者EDTA溶解液调节酸度后,通过装有SA110 $\times$ 8阳离子交换树脂的柱子进行色层分离。

考察了 NH_4^+ 浓度对离子交换色层分离钡、镭的影响,选定了较好的操作条件。连续进行两次离子交换色层分离,得到含镭210—245毫克/升、钡0.12—0.22毫克/升的硝酸镭溶液。

提出的流程具有工序少、生产周期短、试剂耗量少、回收率高和产品纯度高等优点。

引 言

由于钡和镭的化学性质相似,在提镭工艺中常用钡为镭的载体。国外镭厂多采用硫酸浸出-钡载体流程^[1-6]。用硫酸浸出时,镭以硫酸钡-镭形式留在矿渣中。矿渣经过碳酸盐处理,将硫酸钡-镭转化为碳酸钡-镭,然后用盐酸或EDTA溶解^[6],才能进一步分离、纯化。这种流程处理的物料量大,费用高昂。如矿石的含镭量低,可用硝酸浸出镭,然后从浸出液中沉淀硫酸钡-镭。后者经碳酸盐处理转化为碳酸钡-镭后,用EDTA溶液溶解,经过离子交换液集、分离,比较经济地获得 $\text{Ba}/\text{Ra}\leq 1/20$ 的硝酸镭溶液^[7,8]。但是,钡载体流程在工艺上是不理想的:加进大量钡载体,增加了镭纯化(主要是钡、镭分离)的困难;由于硫酸钡-镭晶粒微小,过滤介质不易解决。

硫酸镭与硫酸钡的共晶系数高^[9]。在分析工作中,已成功地用铅为载体,从组份简单的溶液中将镭以硫酸铅-镭形式沉淀^[10-13]。我们在钡载体流程^[7,8]的基础上,对用铅为载体从铀精矿中提取镭的可能性进行了研究,提出一套新的提镭工艺流程。经过硝酸浸出-硫酸钡(镭)沉淀载带-硫酸钡(镭)选择沉淀除铅-离子交换色层分离钡、镭,得到 $\text{Ba}/\text{Ra}\leq 1/999$ 的硝酸镭溶液。

实 验 部 份

一、原 料

提镭原料为经过重选富集、浮选脱硫的铀精矿。主要含铀矿物为沥青铀矿,其次是硅钙

1979年10月25日收到。本文曾于1979年9月核化学与放射化学论文报告会上报告。

铀矿和钙铀云母；主要金属矿物为黄铁矿、赤铁矿等。铀精矿中含硫 $<1\%$ 。矿石和脉石中含有微量钼。

二、化学试剂

用工业硝酸进行浸出。其他化学过程使用的试剂均为北京化学试剂厂出品的二级试剂（包括氨水、硝酸、硫酸、硝酸铅、EDTA、氢氧化钠、硫酸铁和碳酸钠等）。

离子交换色层分离使用的 SA110 $\times$ 8 聚苯乙烯磺酸型阳离子交换树脂，系北京铀矿选冶研究所产品。

离子交换色层分离淋洗镭时所用的硝酸，为北京化学试剂厂出品的特纯硝酸。

各种溶液均用无离子水配制。

三、实验方法

1. **浸出液的制备** 按文献[7]给出的条件制备浸出液：用40%的硝酸，在固液比1:1、温度50℃时将铀精矿浸出半小时，镭浸出率98%。矿浆过滤后，矿渣用 pH=1.5 的硝酸酸化水（洗水温度50℃，固液比1:1）逆流洗涤四次。第一次洗水与浸出液合并，成为以后实验所用的含镭原液（统称“浸出液”），它的组成见表1。

表1 浸出液的化学组成

组 份	Ra ²⁺	U(Ⅳ)	Th(Ⅳ)	Pb ²⁺	Ba ²⁺	SO ₄ ²⁻	Si(以 SiO ₂ 计)	Fe ³⁺	Al ³⁺	Ca(以 CaO计)	Mg(以 MgO计)	酸度
浓度, 克/升	4.8×10^{-5}	143.90	0.02	2.8	0.062	0.54	0.066	3.10	1.60	16.18	1.28	0.52N

2. **硫酸铅-镭沉淀** 取500毫升浸出液置烧杯中，加硫酸至溶液中的 SO₄²⁻ 达预定值，用氨水调节酸度，预热，加入 Pb(NO₃)₂ 溶液，搅拌（~200转/分）1小时，放置一段时间后过滤。滤液用射气法分析镭含量，计算镭沉淀率。沉淀用 pH=1.5 的硫酸酸化水洗两次（10毫升水/1克浓集物），烘干、称重，计算浓集物产率。

3. **硫酸钡-镭选择沉淀** 称取9克硫酸铅-镭浓集物置烧杯中，用100毫升 pH=9.7 的120克/升 EDTA 溶液溶解。取样，用射气法测定溶解液中的镭浓度。用1:1硝酸调酸度至一定 pH 值，放置一段时间。取上部清液分析钡、镭，计算钡和镭的沉淀率。离心分离沉淀，以少许水洗后，用 pH=9.5 的40克/升 EDTA 溶液溶解，测定溶解液中的铅，计算铅沉淀率。

4. **离子交换色层分离** 实验所用的离子交换柱截面2.0厘米²，树脂层高20厘米，柱体积 $V_c=40$ 毫升。

90—120 目的 SA110 $\times$ 8 聚苯乙烯磺酸型阳离子交换树脂，用酒精浸泡3—4小时后，再用0.5N 硝酸和2% 氢氧化钠溶液交替洗涤两次。把洗好的树脂装入柱中，用4V。pH=9.3 的40克/升 EDTA 溶液通过交换柱，并使树脂转为 NH₄⁺ 型，用无离子水洗至中性待用。

将吸附原液以2.0毫升/厘米²·分的流速通过离子交换柱，每20毫升收集一个样品，直至镭穿透（流出液中 ²²⁶Ra 的放射性强度为吸附原液的5%时），确定镭的穿透体积。对于含 Ba 0.3克/升、NH₄⁺ 浓度0.47N 的40克/升 EDTA 溶液，pH=5.8时，镭的穿透体积为18V_c；pH=6.0时，镭的穿透体积为14V_c。

进行一次离子交换色层分离时,把10V。吸附原液以2.0毫升/厘米²·分的流速通过离子交换柱,然后用pH=5.8、NH₄⁺浓度0.48N的50克/升EDTA溶液淋洗钡。每20毫升接一个样,至用γ能谱法测出镭已被淋出,改用pH=9.3、NH₄⁺浓度0.26N的20克/升EDTA溶液淋洗镭。将收集到的吸附流出液、淋洗样品,分别用比浊法及光谱法测定钡、射气法测定镭。用钡淋完体积和镭出现体积之间的间距大小来衡量分离效果的好坏。

一次离子交换色层分离得到的富镭淋洗液,用1:1硝酸调节酸度至pH=5.0,即为二次离子交换色层分离的吸附原液。将一定体积的吸附原液以2.0毫升/厘米²·分的流速通过离子交换柱,然后用pH=5.8、NH₄⁺浓度0.29N的35克/升EDTA溶液淋洗钡。每20毫升接一个样,至用γ能谱法测出镭已被淋出时,用10V。无离子水洗去柱上残存的EDTA(至洗水中EDTA浓度低于0.001克/升),然后用6N特纯硝酸淋洗镭^[6]。

采用选定的最宜条件进行台架实验。用流线γ能谱仪监测离子交换过程溶液中的镭。

结 果 和 讨 论

1. 硫酸铅-镭沉淀条件 浸出液中镭的浓度很低(10⁻⁶克/升),只在加入大量钡或铅等作为载体时,才能生成硫酸盐共沉淀。为了确定硫酸铅-镭的沉淀条件,我们研究了铅加入量、硫酸加入量、原液酸度、反应温度和放置时间对镭沉淀率的影响,结果列在表2—6中。由表2可见,铅加入量由8克/公斤矿增至16克/公斤矿时,浓集物的产率几乎增长一倍,而镭沉淀率增加甚微。表3数据表明,硫酸加入量对镭沉淀率影响很大,溶液SO₄²⁻浓度超过24克/升时,镭沉淀率才达98%。由表4看到,原液酸度0.3—0.5N,镭沉淀率最高。放置时间从1小时至20小时,镭沉淀率无明显变化。在30—100℃范围内,反应温度对镭沉淀率的影响不大。但长时间放置和加温,对硫酸铅-镭的晶粒长大有利,故反应温度控制在50—80℃,沉淀后放置3—6小时。综上所述,选定的硫酸铅-镭沉淀条件为:铅加入量8克/公斤矿;硫酸加入量,至SO₄²⁻31克/升;溶液酸度0.5N;反应温度50—80℃;放置时间6小时。取1公斤铀精矿,用硝酸浸出后按上述条件进行沉淀。得到的硫酸铅-镭浓集物产率14.0克/公斤矿,镭沉淀率99.0%。硫酸铅-镭浓集物和沉淀母液的化学组成见表7和表8。

表2 铅加入量对镭沉淀率的影响

原液含镭 4.8×10⁻⁶克/升; 加SO₄²⁻至31克/升;
原液酸度 0.49N; 反应温度70—80℃;
搅拌速度 200转/分; 反应时间1小时;
放置时间 6小时。

铅加入量, 克/公斤矿	6	8	12	16
沉淀母液中镭浓度, 克/升	1.1×10 ⁻⁶	5.3×10 ⁻⁷	4.3×10 ⁻⁷	4.7×10 ⁻⁷
镭沉淀率, %	97.7	98.9	99.1	99.0
浓集物产率, 克/公斤矿	10.9	14.4	20.8	26.4

表3 硫酸加入量对镭沉淀率的影响

铅加入量 8 克/公斤矿; 改变硫酸加入量; 其余条件同表 2。

溶液 SO_4^{2-} 浓度, 克/升	8.0	16.0	24.0	31.8	63.6
镭沉淀率, %	19.0	93.7	98.0	98.7	98.7
浓集物产率, 克/公斤矿	1.8	10.6	12.4	14.6	15.2

表4 原液酸度对镭沉淀率的影响

铅加入量 8 克/公斤矿; 改变原液酸度; 其余条件同表 2

原液酸度, N	1.0	0.5	0.3	0.1	$\text{pH}=3$
沉淀母液中镭浓度, 克/升	1.5×10^{-6}	5.3×10^{-7}	7.2×10^{-7}	1.6×10^{-7}	1.3×10^{-6}
镭沉淀率, %	96.9	98.9	98.5	98.3	97.3

表5 放置时间对镭沉淀率的影响

铅加入量 8 克/公斤矿; 改变放置时间; 其余条件同表 2。

放置时间, 小时	0.5	1	3	6	20
沉淀母液中镭浓度, 克/升	1.5×10^{-6}	5.3×10^{-7}	5.8×10^{-7}	5.0×10^{-7}	4.8×10^{-7}
镭沉淀率, %	96.8	98.9	98.8	99.0	99.0

表6 反应温度对镭沉淀率的影响

铅加入量 8 克/公斤矿; 改变反应温度; 其余条件同表 2。

反应温度, $^{\circ}\text{C}$	30	50	70	80	100
沉淀母液中镭浓度, 克/升	8.5×10^{-7}	5.0×10^{-7}	4.8×10^{-7}	4.9×10^{-7}	8.0×10^{-7}
镭沉淀率, %	98.5	99.0	99.0	99.0	98.3

表7 硫酸铅-镭浓集物的化学组成

元 素	Ra^{2+}	Ba^{2+}	Fe^{3+}	Ca^{2+}	Mg^{2+}	Al^{3+}	Si^{4+}
含 量, %	6.9×10^{-6} 克/克	0.8	0.09	0.52	<0.2	<0.02	0.11

表8 硫酸铅-镭沉淀母液的主要化学组成

组 成	$\text{U}(\text{IV})$	Ra^{2+}	$^{230}\text{Th}(\text{IV})$	Pb^{2+}	SO_4^{2-}	酸 度
浓度, 克/升	136.5	5.0×10^{-7}	2.3×10^{-3}	1.3	26.8	0.89 N

2. 硫酸钡-镭选择沉淀 称取90克硫酸铅-镭浓集物置烧杯中,加入1升 pH=9.7的120克/升 EDTA 溶液,搅拌15分钟即完全溶解。溶解液中的铅、钡和镭的一部分以游离的 M^{2+} 离子形式存在,一部分与 EDTA 形成 MY^{2-} 或其它形式的络离子。游离离子浓度 $[M_{游离}^{2+}]$ 和总离子浓度 $[M_{总}^{2+}]$ 之间,存在下列关系:

$$[M_{游离}^{2+}] = \frac{[M_{总}^{2+}]}{1 + \frac{K_{MY} - 2[Y]}{\alpha_H}} \quad (1)$$

式(1)中, α_H 为 EDTA 的总离解常数,它的值为

$$\alpha_H = 1 + \sum_{j=1}^{j=4} [H^+]^j K_{Hj} [Y]^{-1} = 1 + [H^+] \times 10^{9.6} + [H^+]^2 \times 10^{15.82} + [H^+]^3 \times 10^{18.49} + [H^+]^4 \times 10^{20.48} \quad (2)$$

由式(1)及(2)可见,当 EDTA 浓度一定时,游离的金属离子的浓度与溶液的 pH 值有关。pH 值高, $[M_{游离}^{2+}]$ 较小; pH 值低, $[M_{游离}^{2+}]$ 较大。pH 值相同, MY^{2-} 络离子稳定常数大的, $[M_{游离}^{2+}]$ 就小。 PbY^{2-} 的稳定常数 ($pK=18.2$) 比 BaY^{2-} 和 RaY^{2-} 的稳定常数 (pK 分别为 7.76 和 7.07) 大得多。因此,在适当的 pH 值时,绝大部分钡以 $Ba_{游离}^{2+}$ 形式存在,而铅则以 PbY^{2-} 为主。 $KaSO_4$ 和 $BaSO_4$ 的溶度积 (分别为 4.25×10^{-11} 和 1.1×10^{-10}) 比 $PbSO_4$ 的溶度积 (1.6×10^{-8}) 小。如果溶液中的 SO_4^{2-} 浓度足够大,可使硫酸钡-镭选择性地沉淀,而将铅留在溶液中。由表 9 可见,从含 $PbSO_4$ 90 克/升、 Ra 5.94×10^{-4} 克/升和 Ba 0.66 克/升的 120 克/升 EDTA 溶液中,控制 pH 为 4.0 ± 1.0 进行选择沉淀时,98% 以上的镭和钡沉淀析出,而 99% 以上的铅留在溶液内。在除铅的同时,还可除去 98% 以上的 SO_4^{2-} 。选择沉淀母液中的镭浓度 7.3×10^{-6} 克/升。硫酸钡-镭浓集物含镭品位 3.1×10^{-4} 克/克,产率 2.01 克硫酸钡-镭/100 克硫酸铅-镭。

表 9 pH 值对硫酸钡-镭选择沉淀的影响

pH 值	3.0	4.0	5.0	5.5	6.0
镭沉淀率, %	98.1	98.9	98.0	97.8	96.3
钡沉淀率, %	~100	~100	~100	~100	~100
铅沉淀率, %	1	0.2	0	0	0

3. 离子交换色层分离钡、镭 碱土族元素 EDTA 络合物的稳定常数之间的差别较大。采用离子交换色层分离技术,选择适当的吸附和淋洗条件,可以将钡和镭分离。通常用分步沉淀法或离子交换法把镭浓集后,再进行离子交换色层分离纯化^[5,6,8,14-16]。一些作者只强调 pH 值对钡、镭分离的影响,而未注意 NH_4^+ (或 Na^+) 浓度的作用。我们比较详细地考察了 NH_4^+ 浓度在离子交换色层分离过程中的作用,选定了较好的操作条件。这样,硫酸钡-镭的 EDTA 溶解液,无需经过预先浓集,只连续进行两次离子交换色层分离,便能得到高纯度的镭溶液。

(1) 一次离子交换色层分离 在一定的 pH 值范围内,钡和镭在阳离子交换树脂上的分配系数随吸附原液 pH 值的升高而降低^[5]。因此,当吸附原液 pH 值增高时,镭的穿透体积

减少。吸附原液的 pH 值对钡、镭分离有影响。将 10V。不同 pH 值的吸附原液通过离子交换柱, 然后用 pH=5.8、 NH_4^+ 浓度 0.48N 的 50 克/升 EDTA 溶液淋洗。由表 10 可见, 吸附原液的 pH 值为 5.6—5.9 时, 钡于 7V。淋完, 而镭则在 7V。以后出现, 二者能够分离。

表 10 吸附原液 pH 值对分离的影响

吸附原液: [EDTA]40 克/升; $[\text{Ba}^{2+}]0.3$ 克/升; $[\text{Ra}^{2+}]2 \times 10^{-4}$ 克/升; $[\text{NH}_4^+]0.44\text{N}$ 。
淋洗剂: [EDTA]50 克/升; $[\text{NH}_4^+]0.48\text{N}$; pH=5.8。

吸附原液 pH 值	5.6	5.7	5.8	5.9	6.0
钡淋完体积, V_c	7.0	7.0	7.0	6.5	6.5
镭出现体积, V_c	10.0	9.0	8.0	7.0	4.0
钡、镭两峰间距, ΔV_c	3.0	2.0	1.0	0.5	无

把 10V。pH=5.8、不同 NH_4^+ 浓度的吸附原液通过离子交换柱, 然后用 pH=5.8、 NH_4^+ 0.48N 的 50 克/升 EDTA 溶液淋洗钡。由表 11 看到, 随着吸附原液 NH_4^+ 浓度增高, 钡和镭的淋出都提前了, 但钡、镭分离效果变劣。 NH_4^+ 浓度低于 0.47N, 钡、镭分离很好; NH_4^+ 浓度为 0.49N, 二者尚能分离; 而当 NH_4^+ 浓度增至 0.70N 时, 镭和钡不能分离。

表 11 吸附原液 NH_4^+ 浓度对分离的影响

吸附原液 NH_4^+ 浓度, N	0.37	0.41	0.44	0.47	0.49	0.70
钡淋完体积, V_c	7.0	7.0	7.0	7.0	5.5	5.0
镭出现体积, V_c	9.0	9.0	8.0	7.5	5.5	0.5
钡、镭两峰间距, ΔV_c	2.0	2.0	1.0	0.5	0	无

用 pH=5.8 的 50 克/升 EDTA 溶液为淋洗剂, 钡、镭的分离效果好^[6]。淋洗剂中的 NH_4^+ 浓度高, 钡、镭更易淋洗, 但钡、镭两峰间距随 NH_4^+ 浓度增高而减小。采用 NH_4^+ 浓度为 0.43—0.54N 的淋洗剂, 钡于 7.5V。淋洗完, 镭则在 8V。以后出现, 分离效果良好。

将 10V。pH=5.8、含 EDTA 40 克/升、 $\text{Ra } 2 \times 10^{-4}$ 克/升、Ba 0.3 克/升、 NH_4^+ 浓度 0.44N 的吸附原液, 于流速 2.0 毫升/厘米²·分通过离子交换柱, 然后用 pH=5.8、 NH_4^+ 浓度 0.48N 的 50 克/升 EDTA 溶液淋洗钡, 至镭开始淋出时, 改用 pH=9.3、 NH_4^+ 浓度 0.26N 的 20 克/升 EDTA 溶液淋洗镭。吸附流出液和淋钡液中含有总钡量的 99%、总镭量的 0.16—0.18%; 富镭淋洗液体积 0.3V_c, 含镭 6.0—7.0 $\times 10^{-3}$ 克/升、钡 4.0—7.0 毫克/升。一次离子交换色层分离过程的镭回收率为 94%, 镭浓集倍数 17—18。

(2) 二次离子交换色层分离 二次离子交换色层分离的目的是进一步除钡, 以得到纯度较高的镭溶液。

将 40V。pH=5.0 的吸附原液 (EDTA 20 克/升、Ra 6.0 毫克/升、Ba 30 毫克/升、 NH_4^+ 0.26N) 以 2.0 毫升/厘米²·分的流速通过离子交换柱, 用 pH=5.8、 NH_4^+ 浓度 0.29N 的

35克/升 EDTA 溶液淋洗, 至镭开始淋出时, 用 10V。无离子水洗去柱上残存的 EDTA, 然后用 6N 硝酸淋洗镭。富镭淋洗液体积 1V, 含镭 210—245 毫克/升、钡 0.12—0.22 毫克/升, $Ba/Ra \leq 1/999$ 。二次离子交换色层分离过程中镭的回收率超过 96%, 镭浓集倍数 40。

4. 试剂回收 从吸附流出液及淋洗液中回收 EDTA 的方法比较简单。加入硫酸至 $pH=4.0$, 使硫酸钡沉淀。过滤后, 将滤液调节酸度至 $pH \sim 1.0$, EDTA 即沉淀析出。

选择沉淀母液中含有 120 克/升 EDTA、90 克/升硫酸铅和 $\sim 10^{-6}$ 克/升的镭。这三者都应回收。

EDTA 与铅形成稳定的 PbY^{2-} , 直接从选择沉淀母液上加酸沉淀, EDTA 的回收率不高。故在进行 EDTA 沉淀之前, 需预先除铅。在酸性介质中, Fe^{3+} 和 EDTA 形成比 PbY^{2-} 更稳定的络离子 FeY^{-} 。在选择沉淀母液中按 $EDTA:Fe^{3+}=1:0.22$ 的比例加入硫酸铁, Fe^{3+} 将 PbY^{2-} 中的铅“顶”掉, 使 $PbSO_4$ 沉淀析出。此时, 溶液中的镭与硫酸铅一起共沉淀。用 25% 碳酸钠溶液把硫酸铅转化为碳酸铅。后者溶于稀硝酸中, 返回至硫酸铅-镭沉淀工序使用。将 NaOH 和消石灰加至除铅后的 EDTA 溶液中, 生成 $Fe(OH)_3$ 沉淀而使 FeY^{-} 解离。过滤后, 滤液用硝酸调节酸度至 $pH=1.0 \pm 0.5$, EDTA 沉淀析出。

由吸附流出液、淋洗液和选择沉淀母液回收 EDTA 的回收率大于 95%。回收 EDTA 的纯度在 99% 以上。

在试剂回收过程中, 硫酸铅和氢氧化铁沉淀都载带镭。由图 1 看到, 经过回收处理, 选择沉淀母液中 96—98% 的镭转到硝酸铅溶液返回使用; 1.82—1.86% 的镭为氢氧化铁及氢氧化钙载带。转化母液和 EDTA 沉淀母液的镭浓度 $\sim 10^{-9}$ 克/升。

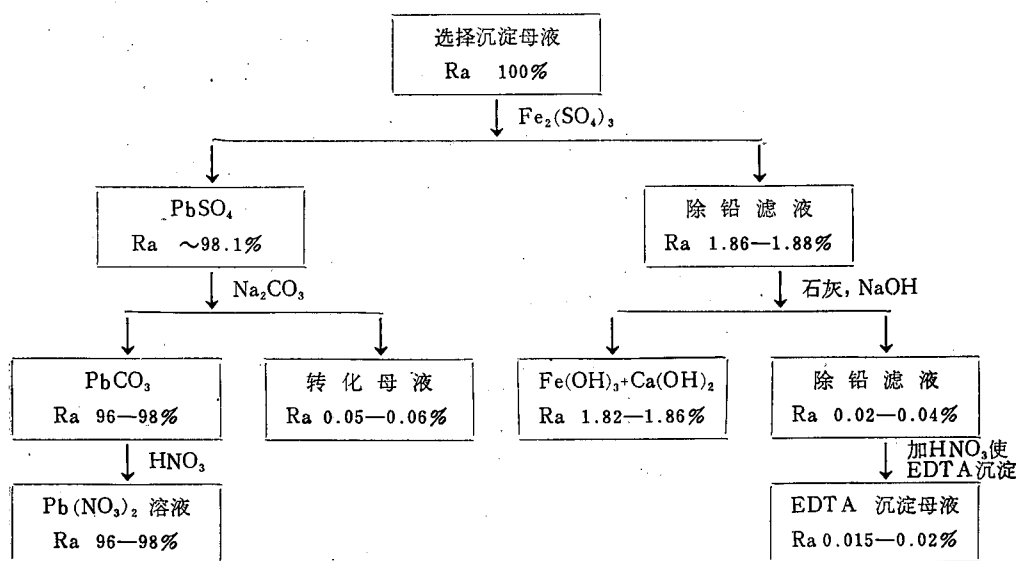
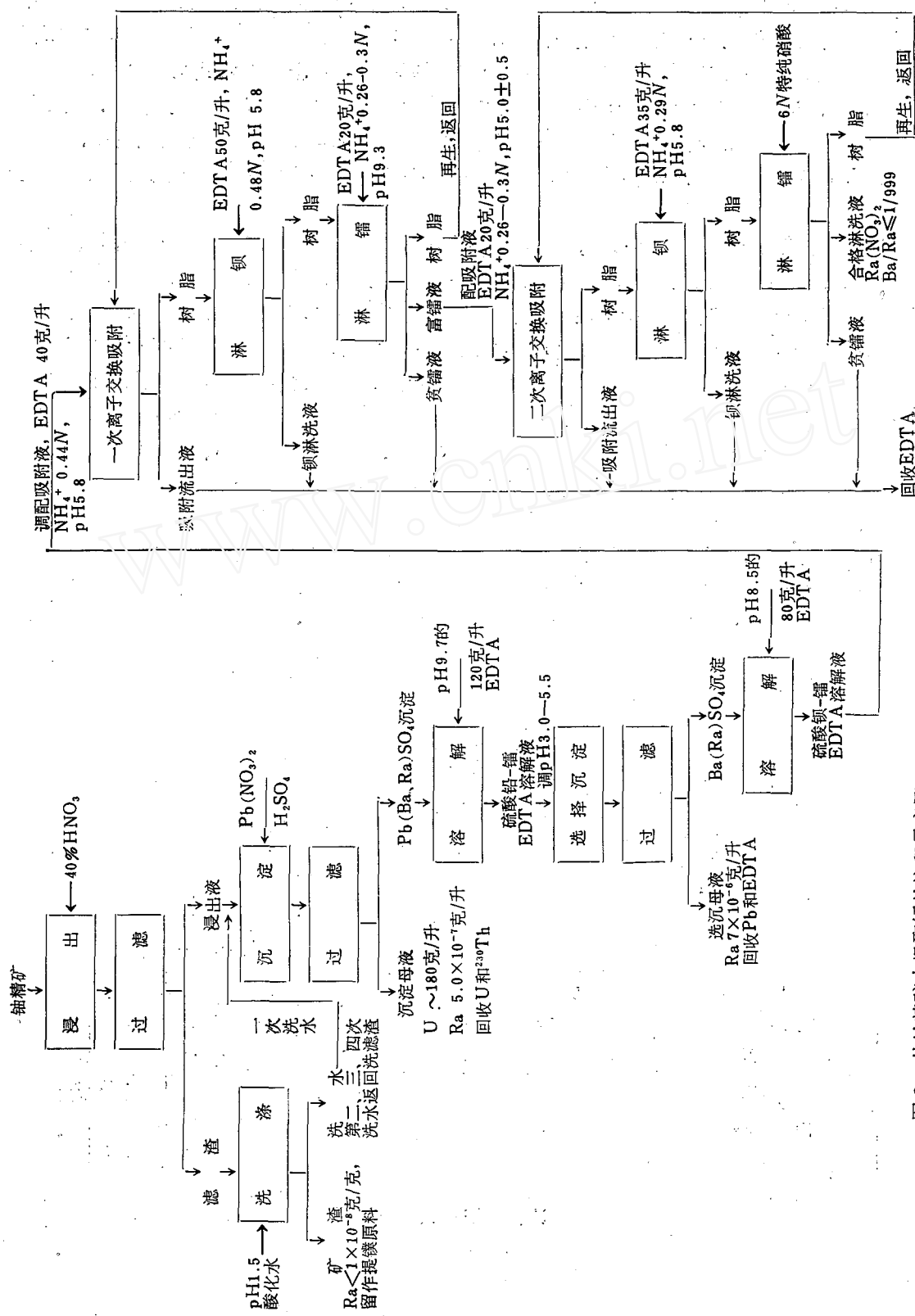


图 1 试剂回收过程中镭的分配



结 论

经过浮选脱硫的铀精矿, 采用硝酸浸出-铅载体流程是适宜的。经过研究, 提出了图 2 所示的新流程。本流程具有工序少、生产周期短、试剂耗量少、产品纯度高和回收率高等优点。主要试剂(硝酸铅和 EDTA)可回收使用。

研究过程中, 得到杨承宗教授的热情关怀和指导; 徐运海、李宗平、郭英华、张麟呈、马贵利、尹连祥等参加了部份实验工作; 房延柱等合成了 SA110×8 阳离子交换树脂; 孙士英、徐莱丽、顾明杰、陈梅安承担样品的化学分析; 高维源、韩正云、顾漪漪等承担镭的分析; 张锐、顾一骝等承担样品的光谱分析; 关多元、蔡体衍等负责镭的流线监测, 在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] M. Curie, Radioactivité, St. Petersburg, 1912.
- [2] M. L. Salutsky et al., *J. Ind. Eng. Chem.*, **47**, 2182 (1955).
- [3] E. R. Tompkins, *J. Am. Chem. Soc.*, **70**, 3520 (1948).
- [4] W. H. Power et al., MLM-823 (1953).
- [5] В. Н. Лискорин и др., *Атом. Энер.*, **7**, 110 (1959).
- [6] Vitro Corp. of America, KLX-1223 (1952).
- [7] 李铭生等, 从铀精矿提取镭、铀工艺流程研究, 北京铀矿选冶研究所内部资料, 1966 年。
- [8] 赖绍春等, 镭纯化工艺研究, 北京铀矿选冶研究所内部资料, 1968 年。
- [9] И. Е. Старик, *Основы Радиохимии*, стр. 240—241, Наука, Ленинград, 1960.
- [10] M. Schinagawa et al., *Bull. Chem. Soc. Japan*, **31**, 166 (1958).
- [11] H. G. Petrow et al., *Anal. Chem.*, **32**, 926 (1960).
- [12] J. Sedlet, *Treatise on Analytical Chemistry*, Vol. **4**, pt. **I**, Interscience, New York, 1966.
- [13] A. C. Goldin, *Anal. Chem.*, **33**, 406 (1961).
- [14] W. H. Power et al., *Anal. Chem.*, **31**, 1077 (1959).
- [15] V. M. Vdovenko et al., *Analytical Chemistry of Radium*, John Wiley & Sons, New York, 1975, p. 116.
- [16] F. Nelson, *J. Chromatog.*, **16**, 403 (1964).

THE EXTRACTION OF RADIUM FROM URANIUM ORE CONCENTRATES USING LEAD AS THE CARRIER

CEN YUNHUA LU XIANGWEN WU XINGDE HUANG DAFENG
DONG LINGYING YU HUANZHANG LAI SHAOCHUN LI YOUSHUN

(Beijing Research Institute of Uranium Mineral Processing, Beijing)

ABSTRACT

The possibility for extracting radium from uranium ore concentrates using lead as the carrier has been studied. A process is being developed and demonstrated on a laboratory scale. Uranium ore concentrates are attacked with 40% nitric acid. Pb (Ra) SO₄ is precipi-

tated by adding lead and sulfuric acid, which is then dissolved in a 120 g/l solution of EDTA having pH 9.7. The acidity of this solution is adjusted to a pH of 4, and radium is coprecipitated from the solution with barium sulfate. The later is completely dissolved in a 80 g/l solution of EDTA having pH8.5. The solution is acidified and used as the starting solution for ion-exchange separation.

The influence of the NH_4^+ concentration on the separation of radium from barium has been investigated. With this in mind, the optimum condition for the separation can be chosen. The pure solution of radium is obtained by only two successive ion-exchange chromatographic separation steps. The radium concentration in the portion of the eluate containing radium is 210—245 mg/l, but that of barium is 0.12—0.22 mg/l. The overall yield of radium is higher than 84%. EDTA and $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ can be regenerated and returned to the process.

更 正 本刊1981年第1期第1页作者“石孝明*”应为“石明孝*”。