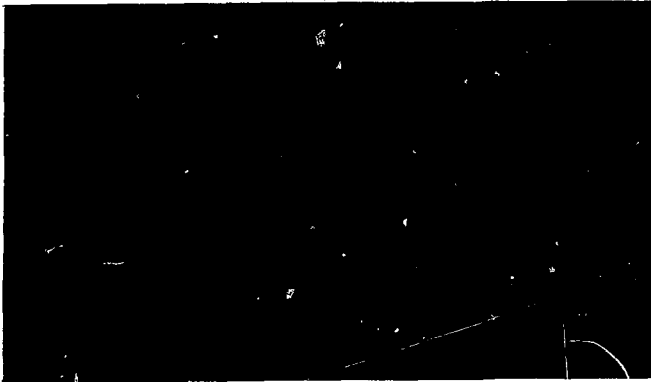


NRCN-433

INIS DOCUMENT
TRN *IL 7701123*



הוועדה לאנרגיה אטומית, קריה לטחור גרעיני-נוב
ISRAEL ATOMIC ENERGY COMMISSION, NUCLEAR RESEARCH CENTRE - NRCN



LEGAL NOTICE

This publication is issued by the Nuclear Research Centre - Negev, Israel Atomic Energy Commission. Neither the Nuclear Research Centre - Negev, nor its contractors, nor any person acting on their behalf or on behalf of the Israel Atomic Energy Commission

make any warranty or representation, express or implied, with respect to the accuracy, completeness, or usefulness of the information contained in this publication, or that the use of any information, apparatus, method or process disclosed in this publication will not infringe upon privately owned rights, or

assume any liability with respect to the use of, or for damages resulting from the use of any information, apparatus, method or process disclosed in this publication.

Mention of commercial products, their manufacturers, or their suppliers in this publication does not imply or connote approval or disapproval of the products by the Nuclear Research Centre - Negev or by the Israel Atomic Energy Commission.

This publication and more information about its subject matter may be obtained at the following address:

Scientific and Technical Information Department
Nuclear Research Centre - Negev
P. O. Box 9007,
84 190 Beer-Sheva, ISRAEL

הודעה משפטית

פרסום זה מתאם לאור עלייתו הקריה למחקר גרעיני - נגב, הוועדה לאנרגיה אטומית של ישראל.

הקריה למחקר גרעיני - נגב והממלאים מטעמה או משמה, או מטעם הוועדה לאנרגיה אטומית של ישראל או בשמה

אינם אחראים או ערבים, אחריות או ערבות כלשהי, במפורש או שלא במפורש, ליוק, לשלמות ולשימוש מושיות של המידע הכלול בפרסום זה או לכך ששימוש בכל מידע, מכשיר, שיטה או תהליך הנוון בפרסום זה לא יפגע בזכויות פרטיות של אחרים,

ואינם מקבלים על עצמם כל החייבות בגין חישימוש או נזקי השימוש בכל מידע, מכשיר, שיטה או תהליך הנוון בפרסום זה.

הזיון של מוצרים מסחריים, של יצרנים או של ספקיהם בפרסום זה איך משטעו אישור הוועדה עלייתו הקריה למחקר גרעיני - נגב או עלייתו הוועדה לאנרגיה אטומית של ישראל.

ניתן להשיג את הפרסום הזה וכן מידע נוסף בנושא הפרסום על ידי מניית כתובת:

יחידת המידע
הקריה למחקר גרעיני - נגב (מפיץ)
ת"ד 9007,
באר שבע 84 190

קביעת תכולת האורניום בסלעי פוספט:
מיצוי וקביעה ספקטרופוטומטרית בעזרת
ארסנאזו I בתוך ממש אורגני

ר' לוי, ש' רונן

אדר תשל"ז - מרס 1977

(English title and abstract included)

תקציר

מתוארת שיטה לקביעה ספקטרופוטומטרית של אורניום (VI), בנוכחות יסודות שונים, על-ידי מיצוי עם (TOPO) trioctylphosphine oxide 0.1M המומס בציקלוהכסן מחוץ חומצה חנקתית 1.5M. פיתוח הצבע מבוצע ישירות בתוך הפזה האורגנית על-ידי ארסנאזו I (Arsenazo I). הבליעה האופטית נמדדת באורך-גל של 600 nm. הפרעות הנגרמות על-ידי יסודות נלווים ניתן לבטל על-ידי חיזור בעזרת חומצה אסקורבית ועל-ידי מיסוך באמצעות נתרן פלואורי. שיטה זו מאפשרת את קביעת תכולת האורניום, בתחום 20 עד 200 מיקרוגרם, בסלעי פוספט המכילים עד ל-1 גרם $(\text{PO}_4)^{3-}$.

NRCN-433

(full text in Hebrew)

DETERMINATION OF THE URANIUM CONTENT OF PHOSPHATE ROCKS:
EXTRACTION AND SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION BY ARSENAZO I IN ORGANIC SOLVENT

Reuben LEVIN and Sasson RONEN

March 1977

ABSTRACT

A method is described for the spectrophotometric determination of uranium (VI) in the presence of various elements by extraction with 0.1M trioctylphosphine oxide (TOPO) dissolved in cyclohexane from 1.5M nitric acid. The colour is developed directly in the organic phase using Arsenazo I. The optical absorbance is measured at a wavelength of 600 nm. Possible interferences of accompanying elements can be eliminated by reduction with ascorbic acid and by screening with sodium fluoride. This method allows the determination of any uranium content, in the 20 to 200 μg range, of phosphate rocks containing up to 1 g $(\text{PO}_4)^{3-}$.

1 מבוא

המקור החשוב היחיד להפקת אורניום בישראל היא סלע הפוספט. התכולה הממוצעת של אורניום בסלע פוספט בישראל נעה בין 100 ובין 170 חל"מ, בהתאם למיקום המרבץ. אירניום מופק כתוצר לוואי בתהליך ייצור החומצה הזרחתית. דרושה לפיכך שיטה מתאימה לקביעת תכולת האורניום בסלעי פוספט.

בספרות מופיעות שיטות ספקטרוֹפֿוטֿימטריות רבות לקביעת תכולת אורניום, בנוכחות יסודות שונים, בעפרות. מבין המגיבים המוקובלים ליצירת קומפלקס צבעוני בזכיר את אלה: תיאוציאנט⁽¹⁾, אוקסינט, ארסנאזו I (Arsenazo I)⁽²⁾, וארסנאזו III (Arsenazo III)⁽³⁾. כדי לבטל, ככל האפשר, את הפרעתם של יסודות אחרים מקובל למצות את האורניום קודם קביעתו במספר עבודות השתמשו בליגנדים אויגנליים מומסים בממיסים שונים כמו למשל. $\text{tri-n-octylphosphine oxide}$ (TOPO) בקרוסן; tributylphosphate (TBP) במיטיל אובנזן⁽⁴⁻⁸⁾, או ב- $\text{methyl isobutylketon}$ ⁽⁹⁾. אחרי המיצוי לפזה אורגנית ממצים שוב לפזה המימית⁽¹⁰⁾, או מרחיקים את הממס האורגני על-ידי אידול⁽¹¹⁾, בזמן האחרון, פיתחו שיטות לקביעה ישירה של תכולת האורניום בפזה האורגנית ועל-ידי כך נעשה המיצוי החוזר מיותר. שיפור זה נובא לפישוט השיטה, לחיסכון בזמן ולהגברת הדיוק. בעבודות הראשונות שנעשו בכיוון זה, השתמשו ב- TBP כממצה וכפזה שבה פותח הקומפלקס הצבעוני, אלא שהשימוש ב- TBP למיצוי כמותי של האורניום מחייב שמירה על חומציות מסוימת של התמיסה המימית, והוספת מגיבים שונים לאותה מטרה⁽¹²⁾. נעשה שימוש גם ב- TOPO המומס בציקלוהכסן או בבנזן. במקרים אלה לא היה צורך בהמלחה או בחומציות מסוימת קבועה, כי מיצוי האורניום הוא כמיתי בתחום החומציות $0.5 \div 7M$ HCl או HNO_3 . הקביעה הספקטרוֹפֿוטֿומטרית של תכולת האורניום מבוצעת ישירות בפזה האורגנית על-ידי פיתוח הצבע בעזרת dibenzoylmethane (DBM)⁽¹³⁾, $\text{pyridyl-azo-naphthol}$ (PAN)⁽¹⁴⁾ או עזרת Arsenazo III, המגדיל את רגישות השיטה ומאפשר קביעת אורניום בנוכחות פלוטוניום⁽¹⁵⁾.

המוזכרות בספרות, וכנראה שהוא תערובת שמכילה גם ארסנאזו I ו-II. לפיכך השתמשנו בעבודה הנוכחית בארסנאזו I בשינויים המתאימים.

Vajgand - ו-Gal, Obrenovic-Paiigorić⁽¹⁶⁾ החכססו בשיטתם על "אפקט סינרגטי" של TBP ו-thenoyltrifluoroacetone כדי להגדיל יעילות המיצוי, וקבעו את האירניום בשיטה ספקטרופוטומטרית ישירות בפזה האורגנית באורך גל של 395 nm. בגלל הסלקטיביות הנמוכה של המיצוי, השיטה מתאימה לתהליך העיבוד מחדש (reprocessing) בלנדר, Florence, Johnson ו-Farrar⁽¹⁷⁾ השתמשו ב-2-(2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol (PADAP) למיצוי וקביעת אורניום ומאוחר יותר Florence ו-Farrar⁽¹⁸⁾ פיתחו שיטה לקביעת אורניום בעפרות בעזרת PADAP. Pakalns ו-McAllister⁽¹⁹⁾ וכן Ashbrook⁽²⁰⁾ פרסמו שיטה לקביעת אורניום בעזרת bromo-PADAP. בשיטה זו קבלנו תוצאות טובות בפזה מימית אבל בפזה אורגנית הקומפלקס לא היה מספיק יציב. Emura⁽²¹⁾ קבע אורניום בפזה אורגנית של TBP בעזרת ארסנאזו III, בתערובת הממיסים דודקן-צלוסולב-מים. שיטה זו לא התאימה לנו בגלל הפרעת פוספט במיצוי עם TBP. בשיטה שפיתחו Fukamachi וחבריו⁽²²⁾, קבעו אורניום עם ארסנאזו III בפזה אורגנית יחד עם מלח אמון רבעוני. גם שיטה זו לא התאימה לנו מסיבות דומות לקודמת, בנוסף להפרעה הנגרמת על-ידי תוריום ומוליבדן.

2 ריאגנטים

השתמשנו בריאגנטים הבאים (בדרגת ניקיון אנליטי) ובממיסים ללא זיקוק מוקדם:

(א) תמיסת trioctylphosphine oxide (TOPO) 0.1M בציקלוהכסן.

ממיסים 39 גרם TOPO בתוך 1 ליטר ציקלוהכסן.

(ב) חומצה חנקתית מהולה HNO_3 (1 נפח חומצה ל-2 נפחים מים).

(ג) חומצה אסקורבית - 15% תמיסה מימית.

(ד) נתרן פלואורי NaF - 4% תמיסה מימית.

(ה) תמיסה סטנדרטית של אורניום המכילה $20 \mu\text{g/ml}$.

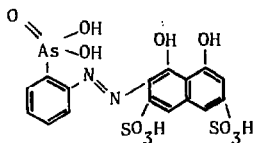
(ו) תערובת ממיסים.

מערכבים בוטיל-גלוסולב (2-butoxy ethanol; ethylene glycol monobutyl ether)

אתנול וטריאתנול-אמין ביחסים 3:2:1, בהתאמה, ומוסיפים 1.5 מ"ל HNO_3 1N לכל

נפח של 250 מ"ל מהתמיסה. משהים למשך ארבע שעות לפחות לפני השימוש.

(ז) ארסנאזו I (Arsenazo I) - 0.125%.



שוקלים 0.125 גרם חומר, מוסיפים 1.5 מ"ל מים מזוקקים וכותשים את הגרגרים

לאבקה דקה. מוסיפים 25 מ"ל טרי-אתנולאמין. לאחר ערבוב מוסיפים 75 מ"ל

בוטיל-גלוסולוב, ומערכבים היטב. המגיב יציב במשך שבועיים (יש לשמור אוחד

במקום חשוך). כניר, כי בגלל התיישנות התמיסה, יש לקבוע את שיפוע עקומת

הכילול יחד עם מדידות הדוגמה.

3 הנוהל האנליטי3.1 הכנת עקומת כירל

- (א) לתוך 5 משפכים מפרידים בנפח 60 מ"ל כ"א, מעבירים מנה מדודה של 0; 2.0; 4.0; 6.0 ו- 8.0 מ"ל תמיסה סטנדרטית של אורניום [2(ה)], בהתאמה.
- (ב) מוסיפים במשורה 7 מ"ל חומצה חנקתית מהולה [2(ב)], ומשלימים לנפח הכללי של 25 מ"ל בתוספת מים מזוקקים.
- (ג) מוסיפים 10 מ"ל TOPO [2(א)], ומנערים 3 דקות (או 15 דקות במטלטלת). משהים להפרדה טובה של הפזות (15 עד 30 דקות, לקבלת פזה אורגנית צלולה). מרחיקים את הפזה החלמית.
- (ד) שוטפים את הפזה האורגנית ב- 25 מ"ל מים מזוקקים על-ידי נייעור במשך דקה אחת. אחרי הפרדת פזות טובה מרחיקים את הפזה המימית.
- (ה) מעבירים מנה מדודה של 4.0 מ"ל מהפזה האורגנית לבקבוק כירל של 10 מ"ל (יבש או שטוף פעמיים בכוהל). מוסיפים 3 מ"ל של תערובת הממיסים [2(ו)], ומערבבים. מוסיפים 2 מ"ל תמיסת ארסנאזו I [2(ז)] וממלאים באתנול עד קו הסימון. מערבבים היטב.
- (ו) מודדים את הבליעה האופטית אחרי 20 דקות (ולא מאוחר מ- 40 דקות) באורך גל של 600 nm לעומת תמיסת סרק (blank) בתאים בני 10 מ"מ

3.2 שיטת יוקביעה

- (א) שוקלים לתוך כוס של 100 מ"ל עד 1 גרם של סלע פוספט, מוסיפים 10 מ"ל חומצה חנקתית מרוכזת ומחממים. אחרי המסת רוב החומר מוסיפים שתי טיפות מי ברום, כדי להבטיח ערכיות גבוהה של האורניום. מרתיחים את התמיסה להרחקת הברום ומאידים עד לנפח של כ- 5 מ"ל. סותרים עם אמוניה עד לסכיבה כמעט ניוטרלית.
- (ב) מוסיפים 7 מ"ל חומצה חנקתית מהולה [2(ב)].

- (ג) את יוני היסודות הנלווים, כלומר, ונדיום (V), ברזל (III) וכרום (VI), מחזרים על-ידי הוספת 5 מ"ל חומצה אסקורבית [2(ג)]. ההפרעות הנגרמות על-ידי יוני תוריום, צירקוניום, טיטניום ומוליבדן נמנעות על-ידי הוספת 5 מ"ל תמיסת נתרן פלואורי[2(ר)]. מערבבים ומעבירים למשפך מפריד כנפח 60 מ"ל ומשלימים את נפח התמיסה ל- 25 מ"ל במים מזוקקים.
- (ד) מוסיפים 10 מ"ל TOPO [2(א)], מנערים כפי שמתואר בסעיף 1.3, שלב (ג) אחרי הפרדה טובה של הפזות מרחיקים את הפזה המימית הערה: אם הוצר מטקע, שוטפים את הפזה האורגנית בתמיסת חומצת, והשכילה נהרף פלואוריד, לפני שמשיכים לפי השלב הבא
- (ה) שוטפים את הפזה האורגנית ב- 25 מ"ל חומצה חנקתית, 1+1.5N על-ידי נייעור במשך דקה אחרי הפרדת פזות טובה מרחיקים את הפזה המימית
- (ו) שוטפים את הפזה האורגנית ב- 25 מ"ל מים מזוקקים, על-ידי נייעור במשך דקה ואחרי הפרדת פזות טובה מרחיקים את הפזה המימית
- (ז) מעבירים מנה מדודה של 4.0 מ"ל מהפזה האורגנית לבקבוק כיוול של 10 מ"ל (יבש או שטוף פעמיים בכיהל). מוסיפים 3 מ"ל של תערובת הממיסים [2(ו)] ומערבבים מוסיפים 2 מ"ל תמיסת ארסנאזר I [2(ז)] וממלאים באתנול עד קו הסימון. מערבבים היטב.
- (ח) מודדים את הצפיפות האופטית לאחר 20 דקות (ולא יאוחר מ- 40 רגוע) באורך גל של 600 nm לעומת תמיסת טרק (blank) בהאים בני 10 מ"מ

4 דיון4.1 סדר הוספת המגיבים

את החומצה האסקורבית יש להוסיף לאחר הוספת חומצה חנקתית, אחרת קיים חשש שחלק מהאורניום יתחזר, נתרן פלואורי יש להוסיף לאחר הוספת החימצה האסקורבית, אחרת הברזל הקשור לפלואור יתחזר בקושי רב, הוספת תמיסת ארסנאזו I ל-TOPO לפני תעריכת הממיסים, גורמת לקבלת בליעה אופטית נמוכה מהרגיל (ראה טבלה 1),

טבלה 1 השפעת סדר הוספת ארסנאזו I על גרף הכיול של אורניום (בתמיסה המכילה $38 \mu\text{g}(U)/\text{ml}$).

בליעה אופטית (absorbance)		נפח תמיסת האורניום (מ"ל)
עבור הוספת ארסנאזו I		
אחרי	לפני	
הוספת תערובת הממיסים ל-TOPO		
0,180	0,170	1
0,360	0,295	2
0,532	0,445	3
0,885	0,755	5

4.2 הפרעות בקביעת האורניום

יחד עם אורניום ממצים כפזה האורגנית גם את היוניס הבאים (אם כי לא כולם באופן כמותי): זהב, ביסמות(III), כרום(VI), הפניום(IV), מוליבדן(VI), אנטימון(III), ביריל(II), בדיל(IV), טנטלום(IV), טיטניום(IV), ונדיום(VI), צירקוניום(IV), ברזל(II). השפעתם של 25 מ"ג כרום, 25 מ"ג ונריום ו-200 מ"ג ברזל ניתנת לביטול על-ידי חיזורים בעזרת חומצה אסקורבית. כמו כן ניתן לבטל את ההפרעה הנגרמת על-ידי 25 מ"ג טנטלום, 25 מ"ג צירקוניום, 10 מ"ג טיטניום ו-10 מ"ג מוליבדן על-ידי הוספת נתרן פלואורי. טנטלום וצירקוניום מעל ל-5 מ"ג יוצרים פלואורידים קשי-תמס לאחר הוספת נתרן פלואורי. במקרים אלו נחוצה לפני השטיפות הרגילות שטיפה של הפזה האורגנית לאחר המיצוי בחומצה מהולה המכילה נתרן פלואורי.

נוכחות פוספט בכמות העולה על 1 גרם או נתרן פלואורי מעל ל-0.3 גרם מחייבים הוספת 1 גרם אלומיניום ביטרט למניעת הפרעות. חומצה אסקורבית מקטינה את הצפיפות האופטית של אורניום בפזה האורגנית. השפעה זו מתבטלת על-ידי שטיפה ב-TOPO אחרי המיצוי בחומצה חנקתית מהולה $1 \pm 1.5N$, ושטיפה במים לפני מדידת הצפיפות האופטית (ראה טבלה 2).

טבלה 2 השפעת השטיפה בחומצה חנקתית מהולה על גרף הכיול של אורניום (בתמיסה

המכילה $38 \mu g(U)/ml$).

בליעה אופטית (absorbance) עבור הוספת חומצה אסקורבית		נפח המיסת האורניום (מ"ל)
ושטיפה במים	ושטיפה בחומצה חנקתית מהולה, אחריה שטיפה במים	
0.180	0.155	1
0.360	0.295	2
0.532	0.460	3
0.885	0.770	5

4.3 השפעת כמות הפוספט על יעילות מיצוי האורניום

ירוע מהספרות כי פוספט מעכב את מיצוי האורניום. ההשפעה הזאת נבדקה, ונמצא שכמות כוללת של פוספט עד 1 גרם מאפשרת קביעת תכולת אורניום ללא הפרעה (ראה טבלה 3).

טבלה 3 השפעת תכולת הפוספט על הבליעה האופטית ועל-יעילות המיצוי של אורניום.

יעילות המיצוי (%)	בליעה אופטית	תכולת $(PO_4)^{3-}$ (גרם)
100	0,190	0
100	0,190	0,25
100	0,190	0,5
98	0,186	1,0
90	0,170	1,5

4.4 החומציות האופטימלית למיצוי האורניום

מיצוי כמותי של אורניום, בעזרת TOPO בציקלוהקסן, אפשרי מתמיסות חומצה חנקתית כריכוזים מ-0.5N עד 3N. כשיטה המוצעת, הריכוז האופטימלי של חומצה חנקתית נע בתחום $1.2 \div 1.7N$. בתמיסות בעלות חומציות נמוכה יותר, האורניום עלול להתחזר בחלקו על-ידי חומצה אסקורבית, ויילו בתמיסות בעלות ריכוז-חומצה גבוה יותר, החומצה האסקורבית, עלולה להרפק,

4.5 השפעת ריכוז TOPO על יעילות המיצוי

הגתונים כטבלה מראים שמיצוי אופטימלי של אורניום בכמות עד $200 \mu g$ מתחיל מריכוז TOPO 0.075M מומס בציקלוהקסן, כדי שלא להימצא בגבול האופטימליות החלטנו להשתמש בתמיסת TOPO בעלת ריכוז 0.1M.

1. Introduction

A model for the pressure dissociation of molecular hydrogen was described in Part I of this work⁽¹⁾, which includes spin dependent atom-atom interaction, and results of Monte Carlo calculations were reported therein. The particles interact with each other through hard sphere potentials. Earlier work of these authors has presented a simplified model in which singlet and triplet atom-atom interactions were averaged in accordance with a certain prescription, and Monte Carlo⁽²⁾ and approximate analytic⁽³⁾ results were reported.

This paper deals with approximations of the model described in Part I which enable to perform simple analytic calculations. Based on the demonstrated ability of the van der Waals one-fluid theory of mixtures of hard spheres (vdW1) to reproduce Monte Carlo dissociation results of our earlier model⁽³⁾, we have chosen the same theory in this instance. As will be seen, however, the agreement in this case is less spectacular due, in particular, to substantial complications introduced in the model by separate consideration of singlet and triplet atom-atom interactions. This certainly leaves room for profitable testing of other theories of mixtures against the Monte Carlo dissociation results. The Leonard - Henderson - Barker (LHB) second order perturbation theory⁽⁴⁾, for example, is also known to agree very well with Monte Carlo calculations for mixtures of hard spheres. It is however much more involved computationally, and it would certainly be of interest to test it at a later stage. We have also tested the first-order perturbation theory for mixtures of hard spheres⁽⁵⁾ which is computationally simple but disagrees completely with the Monte Carlo results.

טבלה 5 השפעת כמות הטריאתנול-אמין (בבקבוק כיוול של 10 מ"ל) על

הכליעה האופטית של אורניום (בכמות 20.9 g).

נפח טריאתנול-אמין בליעה אופטית	
(מ"ל)	
עכירות	1,75
0,870	2,00
0,810	2,25
0,750	2,50
0,710	2,75
שתי פזות	3,00

4,8 השפעת מים וחומצה חנקתית על פיתוח צבע

השיטה רגישה מאד לשינויים בכמות המים ושינויים בריכוז החומצה. הוספת 0.1 מ"ל מים לתמיסה בה נעשה פיתוח הצבע גורמת להקטנת הכליעה האופטית, לתמיסה מסויימת היתה בליעה אופטית של 0,770. באותה תמיסה, אחרי הוספת 0.1 מ"ל מים, ירדה הכליעה האופטית ל-0.650 ותופעה זו חזרה על עצמה מספר פעמים. מסיבה זו יש, איפוא, לייבש בקפדנות את בקבוקי הכיוול של 10 מ"ל המשמשים לפיתוח הצבע. הייבוש נעשה בתנור או על-ידי שתי שטיפות עם אתנול וייבוש באויר.

כמות החומצה הננקתת: הדרושה תלוייה באיזון עם טריאתנול-אמין עודף חומצה מחד גיסא, או עורף אמין מאידך גיסא, גורמים להפרת תנאי הפרוטונציה הדרושים לפיתוח צבע של קומפלקס האורניום, כמות בלתי מבוקרת של חומצה יכולה להיסחף עם תמיסת TOPO.

מיצוי האורניום נעשה מתמיסות חומציות, יכידוע, כמות גדולה של חומצה עוברת לפזה האורגנית, אי-שטיפה או שטיפה בלתי מספקת של הפזה האורגנית במים מזוקקים, יכולה בחחלט לגרום לעודף לא רצוי של חומצה חנקתית, הפרדת פזות לא מושלמת אחרי השטיפה, יכולה לגרום למעבר של ניפות מים יחד עם המנה המיועדת לפיתוח צבע ולגרום להפרעה הנ"ל.

Referencesסימוכין

1. O. A. Nietzel and M. A. De Sesa, "Spectrophotometric determination of uranium with thiocyanate in butyl cellosolve - methyl isobutyl ketone - water medium", *Anal. Chem.* 29, 756-9 (1957).
2. A. L. Henicksman and A. D. Hues, *The Spectrophotometric Determination of Uranium Using Arsenazo*, LA-3103, Los Alamos Scientific Laboratory, 31 July 1964.
3. A. A. Nemodruk and L. P. Glukhova, "The interaction of uranium (VI) with Arsenazo III in strongly acid solutions", *Zh. Analit. Khim* 18, 93-8 (1963).
4. C. A. Blake, K. B. Brown, and C. F. Coleman, *Solvent Extraction of Uranium (and Vanadium) from Acid Liquors with Trialkylphosphine Oxides*, ORNL-1964, Oak Ridge National Laboratory, 26 August 1955.
5. C. K. Mann and J. C. White, "Extraction of chromium with trioctylphosphine oxide from acidic solutions of alkali metal salts - determination in situ as chromium diphenylcarbazide complex", *Anal. Chem.* 30, 989-92 (1958).
6. J. W. Ross (distributed by J. C. White), *Direct spectrophotometric Determination of Uranium in Cyclohexane Solutions of Tri-n-Octylphosphine Oxide*, CF-59-4-100, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee, 21 April 1959.
7. J. C. White, *The Use of Trialkyl Phosphine Oxides as Extractants in the Fluorometric Determination of Uranium*, ORNL-2161, Oak Ridge National Laboratory, 1956.
8. J. C. White and W. J. Ross, *Separations by Solvent Extraction with Tri-n-Octylphosphine Oxide*, NAS-NS 3102, National Academy of Sciences-National Research Council (USA), 8 February 1961.
9. N. Ichinose, "Studies on the extraction and determination of metal salts with isobutyl methyl ketone - XIII. Extraction of thorium and uranium", *Talanta* 18, 21-6 (1971).

10. N. Ichinose, "Extraction and determination of metal salts with methyl isobutyl ketone. XV. Spectrophotometric determination of trace amounts of uranium in thorium dioxide with Arsenzo III", *Z. Anal. Chem.* 255, 109-13 (1971).
11. J. H. Yoe, F. Will, III, and R. A. Black, "Colorimetric determination of uranium with dibenzoylmethane", *Anal. Chem.* 25, 1200-4 (1953).
12. B. E. Paige, M. C. Elliott, and J. E. Rein, "Ultraviolet Spectrophotometric determination of uranium", *Anal. Chem.* 29, 1029-32 (1957).
13. C. A. Horton and J. C. White, "Separation of uranium by solvent extraction with tri-n-octylphosphine oxide-direct colorimetric determination with dibenzoylmethane", *Anal. Chem.* 30, 1779-84 (1958).
14. R. J. Baltisberger, "Separation and determination of trace quantities of uranium in presence of plutonium", *Anal. Chem.* 36, 2369-70 (1964).
15. J. A. Pérez-Bustamante and F. Palomares-Delgado, "The extraction and spectrophotometric determination of hexavalent uranium with Arsenzo III in aqueous-organic media", *Analyst* 96, 407-22 (1971).
16. I. Obrenovic-Paligoric, I. J. Gal, and V. Vajgand, "Spectrophotometric determination of uranium in organic solutions of tributyl phosphate", *Anal. Chim. Acta* 40, 534-7 (1968).
17. T. M. Florence, D. A. Johnson, and Y. J. Farrar, "Spectrophotometric determination of uranium(VI) with 2-(2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol", *Anal. Chem.* 41, 1652-4 (1969).
18. T. M. Florence and Y. J. Farrar, "Rapid spectrophotometric determination of uranium in ores", *Anal. Chem.* 42, 271-3 (1970).
19. P. Pakalns and B. R. McAllister, "Spectrophotometric determination of uranium in selective organic extractants with 2-(5-bromo-2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol", *Anal. Chim. Acta* 62, 207-9 (1972).

20. A. W. Ashbrook, *The Spectrophotometric Determination of Uranium in Ores, Residues and Other Materials*, Mines Branch Information Circular IC 266, Department of Energy, Mines and Resources, Ottawa (Canada), May 1971.
21. S. Emura, "A direct spectrophotometric determination of uranium in organic solutions of tri-n-butyl phosphate with Arsenazo III", *Japan Analyst* 19, 637-42 (1970) (in Japanese).
22. K. Fukamachi, H. Kohara, and N. Ishibashi, "Spectrophotometric determination of uranium-(VI) by extraction of uranium (VI)-Arsenazo III complex with quaternary ammonium chloride", *Japan Analyst* 21, 1165-9 (1972) (in Japanese).

בהוצאת מהיל - פרטומים