

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Le présent document a pour objet la description d'une méthode de dosage du ruthénium dans l'uranium et ses composés.

La méthode est applicable aux teneurs supérieures à 0,1 ppm par rapport à l'uranium.

PRINCIPE

Mise en solution sulfurique et ajout de palladium qui servira d'étalon interne. Séparation du ruthénium précipité, en présence d'or, par réduction par le zinc. Calcination du précipité.

Excitation par un arc continu. Enregistrement photographique.

APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et de spectrographie d'émission.

Source de courant continu sous 250 V dont l'intensité réglable peut atteindre 20 A.

Spectrographe stigmatique.

Porte-électrodes équipé d'un dispositif d'arrivée de gaz autour des électrodes.

Spectroprojecteur, densitomètre ...

ELECTRODES

Les électrodes sont en graphite de grande pureté. Les anodes présentent une cavité de diamètre 5 mm et de profondeur 2 mm.

REACTIFS

- 1 - Acide chlorhydrique, $d \approx 1,19$.
- 2 - Acide chlorhydrique environ 0,1 M (2%).
- 3 - Acide nitrique, $d \approx 1,40$.
- 4 - Acide sulfurique, $d \approx 1,83$

- 5 - Solution d'or : Dissoudre 2,5 g d'or dans un mélange de 3 ml d'acide nitrique (3), 18 ml d'acide chlorhydrique (1) et 9 ml d'eau. Evaporer au bain-marie jusqu'à consistance sirupeuse. Trois fois de suite : ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (1) et refaire la même évaporation; dans le cas de précipitation, ajouter quelques cristaux de chlorate de sodium pour redissoudre. Finalement, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (1) et compléter le volume à 250 ml avec de l'eau, dans une fiole jaugée.
- 6 - Solution nitrique de palladium contenant 3 mg de palladium par millilitre.
- 7 - Zinc en poudre (diamètre des grains < 1 mm).
- 8 - Chlorure de ruthénium très pur, solution aqueuse dont la teneur en ruthénium est connue.

TRAITEMENT DES ECHANTILLONS

Peser exactement une masse d'échantillon contenant 3 g d'uranium environ.

Mettre ce prélèvement dans un bécher de 250 ml, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (1) et 2 ml d'acide nitrique (3).

Après l'attaque, ajouter 2 ml de solution de palladium (6).

Evaporer jusqu'à siccité sur un bain-marie, laisser refroidir et reprendre par 7 ml d'acide sulfurique (4).

Chauffer jusqu'à dégagement abondant de fumées blanches, laisser refroidir et ajouter 50 ml d'eau.

Ajouter 1,5 ml de solution d'or (5) et compléter le volume à 125 ml avec de l'eau.

Ajouter 2 g de zinc ce qui donne une coloration verte et laisser reposer pendant une nuit.

Filtrer sur un papier à filtration lente.

Laver abondamment avec de l'acide chlorhydrique 0,1 M (2), pour éliminer la totalité du zinc et de l'uranium.

Placer le filtre dans un creuset de porcelaine ou de silice vitrifiée. Sécher à l'étuve.

Mettre le creuset dans un four à 350°C. Après carbonisation du papier, monter la température à 500°C et calciner pendant deux heures.

Laisser refroidir dans un dessiccateur.

Broyer le résidu calciné avec une baguette de graphite qui servira ensuite de contre-électrode. Mettre la totalité du résidu broyé dans la cavité de l'électrode.

PREPARATION DES ETALONS

Peser exactement quatre masses d'uranium exempt de ruthénium égales à 3 g.

Mettre ces masses d'uranium dans quatre béchers de 250 ml puis ajouter respectivement dans ces béchers une quantité de solution de chlorure de ruthénium représentant 0,1 - 1 - 3 - 10 ppm de ruthénium par rapport à l'uranium. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (1) et 2 ml d'acide nitrique (3) et continuer de la manière indiquée pour le traitement des échantillons.

CONDITIONS SPECTROGRAPHIQUES

Arc à courant continu, intensité à l'amorçage : 11 A.

Atmosphère argon-oxygène entre les électrodes : deux litres d'argon et quatre litres d'oxygène par minute.

Pose : 30 secondes sans flambage préalable.

Raies d'analyse : Ru 342,83 et 372,80 nm

Raies de référence : Pd 328,73 et 371,89 nm

REMARQUE

La méthode permet également les dosages de l'iridium, du palladium, du platine et du rhodium.