

KZ 9600102



KZ9600102



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) KZ (C) (11) 687
(SI)⁵ G01N 1/28

НАЦИОНАЛЬНОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО ПРИ КАБИНЕТЕ МИНИСТРОВ
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

- (24) 26.10.93
- (60) 14.11.88, 1591639 (SU)
- (46) 15.03.94, Бюл. № 1
- (72) Л.И.Фурса и Н.А.Белякевич
- (53) 543.062 (088.8)
- (73) Производственное объединение "Ульбинский металлургический завод"
- (54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРАНА (VI) В ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОДУКТАХ
- (57) Предлагаемый способ относится к области аналитической химии, а именно к методам экстракционно-фотометрического анализа урана и может быть использовано для повышения воспроизводимости результатов анализа малых количеств урана (VI) в технологических продуктах. Из 15 см³ 1 М азотно-кислого раствора, содержащего 5-20 мкг

Изобретение относится к области аналитической химии, в частности к экстракционно-фотометрическим методам определения урана и может быть использовано для анализа малых количеств урана, в технологических продуктах, кеках.

Цель изобретения - повышение воспроизводимости результатов анализа за счет исключения образования эмульсий.

Пример. Из 15 см³ 1М азотно-кислого раствора, содержащего от 5 до 20 мкг урана, проводят экстракцию 15 см³ 0,2 М раствора гексабутилтрисамида (ГТБА) фосфорной кислоты в гексане в течение 0,5 мин.

После отстаивания в течение 1 мин нижний водный слой сливают и выбра-

2
урана, проводят экстракцию 15 см³ 0,2 М раствора гексабутилтрисамида фосфорной кислоты в гексане в течение 0,5 мин. После отстаивания смеси в течение 1 мин, нижний водный слой сливают, а органический промывают 10 см³ 1М раствора HNO₃, затем 10 см³ воды и 2 см³ 2%-ного водного раствора комплексона III и снова промывают 10 мл воды с pH = 2. Приливают хлороформ 2-5 мл и смесь 2 мл 0,1%-ного раствора арсеназо III и 10 см³ воды с pH = 2. Сливают водный раствор в мерную колбу и доливают водой с pH = 2 до метки и фотометрируют на СФ при λ = 650 нм; 1 = 5 см. 2 табл.

снимают, а органический промывают сначала 10 см³ 1М HNO₃ (встряхивание 3-5 с, отстаивание 0,5-1 мин), затем 10 см³ воды (pH около 2) и 2 см³ 2%-ного водного раствора комплексона III и далее третья промывка 10 см³ воды с pH около 2. После промывания в воронку приливают хлороформ в количестве 2-5 см³ и рекстрагируют уран из органического слоя раствором, приготовленным из 2 см³ 0,1% раствора арсеназо III и 10 см³ воды с pH около 2 в течение 1 мин. Оставляют раствор отстаиваться в течение 0,5 мин, сливают водный слой в мерную колбу вместимостью 25 см³, отмывая органическую фазу водой с pH около 2. Доводят объем раствора до метки этой же водой, перемешивают и фотометрируют

(19) KZ (C) (11) 687

POOR QUALITY ORIGINAL

на спектрофотометре при длине волны $\lambda = 650$ нм в кювете с толщиной, поглощающего слоя 5 см. Измерение оптической плотности проводят на фоне холостого раствора, проведенного через все стадии анализа. Содержание урана находят по градуировочному графику в мкг.

Для установления оптимального интервала соотношения хлороформа и гексана проведены эксперименты при интенсивном перемешивании фаз, результаты которых приведены в табл. 1.

Из табл. 1 следует, что оптимальным интервалом соотношения хлороформа и гексана является 1:3 - 1:7,5.

В табл. 2 приведены результаты, полученные при проведении резкстракции с добавлением хлороформа, показано относительное среднее квадратическое отклонение (S_r) в сопоставлении с S_r прототипа.

Таким образом, добавление хлороформа при резкстрации уранилнитрата в соотношения 1:3 - 1:7,5 к гексану позволяет улучшить воспроизводимость результатов путем исключения образования эмульсии при перемешивании фаз и механизировать процесс экстракции и резкстрации.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ определения урана (VI) в технологических продуктах, включающий экстракцию уранилнитрата раствором гексабутилтрисаида фосфорной кислоты в гексане, резкстракцию урана раствором арсеназо III при pH = 2 и последующее фотометрирование раствора, отличающийся тем, что, с целью повышения воспроизводимости результатов анализа за счет исключения образования эмульсий, при резкстрации урана добавляют хлороформ в объемном соотношении к гексану 1:(3,0-7,5).

Т а б л и ц а 1

№ пп	Соотношение хлороформа и гексана (объемное)	Наблюдения
1	1:30	Резкстракт мутный, органическая фаза вверху
2	1:15	То же
3	1:7,5	Резкстракт прозрачный, уравнивание фаз быстрое (примерно 15 с), органическая фаза вверху, окрашенный водный резкстракт внизу
4	1:5	То же
5	1:4	"
6	1:3	"
7	1:2,5	Нет четкой границы фаз, уравнивание фаз медленное, органическая фаза вверху, резкстракт прозрачный
8	1:2	Нет четкой границы фаз, уравнивание фаз медленное, произошло перемещение фаз: органическая фаза внизу, водная фаза - вверху.