

Determinación Espectrofotométrica de Micro-
cantidades de Uranio previa extracción con
Metilisobutilcetona-Fosfato de Tributilo

por

VERA PALOMINO, J. PALOMARES DELGADO, F.
PETREMENT, J. y FERNANDEZ CELLINI, R.

MADRID, 1962

Este trabajo ha sido presentado en la
Sesión Científica del día 7 de Marzo de 1960
de la Real Sociedad Española de Física y
Química.

Toda correspondencia en relación con
este trabajo debe dirigirse al Servicio de
Documentación Biblioteca y Publicaciones,
Junta de Energía Nuclear, Serrano 121,
Madrid, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben
dirigirse a este mismo Servicio.

I N D I C E .

	Pág.
1. INTRODUCCION	1
2. APARATOS Y REACTIVOS	2
3. ESTUDIO DE LA EXTRACCION DEL URANIO	3
3.1 Coeficiente de reparto en función de la concentración de TBP en la fase acuosa, sin emplear agente salino.	3
3.2 Influencia de la concentración de nitrato de aluminio en la fase acuosa a TBP constante.	4
3.3 Influencia de la concentración de fosfato de tributilo en la fase orgánica con cantidad constante de nitrato de aluminio	4
3.4 Condiciones óptimas para la extracción	5
4. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DEL URANIO EN FASE ORGANICA	6
4.1 Reactivo cromogénico	6
4.2 Espectro de absorción del complejo	6
4.3 Condiciones óptimas para el desarrollo del color	7
5. CALCULOS	7
5.1 Determinación del coeficiente de extinción del complejo dibenzoilmetano-uranio.	7
5.2 Cálculo de la precisión del método	10
5.3 Errores sistemáticos y variables del método	13
5.3.1 Elipse de confianza conjunta para la pendiente y ordenada en el origen.	13
5.3.2 Bandas de confianza para la línea de calibración	16
5.3.3 Interpretación de los resultados	17

	Pág.
5.4 Comparación del método del dibenzoilmetano con el del $\text{H}_2\text{C}_2\text{NaOH}$ (17)	17
6. ESTUDIO DE LAS INTERFERENCIAS	19
6.1 Interferencias de aniones	19
6.2 Interferencia de cationes	21
6.3 Interferencia del torio	21
7. APLICACION DEL METODO A LA DETERMINACION DE URANIO EN MINERALES	22
7.1 Modo de operar	22
7.2 Aplicación a minerales de distinta naturaleza	22
BIBLIOGRAFIA	24

DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DE MICROCANTIDADES DE
URANIO PREVIA EXTRACCION CON
METILISOBUTILCETONA - FOSFATO DE TRIBUTILO

Por

VERA PALCMINO, J., PALOMARES DELGADO, F., PETREMENT, J.
FERNANDEZ CELLINI, R.

1. INTRODUCCION

La extracción previa del uranio con disolventes orgánicos, como medio de separación de otros elementos, ha sido ampliamente utilizada. Entre los numerosos disolventes empleados como agentes de extracción, se encuentra el 8-quinolinol disuelto en cloroformo (1), éter (2), acetato de etilo (3), ácido dibutilfosfórico disuelto en tetracloruro de carbono (4), mezclas de fosfato de tributilo en exano (5), mezclas de acetato de etilo y fosfato de tributilo (6), acetato de etilo en dibenzoilmetano (7), etc. C.A. Nietzel y M.A. de Sesa (8) desarrollan un método colorimétrico basado en la extracción del uranio con metilisobutilcetona, empleando el nitrato de aluminio como agente salino, y posterior desarrollo del color con sulfocianuro amónico. A.R. Eberle y M.W. Lerner (9) extraen conjuntamente el torio y el uranio con una mezcla de fosfato de tributilo y metilisobutilcetona (1:1), separan el uranio con una solución de acetato amónico y una mezcla de 8-quinolinol al 1 por ciento de cloroformo, que sirve al mismo tiempo para su determinación colorimétrica. B.E. Paige, M.C. Elliott y J.E. Rein (10) determinan el uranio basándose en la absorción en el ultravioleta del complejo del U(VI) con el fosfato de tributilo a 250 mμ, utilizando el isooctano como diluyente. Carl A. Francois (11) utiliza una mezcla de fosfato de tributilo e isooctano para la extracción en presencia de nitrato de aluminio, y desarrollo posterior del color con dibenzoilmetano y piridina en medio acetona. A. Horton y J.C. White (12) resumen los distintos métodos empleados para la extracción del uranio con disolventes orgánicos y determinación espectrofotométrica.

ca final con dibenzoilmetano, y por su parte proponen la extracción en medio nítrico con tri-n-octilfosfina 0,1 M en ciclo-exano, que no requiere el empleo de agentes salinos, y desarrollan el color por adición de dibenzoilmetano y piridina en alcohol etílico. Glen L. Booman y col. (14) extraen el trinitrato de uranio-tetrapopilamonio con metilisobutilcetona de una solución salina de nitrato de aluminio y realizan la colorimetría con dibenzoilmetano en medio piridina-alcohol.

En el presente trabajo se examinan las condiciones óptimas de extracción del uranio con mezclas de fosfato de tributilo - metilisobutilcetona, empleando el nitrato de aluminio como agente salino. La determinación espectrofotométrica se realiza con dibenzoilmetano - piridina en medio alcoholico, estudiándose gran número de interferencias y la aplicación del método a la determinación de uranio en minerales de muy distinta naturaleza. Se compara con el método del carbonato sódico - hidróxido sódico - perhidrol (17) después de la separación del uranio con resinas de cambio iónico (Amberlita X-117) (18, 19). Se realizan algunos estudios estadísticos sobre la curva de calibración y errores del método.

2. APARATOS Y REACTIVOS

- Espectrofotómetro Beckman mod. B equipado con cubetas de 1 cm de paso de luz.

- pH-metro Beckman mod. GS

- Termostato con regulación de temperatura de $\pm 1^{\circ}\text{C}$

- Agitador mecánico

- Acido acético glacial p. a.

- Acido nítrico concentrado p. a.

- Hidróxido amónico concentrado p. a.

- Alcohol de 96,5° p. a.

- Acetona p. a.

- Dibenzoilmetano 1,3-difenil-1,3 propanodieno, Eastman Organic Chemicals.

- Piridina pura

- Metilisobutilcetona pura (M. I. C.)

- Fosfato de tributilo p. a. (T. B. P.)

- Disolución para la extracción : 10 volúmenes de MIC y 1 volumen de TBP.
- Disolución de complexona III p. a. al 10 % en agua
- Sulfito sódico p. a. : Disolución al 5 % en agua
- Acido tartárico p. a. : Disolución al 20 % en agua
- Disolución de nitrato de aluminio 1 g $(\text{NO}_3)_3\text{Al} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ / ml: Disolver 1000 g de $(\text{NO}_3)_3\text{Al} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ p. a. Probos en agua destilada y diluir a 1 litro.
- Disolución de púrpura de metacresol : 0,1 g de púrpura de metacresol se disuelven en 26,2 ml de NaOH 0.01 N y se diluye a 250 ml.
- Reactivo cromogénico : Disolver 0,3 g de dibenzoilmetano en 10 ml de acetona y mezclar con 890 ml de alcohol y 100 ml de piridina.

3. ESTUDIO DE LA EXTRACCION DEL URANIO

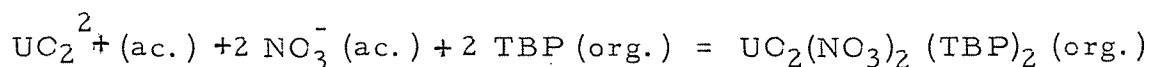
3.1 Coeficiente de reparto en función de la concentración de TBP en la fase acuosa, sin emplear agente salino

Para los ensayos siguientes se partió de una solución conteniendo 200 μg y la concentración de fosfato de tributilo en la fase orgánica se hizo variar desde 0 a 10 ml por cada 100 ml de MIC no empleándose agente salino.

El contenido en uranio de la fase acuosa se determinó según el procedimiento siguiente : En tubos graduados de 12 ml con tapón esmerilado de 135 x 15 mm se añade la solución problema, una gota de solución de púrpura de metacresol, dos gotas de solución de complexona III, una gota de ácido acético concentrado, dos gotas de solución de ácido tartárico, una gota de solución de sulfito sódico, cantidad suficiente de amoniaco para ajustar el pH al viraje del indicador, y solución de nitrato de aluminio, siendo el volumen total en todos los casos de 6 ml. Se añaden 2 ml de solución de extracción (MIC-TBP en distintas proporciones), realizándose la extracción con el aparato descrito en 4.4. durante 30 segundos. Después de separadas las dos fases, se toma 1 ml de la solución orgánica sobre un matraz aforado de 10 ml, completando hasta el enrase con la solución cromogénica. Se mide la absorción a 410 m μ en cubetas de 1 cm en el espectrofotómetro Beckman, frente a una solución preparada de forma similar a la descrita, pero que no contiene uranio. El uranio de la fase orgánica se determinó por método fluorimétrico.

De los resultados de la Fig. 3.1 se deduce que la extracción de uranio es despreciable en ausencia de nitrato de aluminio, puesto que al au

mentar la concentración de TBP en MIC, el valor del coeficiente de reparto, que al principio decrece rápidamente, se estabiliza con un valor próximo a $K=15$, al que corresponde sólo una extracción de uranio menor del 7 por ciento, lo que no puede atribuirse a un defecto de fosfato de tributilo, ya que según la ecuación.



para los 200 μg de U_3O_8 a extraer se requieren aproximadamente 600 μg de TBP, y al segundo nivel experimental ensayado corresponden unas 30 veces más.

3.2 Influencia de la concentración de nitrato de aluminio en la fase acuosa a TBP constante

Para estudiar la influencia de la concentración de nitrato de aluminio se mantuvo constante la concentración de fosfato de tributilo en metilisobutilcetona (1:10 v/v). La muestra contenía 120 μg de U_3O_8 y las condiciones de extracción y medida son las indicadas en el apartado 3.1.

En la figura 3.2 se representa el porcentaje de uranio extraído en función de la cantidad de nitrato de aluminio presente en la fase acuosa. De ella se deduce que la extracción es cuantitativa cuando la cantidad de nitrato de aluminio es superior a 4 g para 6 ml de fase acuosa y 2 ml de fase orgánica.

3.3 Influencia de la concentración de fosfato de tributilo en la fase orgánica con cantidad constante de nitrato de aluminio

Con una concentración de nitrato de aluminio constante, se realizan una serie de ensayos encaminados a ver la influencia de la concentración de fosfato de tributilo en metilisobutilcetona sobre el tanto por ciento de uranio extraído. Los niveles de TBP ensayados son los ya indicados en el apartado 3.1. Para cada concentración de TBP se llevan a cabo separadamente cuatro ensayos, obteniéndose otros tantos valores para los coeficientes de reparto. Como en todos los casos, la extracción se realizó con 2 ml de fase orgánica, manteniendo las restantes condiciones del método general.

En la figura 3.3 se representan gráficamente los valores del coeficiente de reparto frente a la concentración de TBP en MIC. A partir de los valores experimentales se trató de llegar a una representación lineal, con objeto de obtener una ecuación que ligase estas dos variables. Esta dependencia lineal se logró al representar $C - C_0/K - K_0$ en función de los

correspondientes valores de C , según puede verse en la figura 3.4 donde C es la concentración de TBP en MIC, K el valor del coeficiente de reparto y K_0 un valor particular del mismo, correspondiente a otro dado C_0 de la concentración de TBP en MIC. Hemos elegido $C_0 = 1,96$ y $K_0 = 8,73 \cdot 10^{-2}$ llegándose finalmente a la ecuación.

$$K = \frac{10^3 (C - 1,96)}{143 - 123 C} + 8,73$$

Con ayuda de esta ecuación se han obtenido algunos puntos de la figura 3.3. Se ve que existe un intervalo (valores de C comprendidos entre 0 y 5) en el que el coeficiente de reparto varía fuertemente, en tanto que para $C > 5$ las variaciones son muy pequeñas.

De acuerdo con esto, hemos elegido un valor de la concentración de TBP en MIC, comprendido dentro del último intervalo, $C = 9,09$ (10 partes de TBP en 100 partes de MIC), al que corresponde un valor del coeficiente de reparto $K = 1,37 \cdot 10^{-2}$.

3.4 Condiciones óptimas para la extracción

Z.I. Dizdar y col. (12) estudian la influencia de la concentración de NC_3H sobre el coeficiente de reparto y llegan a la conclusión de que primero disminuye y luego aumenta con la concentración de NC_3H , pasando por un mínimo tanto más pronunciado cuanto menor es la temperatura. Estas variaciones han sido revisadas por C.A. Francois (11). Nosotros hemos elegido el pH 1,2 - 2,8 recomendado por este autor y fácilmente ajustable utilizando como indicador la púrpura de metacresol.

En contra de lo indicado por C.A. Francois (11) hemos comprobado que la cantidad de indicador extraído juntamente con el uranio, puede tener una influencia apreciable sobre la absorción del complejo uranildibenzoilmetano. En la Tabla 3.1 se dan los valores de la absorción, frente a agua, de soluciones en las que se desarrolló el color sobre extractos orgánicos obtenidos con cantidades crecientes de indicador, manteniéndose en todos los casos constante la cantidad de U_3O_8 .

Se realizaron una serie de ensayos encaminados a estudiar la influencia de la temperatura de extracción sobre el coeficiente de reparto. Se llevan a cabo en termostato con variaciones de temperatura de $\pm 0,5^\circ\text{C}$ no observándose variación apreciable en el intervalo comprendido entre 10 y 30°C .

Se determinó el tiempo mínimo necesario para lograr el equilibrio entre las fases orgánica y acuosa, empleando una cantidad constante de U_3O_8 y midiendo la absorción después de distintos tiempos de agitación. De los resultados se deduce que el equilibrio se logra con 20 segundos de agitación.

En el método propuesto se agita durante 30 segundos para tener más garantía y para conseguir una agitación homogénea se realiza con un agitador mecánico con una velocidad de 200 vibraciones por minuto.

T A B L A 3.1

Influencia del indicador sobre la absorción

Cantidad indicador gotas	Absorción
0	0,285
1	0,310
2	0,340
3	0,352

4. DETERMINACION ESPECTROFOTOMETRICA DEL URANIO EN FASE ORGANICA

4.1 Reactivo cromogénico

Una vez realizada la extracción en las condiciones óptimas, el color se desarrolla por adición del reactivo cromogénico a una parte alícuota de la fase orgánica.

La piridina de este reactivo tiene por objeto elevar el pH hasta un valor máximo en el que la absorción del complejo uranil - dibenzoilmetano es constante, y la acetona, obtener una completa y rápida disolución del dibenzoilmetano.

4.2 Espectro de absorción del complejo

La figura 4.1 (curva A) representa el espectro de absorción en el intervalo de longitudes de onda desde 375 a 470 mμ, obtenidas frente a un ensayo en blanco en el que se siguió la misma marcha que con el problema. De ella se deduce que el complejo presenta un máximo de absorción a 390 mμ. No obstante, y por las razones que daremos más adelante al hablar de las interferencias, la longitud de onda elegida para las determinaciones ha sido de 410 mμ, cumpliéndose también para este punto la ley de Beer.

La curva B de la figura 4.1 representa el espectro de absorción del ensayo en blanco frente a agua destilada, del cual se deduce la necesidad de efectuar todas las mediciones frente a dicho blanco y no frente a agua destilada.

4.3 Condiciones óptimas para el desarrollo del color

La intensidad del color depende del pH, como indica la figura 4.2 (curva B). A pH superior a 5,8 la intensidad del color alcanza su valor máximo y se mantiene estable. El pH se regula con piridina, cuya influencia se pone de manifiesto en la figura 4.2 (curva A).

En nuestras condiciones de trabajo (1 ml de fase orgánica procedente de la extracción y volumen final a 10 ml), se requiere un mínimo de 0,8 ml de piridina, cantidad que resulta rebasada en 0,1 ml dada la composición del reactivo cromogénico.

La influencia de la concentración de dibenzoilmetano en el desarrollo del color fué estudiada midiendo la absorción producida por una cantidad fija de U_3O_8 con cantidades crecientes de dibenzoilmetano para varias longitudes de onda próximas a la longitud de máxima absorción. La cantidad de U_3O_8 fué, en todos los ensayos, de 280 μg .

De la representación gráfica de los valores obtenidos, figura 4.3, se deduce que el número de moles de dibenzoilmetano requeridos para el desarrollo completo del color es como mínimo de tres veces el de uranio. Como el intervalo de concentración estudiado ha sido de 0 a 300 μg de U_3O_8 y el reactivo cromogénico contiene 300 $\mu g/ml$ de dibenzoilmetano, resulta que la cantidad de este reactivo utilizada en nuestras condiciones, es cuatro veces la necesaria, con lo que se evita cualquier posible debilitamiento en la coloración por la presencia de iones que interfieran por consumo de este reactivo.

5. CALCULOS

5.1 Determinación del coeficiente de extinción del complejo dibenzoilmetano-uranio

Los datos experimentales obtenidos para la determinación del coeficiente de extinción están incluidos en la Tabla 5.1 donde c representa la concentración de U_3O_8 en μg por ml y A los valores de la absorción, cuyas magnitudes están relacionadas por la ley de Beer según la ecuación

$$c = \frac{1}{\epsilon} \log \frac{I_0}{I_T} = \frac{1}{\epsilon} A$$

T A B L A 5.1

Datos para la determinación del coeficiente de extinción

c	A	c	A
1,25	0,060	15,00	0,680
1,25	0,057	15,00	0,675
1,25	0,062	15,00	0,680
1,25	0,055	15,00	0,680
2,50	0,120	20,00	0,930
2,50	0,115	20,00	0,930
2,50	0,115	20,00	0,935
2,50	0,120	20,00	0,925
5,00	0,225	25,00	1,145
5,00	0,230	25,00	1,140
5,00	0,230	25,00	1,137
5,00	0,230	25,00	1,140
7,50	0,335	30,00	1,390
7,50	0,340	30,00	1,385
7,50	0,335	30,00	1,390
7,50	0,320	30,00	1,385
10,00	0,460	35,00	1,610
10,00	0,455	35,00	1,605
10,00	0,460	35,00	1,595
10,00	0,457	35,00	1,615

para un paso de luz de un centímetro. I_0 es la intensidad de luz incidente, I_T la intensidad de luz transmitida, $1/\varepsilon$ el factor de concentración y, finalmente, ε es el coeficiente de extinción que vamos a determinar, expresando c en μg de $\text{U}_3\text{O}_8/\text{ml}$.

A partir de dicha Tabla se han calculado las ecuaciones normales para la línea de calibración que son :

$$\sum c = N \hat{b} + \hat{m} \sum A$$

$$\sum c \cdot A = \hat{b} \sum A + \hat{m} \sum A^2$$

en las que N representa el número de valores experimentales; $\hat{m}$ y $\hat{b}$ son los valores de la pendiente y ordenada en el origen, respectivamente, deducidos por mínimos cuadrados.

De ellas se deduce :

$$\hat{m} = \frac{N \sum c \cdot A - \sum c \sum A}{N \sum A^2 - [\sum A]^2} = \frac{1}{K} = 21,72$$

$$\hat{b} = \frac{\sum A^2 \cdot \sum c - \sum A \cdot \sum cA}{N \sum A^2 - [\sum A]^2} = 0,08$$

con lo que la ecuación de la línea de calibrado será :

$$c = 21,72 A + 0,08$$

Si despejamos A , tenemos :

$$A = \frac{1}{21,72} \cdot c - 3 \cdot 10^{-3}$$

Vemos que el término $3 \cdot 10^{-3}$ representa una absorción adicional cuyo valor es despreciable por ser del mismo orden de magnitud que los errores cometidos. Podemos por tanto considerar en la práctica la ecuación :

$$c = 21,72 \cdot A$$

en la que el factor de concentración tiene el valor $1/\varepsilon = 21,72$ y el coeficiente de extinción es $\varepsilon = 4,6 \cdot 10^{-2}$ cuyos límites de confianza podrían deducirse a partir de la Tabla 5.1, pero que ahora no creemos necesario resolver, pues más adelante serán estudiadas con detalle las regiones de confianza conjunta y las bandas de confianza para las líneas de calibración.

Con objeto de conocer la veracidad con que los datos experimentales se ajustan a la línea de calibración deducida por mínimos cuadrados, hemos calculado el valor del coeficiente de correlación de c con respecto a A :

$$r = \frac{\sum c \cdot A - \frac{\sum c \cdot \sum A}{N}}{\sqrt{\left[\sum A^2 - \frac{(\sum A)^2}{N} \right] \left[\sum c^2 - \frac{(\sum c)^2}{N} \right]}}$$

encontrándose el valor $r = 0,999$ que nos demuestra la concordancia altamente satisfactoria entre los valores experimentales y los calculados.

5.2 Cálculo de la precisión del método

Se ha calculado la dispersión del método en soluciones de ataque ácido de dos minerales nacionales, procedente uno de Venta de Cardaña (Córdoba), y el otro de la mina "La Esperanza" (Salamanca), de naturaleza química esencialmente distinta, como puede verse más adelante en el apartado 7.2

En el mineral de Salamanca, dos muestras de 50 g de tres tamaños de grano diferentes, que designaremos por TG-1, TG-2, TG-3, con distinta riqueza en uranio, se atacan con 100 ml de ácido sulfúrico 4 N durante una hora. De las soluciones resultantes se tomaron 10 ml y se diluyeron a 50 ml. De esta disolución se tomaron 10 ml y se diluyeron a 25 ml con objeto de que las concentraciones de las soluciones finales estuvieran dentro de la zona óptima de determinación según el método en estudio. Los valores dados en la Tabla 5.2 se refieren a μg de $\text{U}_3\text{O}_8/\text{ml}$ de esta última solución. De cada solución se realizaron diez análisis.

A partir de estos datos, la desviación típica, calculada con la expresión

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}} = \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{N} - \frac{(\sum x_i)^2}{N(N - 1)}} \quad (\text{A})$$

toma los valores de la Tabla 5.3 con un límite de confianza del 95 por ciento, calculado a partir del error típico de la estimación

$$S_s = \frac{s}{\sqrt{2N}}$$

en donde s es la desviación típica, N el número de determinaciones, x_i los distintos valores obtenidos, $\bar{x}$ la media aritmética de los mismos, y S_s la desviación típica de la desviación típica.

T A B L A 5.2

Datos para estudiar la desviación del método

Muestra	$\mu\text{g de U}_3\text{O}_8/\text{ml}$ en la solución final
TG-1A	178 - 178 - 180 - 180 - 178 - 178 - 176 - 176 - 176 - 180
TG-1B	178 - 182 - 182 - 178 - 182 - 180 - 178 - 182 - 180 - 182
TG-2A	240 - 240 - 244 - 240 - 242 - 236 - 240 - 240 - 236 - 238
TG-2B	232 - 234 - 232 - 234 - 236 - 230 - 234 - 234 - 232 - 230
TG-3A	280 - 282 - 286 - 282 - 282 - 282 - 286 - 282 - 282 - 284
TG-3B	282 - 284 - 276 - 276 - 280 - 286 - 286 - 286 - 280 - 284

T A B L A 5.3

Valores de la desviación típica con un límite de confianza del 95%

TG-1A	...	$1,6 \pm 0,70 \mu\text{g}$
TG-1B	...	$1,8 \pm 0,80 \mu\text{g}$
TG-2A	...	$3,0 \pm 1,32 \mu\text{g}$
TG-2B	...	$1,9 \pm 0,84 \mu\text{g}$
TG-3A	...	$1,9 \pm 0,89 \mu\text{g}$
TG-3B	...	$3,6 \pm 1,60 \mu\text{g}$

Podemos, por tanto, afirmar que en ningún caso el producto del error típico por el factor de confianza correspondiente al 95 por ciento de probabilidad, es superior a 1,5 por ciento.

Para el mineral de Venta de Cardeña, se llevaron a cabo determinaciones sobre 30 muestras distintas, obteniéndose los valores de la Tabla 5.4

T A B L A 5.4

Datos obtenidos con el mineral de Venta de Cardeña

x	x
126	127
128	126
127	126
128	128
125	128
128	126
127	129
126	128
129	126
126	128
128	125
125	126
126	129
129	127
123	126

La desviación típica, calculada a partir de la fórmula (A) tiene el valor :

$$s = 2,44$$

y el error típico de la media :

$$S_{\bar{x}} = \frac{2,44}{\sqrt{30}} = 0,44$$

El valor medio de esta serie de determinaciones, con un nivel de confianza del 95 por ciento es, por tanto :

$$\frac{\sum x}{N} \pm 2 S_{\bar{x}} = 127 \pm 0,88$$

con una desviación inferior a 1,5 por ciento que está de acuerdo con lo dicho anteriormente.

5.3 Errores sistemáticos y variables del método

5.3.1 Elipse de confianza conjunta para la pendiente y ordenada en el origen. -

Para estudiar los errores sistemáticos y variables en el método del dibenzoilmetano, se tomó como base la correspondencia entre cantidades variables de uranio añadidas y encontradas. En la Tabla 5.5 se consignan los valores experimentales, en donde x representa el número de μg de U_3O_8 añadidos, e y el de μg encontrados, debiendo observar que unas veces la cantidad de uranio a determinar era exactamente la añadida, y otras, por el contrario, la cantidad añadida se sumaba a una cantidad originariamente presente. También hay que hacer notar que en el último caso las determinaciones se llevaron a cabo, no sobre soluciones puras de uranio, sino sobre soluciones de ataque de minerales.

En la figura 5.1 se representan los valores de y contra los correspondientes de x. En ella puede observarse que la línea teórica (quebrada) coincide casi exactamente con la calculada por mínimos cuadrados, hecho sobre el que ya hemos llamado la atención al calcular el coeficiente de correlación en el apartado 5.1

Si las desviaciones en los datos obedecieran sólo a leyes al azar, al aumentar la pendiente en la recta de la figura 5.1 deberá disminuir la ordenada en el origen, y viceversa, lo que nos indica que existe una correlación negativa entre los valores de la pendiente y los de la ordenada en el origen.

T A B L A 5.5

Valores experimentales para la determinación de errores en el método del dibenzoilmetano

x	y
25	24,7
25	24,7
50	49,7
50	49,5
75	72,5
75	73,7
100	98,6
100	100,7
125	122,6
125	123,6
150	148,8
150	149,4

En el plano b, m , representando b los valores de la ordenada en el origen y m los correspondientes de la pendiente, cada recta estará representada por un punto. La línea de mejor ajuste, deducida por mínimos cuadrados, con valores $b = \bar{b}$ y $m = \bar{m}$, estará representada por el punto P , figura 5.2. Pero en virtud de los errores experimentales, ésta no será la única línea de calibración posible. Los métodos estadísticos demuestran (15) que los puntos correspondientes a la diversidad de rectas posibles descansan sobre una elipse, cuyo centro es precisamente el punto $(\bar{b}, \bar{m})$ y cuyos límites están determinados por la magnitud de los errores experimentales y por el coeficiente de confianza con que queramos hacer la representación. Esta elipse está inclinada con respecto a los ejes, como puede verse en la figura 5.2, debido a la correlación negativa de que hemos hablado.

De la Tabla 5.5 se deducen los siguientes valores, necesarios para la construcción de la elipse de confianza conjunta :

$$\begin{array}{ll}
 N = 12 & \Sigma y^2 = 111.460,43 \\
 \Sigma x = 1.050,00 & (\Sigma x)^2 = 1.102.500,00 \\
 \Sigma x^2 = 113.750,00 & \hat{m} = 0,993 \\
 \Sigma y = 1.038,50 & \hat{b} = 0,363 \\
 \Sigma xy = 112.595,00 & \bar{x} = 87,5
 \end{array}$$

Estadísticamente se demuestra que la ecuación de la elipse de confianza conjunta viene dada en el plano b, m por la ecuación:

$$N(b-\hat{b})^2 + 2 \Sigma x(b-\hat{b})(m-\hat{m}) + \Sigma x^2(m-\hat{m})^2 = 2 F s^2$$

que en nuestro caso se convierte en :

$$12 b^2 + 113.750 m^2 + 2.100 bm - 2.069,4 b - 224.385 m + 110.637,6 = 0$$

A partir de esta ecuación, y después de transformada por una traslación de los ejes coordenados y un giro de los mismos, se podrán determinar los valores de los semiejes de la elipse, con cuyos datos, junto con las coordenadas del centro en el nuevo sistema y el valor de la tangente del ángulo de giro, podemos construir la elipse de confianza conjunta.

Existe, sin embargo, un método abreviado para representar gráficamente esta elipse a partir de los valores de L_m , L_b , d_m y d_b , que ha sido el utilizado en la figura 5.2. Todos estos valores son funciones de las mismas variables y en nuestro caso su cálculo conduce a :

$$\begin{array}{ll}
 L_m = \Psi_1(F, s^2, N, x, x^2) = & 0,0188 \\
 L_b = \Psi_2(F, s^2, N, x, x^2) = & 1,83 \\
 d_m = \Psi_3(F, s^2, N, x, x^2) = & 0,00828 \\
 d_b = \Psi_4(F, s^2, N, x, x^2) = & 0,805
 \end{array}$$

donde s^2 es la varianza, F el valor crítico de la razón de varianzas con 2 y $N-2$ grados de libertad para un coeficiente de confianza del 95 por ciento.

5.3.2 Bandas de confianza para la línea de calibración. - Es interesante conocer la confianza que nos merece la línea de calibración a lo largo de todo el intervalo estudiado. También por consideraciones estadísticas se deduce una banda de confianza (16) que encierra la línea de calibración ajustada por mínimos cuadrados. Esta banda se demuestra que está comprendida entre dos ramas de hipérbola cuyas ecuaciones son las siguientes :

$$y = \hat{b} + \hat{m} x + K \sqrt{\frac{1}{N} \left[1 + \frac{(x - \bar{x})^2}{\Delta/N^2} \right]} \quad (C)$$

$$y = \hat{b} + \hat{m} x - K \sqrt{\frac{1}{N} \left[1 + \frac{(x - \bar{x})^2}{\Delta/N^2} \right]} \quad (D)$$

siendo :

$$K = 2 F s^2 \quad \Delta = N \sum x^2 - (\sum x)^2$$

que con los datos experimentales de la Tabla 5.5 se convierten en :

$$y = -0,36 + 0,99 x \pm 2,78 \sqrt{\frac{1}{12} \left[1 + \frac{(x - 87,5)^2}{1822,9} \right]}$$

Las asíndotas a estas hipérbolas están dadas por las siguientes ecuaciones :

$$y = \hat{b} + \hat{m} x + K \sqrt{\frac{N}{\Delta}} (x - \bar{x})$$

$$y = \hat{b} + \hat{m} x - K \sqrt{\frac{N}{\Delta}} (x - \bar{x})$$

que en nuestro caso se convierten en :

$$y = 1,01 x + 2,11$$

$$y = 0,97 x + 1,39$$

Todas estas ecuaciones han servido para la representación de la figura 5.3.

5.3.3 Interpretación de los resultados. - De la figura 5.2 se deduce que la solución $b = 0$ es satisfactoria, ya que su probabilidad es muy grande, por pasar la recta $b = 0$ muy próxima al centro de la elipse. La interpretación de este resultado es que no existen errores sistemáticos en el método, y por tanto los valores obtenidos no habrán de ser corregidos mediante un blanco.

De la misma figura se deduce que la recta $m = 1$ pasa junto al centro de la elipse, existiendo una elevada probabilidad de que la hipótesis $m = 1$ sea válida. La interpretación de este resultado es que no existen errores variables.

De la figura 5.3 deducimos la veracidad de la curva de calibración a lo largo de todo el intervalo estudiado, presentándose desviaciones mínimas en el intervalo de 100 a 200 μg de U_3O_8 .

5.4 Comparación del método del dibenzoilmetano con el del H_2O_2 -NaOH (17)

El método del dibenzoilmetano ha sido comparado con el método colorimétrico de la NaOH- H_2O_2 , previa separación del uranio con resinas de cambio iónico. Este método ha sido verificado sobre soluciones de ataque del mineral de la mina "La Esperanza", y como en el caso anterior, hemos tomado como base distintas cantidades añadidas (x) y encontradas (y). En la Tabla 5.6 se dan los valores experimentales.

T A B L A 5.6
Datos para el cálculo de errores por el método NaOH- H_2O_2

x	y
500	160
500	520
1000	920
1000	740
1500	1300
1500	1500
2000	2100
2000	1900
2500	2500
2500	2500
3000	2900
3000	3000

De esta Tabla se deducen los siguientes valores para las magnitudes que interesan :

$$\begin{array}{ll}
 N = 12 & \hat{b} = -196,00 \\
 \Sigma x = 21.000,00 & s^2 = 3.070,00 \\
 \Sigma x^2 = 45.500.000,00 & L_m = 0,0536 \\
 \Sigma y = 20.040,00 & L_b = 104,71 \\
 \Sigma y^2 = 43.560.000,00 & d_m = 3,665 \cdot 10^{-2} \\
 \Sigma xy = 44.400.000,00 & d_b = 70,27 \\
 \hat{m} = 1,073 & \bar{x} = 1750,00
 \end{array}$$

Con estos datos, la ecuación para la elipse de confianza conjunta toma la forma :

$$12 b^2 + 45.500.000 m^2 + 42.000 bm - 40.236 b - 89.138.000 m + 43.522.593 = 0$$

En cuanto a las hipérbolas que definen la zona de confianza para la línea de calibrado, los datos anteriores conducen a las siguientes ecuaciones :

$$y = -196 + 1,07 x \pm 158,66 \sqrt{\frac{1}{12} \left[1 + \frac{(x - 1750)^2}{729.170} \right]}$$

y las ecuaciones de las asíntotas de estas hipérbolas toman la forma

$$y = 1,1236 x - 289,8$$

$$y = 1,0164 x - 102,2$$

Estas ecuaciones han servido para efectuar las representaciones gráficas de las figuras 5.4 y 5.5 haciendo notar que la elipse de la figura 5.4 se ha construido por el método abreviado.

De la figura 5.4 se deduce que la hipótesis $b = 0$ es inaceptable, lo que quiere decir que el método incluye errores sistemáticos. Por otra parte, el valor obtenido para el blanco, 200 $\mu\text{g U}_3\text{C}_8$, es totalmente ina-

ceptable como dato para corregir este error sistemático, ya que la recta $b = 200$ está muy alejada de la elipse de confianza conjunta, y la probabilidad de que las líneas de calibración por ella representadas sean correctas es nula.

Pero además, los datos experimentales de la Tabla 5.6 están afectados por errores variables, ya que la hipótesis $m = 1$ es inaceptable por estar la recta $m = 1$ algo distanciada de la elipse de confianza.

Como ejemplo de aplicación de las ecuaciones (C) y (D) de las hipérbolas que definen la zona de confianza, hemos calculado las cantidades de U_3O_8 que serían de esperar con límites de confianza del 95 por ciento, cuando existieran en el problema cantidades variables de U_3O_8 . Para 100 μg puestas, son de esperar en el método del dibenzoilmetano un número de μg comprendido en el intervalo 102 - 96, valores extremos a los que corresponda respectivamente errores del 2 y 4 por ciento. En el método con $NaOH-H_2O_2$ -resinas, este intervalo tiene como extremos 10 y -188 μg , con errores del 90 y 288 por ciento. Para 500 μg añadidas en el método $NaOH-H_2O_2$ -resinas pueden esperarse como límites superior e inferior 419 y 259 μg , con errores límites de 17 y 48 por ciento, en tanto que para 1750 μg y por el mismo método, los errores descienden ya al orden del 4 por ciento.

De todo lo anterior se deduce claramente que el método del dibenzoilmetano es adecuado para el intervalo entre 25 y 350 μg de U_3O_8 , en tanto que el método con $NaOH-H_2O_2$ -resinas, aplicado en la forma en que se han obtenido los datos de la Tabla 5.6, no es adecuado para concentraciones de uranio comprendidas en este intervalo, aumentando gradualmente la precisión de dicho método con la cantidad de uranio, y presentando una zona óptima próxima a las 2000 μg de U_3O_8 .

6. ESTUDIO DE LAS INTERFERENCIAS

A continuación se detallan las interferencias estudiadas. Las cantidades que se indican se incorporaron a la solución problema antes de la extracción con TBP - MIC, siguiéndose en todos los casos el procedimiento general.

6.1 Interferencias de aniones

En la Tabla 6.1 se indican los aniones estudiados junto con las cantidades añadidas. Con excepción del ión I^- no se ha observado en ningún caso interferencia en la colorimetría, no habiéndose estudiado si la extracción tenía o no lugar. La interferencia del ión I^- se elimina fácilmente por adición de sulfito sódico.

T A B L A 6.1

Interferencia de aniones

sales o ácidos	mg añadidos
CO_3Na_2	400
$\text{CH}_3\text{-COONa}$	400
CNK	10
ClO_3K	10
$\text{SO}_3\text{Na}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	10
$\text{PO}_4\text{HNa}_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	10
IK	10
FNa	10
Acido cítrico	100
BrK	100
H-CCOH	100
HOOC-COOH	100
Acido tartárico	100
SiO_3Na_2	100
EDTA	100
ClNa	10
SO_4Na_2	100
VO_3NH_4	10
$\text{Mo}_7\text{C}_{24}(\text{NH}_4)_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	10
BO_3H_3	10

6.2 Interferencias de cationes

Las interferencias de cationes se estudiaron en todos los casos añadiendo 10 mg del cation estudiado, en forma de cloruro, sulfato o nitrato. Los cationes añadidos fueron los siguientes :

Ag^+ , Hg^{2+} , Bi^{3+} , Pb^{2+} , Sn^{2+} , Sb^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} ,
 Fe^{3+} , Cr^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Ti^{3+} , Th^{4+} , V^{3+} , Ce^{3+} ,
 Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , K^+ , Na^+ y Mg^{2+}

Unicamente interfieren el antimonio y bismuto, por formar precipitados de hidrólisis que colectan parte del uranio, y el torio, cuya interferencia será estudiada con más detalle. La interferencia del antimonio se elimina añadiendo unas gotas de ácido tartárico al 20 por ciento, y la del bismuto, por adición de complexona III al 10 por ciento . En ambos casos, los cationes forman complejos que impiden la hidrólisis.

6.3 Interferencia del torio

El torio forma también complejo con dibenzoilmetano, que en medio piridina-alcohol etílico absorbe fuertemente en el intervalo 390 a 400 m μ constituyendo por consiguiente una seria interferencia en la colorimetría del uranio.

En la figura 6.1 (curva A) puede verse el espectro de absorción para las longitudes de onda comprendidas entre 385 y 430 m μ , con 5 mg de ThO_2 . En la misma figura se ha dibujado también el espectro de absorción del complejo uranil-dibenzoilmetano (curva E).

De acuerdo con C. A. Francois (11), la interferencia del torio es disminuída por adición de ácido acético antes de la extracción.

La figura 6.1 (curva B) representa los valores de la absorción obtenidos con la misma cantidad de ThO_2 y una gota de ácido acético glacial, observándose un ligero descenso de la absorción a lo largo de todo el intervalo.

También se ha observado una disminución de la absorción al añadir piridina antes de la formación del color. Los valores de la figura 6.1 (curva C) están obtenidos por adición de 1 ml de piridina y una gota de ácido acético antes de la extracción, con la misma cantidad de ThO_2 .

7. APLICACION DEL METODO A LA DETERMINACION DE URANIO EN MINERALES

7.1 Modo de operar

El estudio realizado sobre la extracción, colorimetría e interferencias, aconsejan el siguiente modo de operar en la determinación de uranio en minerales : el mineral se ataca con ácido nítrico 1:3 durante dos horas. Se pipeta un volumen de solución acuosa que no exceda de 2,5 ml conteniendo de 20 a 700 μg de U_3O_8 , en un tubo de ensayo de 12 ml (135 x 15 mm) y se añaden los siguientes reactivos : 1 gota de púrpura de metacresol, dos gotas de complexona III al 3 por ciento, una gota de ácido acético glacial, dos gotas de ácido tartárico al 20 por ciento, una gota de sulfito sódico al 5 por ciento. Se ajusta la acidez con ácido nítrico y amoníaco hasta el viraje a amarillo del indicador, precisamente cuando empiezan a precipitar los iones extraños, completando con agua hasta 3 ml. Se adicionan 3 ml de solución de nitrato de aluminio que contienen 1 g/ml, se agita cuidadosamente durante unos segundos; se añaden exactamente 2 ml de metilisobutílcetona-fosfato de tributilo (10:1), se tapa el tubo y se agita vigorosamente durante 30 segundos, dejando que las capas se separen, y despreciando la fase acuosa. Se toma de la fase orgánica 1 ml con una pipeta seca sobre aforado de 10 ml, libre de emulsiones, se completa con el reactivo cromogénico, excepto para muestras que contengan torio, en cuyo caso se añade 1 ml de piridina y se agita. Seguidamente se completa hasta 10 ml con el reactivo cromogénico, y se mide la absorción en un espectrofotómetro Beckman modelo B a 410 $\text{m}\mu$, realizando simultáneamente un ensayo en blanco que comprenda todas las manipulaciones excepto la adición de la muestra.

La concentración de U_3O_8 en la solución coloreada ($\mu\text{g}/\text{ml}$) se calcula a partir de la absorción mediante la ecuación :

$$c = 21,71 \text{ A}$$

7.2 Aplicación a minerales de distinta naturaleza

Este método ha sido aplicado con éxito a la determinación de uranio en minerales de muy distinta naturaleza, así como al control de procesos de ataque para el beneficio del uranio por los métodos ácido y alcalino. Citemos como ejemplo el control en el mineral de Venta de Cardeña cuya composición es predominantemente silico-arcillosa, encontrándose el uranio en forma de fosfatos dobles de uranio-calcio y uranio-cobre, asociándose como elementos más frecuentes cobre, arsénico, hierro y alcalinotérreos. En el apartado 4.3 se ha estudiado la desviación típica en la determinación de uranio en este mineral.

Se llevaron a cabo estudios de beneficio, también con resultados altamente satisfactorios, en el mineral de la mina "La Esperanza" (Salamanca) de composición muy diferente al anterior en cuanto a componentes secundarios, sobresaliendo su contenido en sulfuros (5 %), TiC_2 , MnO y pizarra (aproximadamente 1 por ciento de carbono total).

AGRADECIMIENTO

Expresamos nuestro agradecimiento a los Sres. López Morales, por las determinaciones realizadas con el método $NaOH-H_2O_2$ -resinas, Bellido González por su ayuda en el planteamiento y resolución de los cálculos, así como en los análisis por el método con dibenzoilmetano.

B I B L I O G R A F I A

1. Brita Hök. Svensk. Kem. Tid. 65, 106-103 (1953).
2. Yos, J. H. , Will F. Black, R. A. , Anal Chem. , 25, 1200 (1953).
3. Adams, J. A. S. , Maeck, W. J. , Anal. Chem. , 26, 1635 (1954).
4. Stewart, D. C. y Bentley, W. C. , Science 120, 50-1 (1954).
5. Guest, R. J. , Can. Dept. Mines Tech. Survey Mines Branch, Radiactivity Division, Topical Rept. No. TR 128-55, 11 pp (1955).
6. Ibid. , NBL-127, 8 (1956).
7. Pribil, R. y Yelinek, Chem. Listy , 47, 1326-32 (1953).
8. Nietzel, C. A. y De Sesa, M. A. , Anal. Chem. 29, 756-59 (1957).
9. Eberle, A. R. y Lerner, M. W. , Anal. Chem. , 29, 1134-39 (1957).
10. Paige, B. E. , Elliott, M. C. y Rein, J. E. , Anal. Chem. , 29, 1029-32 (1957).
11. Carl A. Francois, Anal. Chem. , 30, 50-4 (1958).
12. Zdenko y Dizdar. Bull. Inst. Nuclear Sci. "Boris Kidrich", Belgrade, 7, 43-8 (1957).
13. Horton, C. A. y White, J. C. , Anal Chem. 30, 11 (1958).
14. Booman, G. L. y col. , IDC-14437.
15. Mood, A. , "Introduction to Theory of Statistics", McGraw-Hill, New York. , 1950.
16. Duraud, D. , J. Am. Stat. Assoc. , 49, 130 (1954).
17. Rodden, J. , Anal. Chem. of the Manhattan Project, National Nuclear Energy Series, Manhattan Project, Technical Section, División VIII, Vol. 1.
18. Fisher, S. y Kunin, R. , Analyt. Che. , 29, 3, 400 (1957).
19. Seim, H. J. , Morris, R. J. y Frew, D. W. , Anat. Che. , 29, 3, 443 (1957).

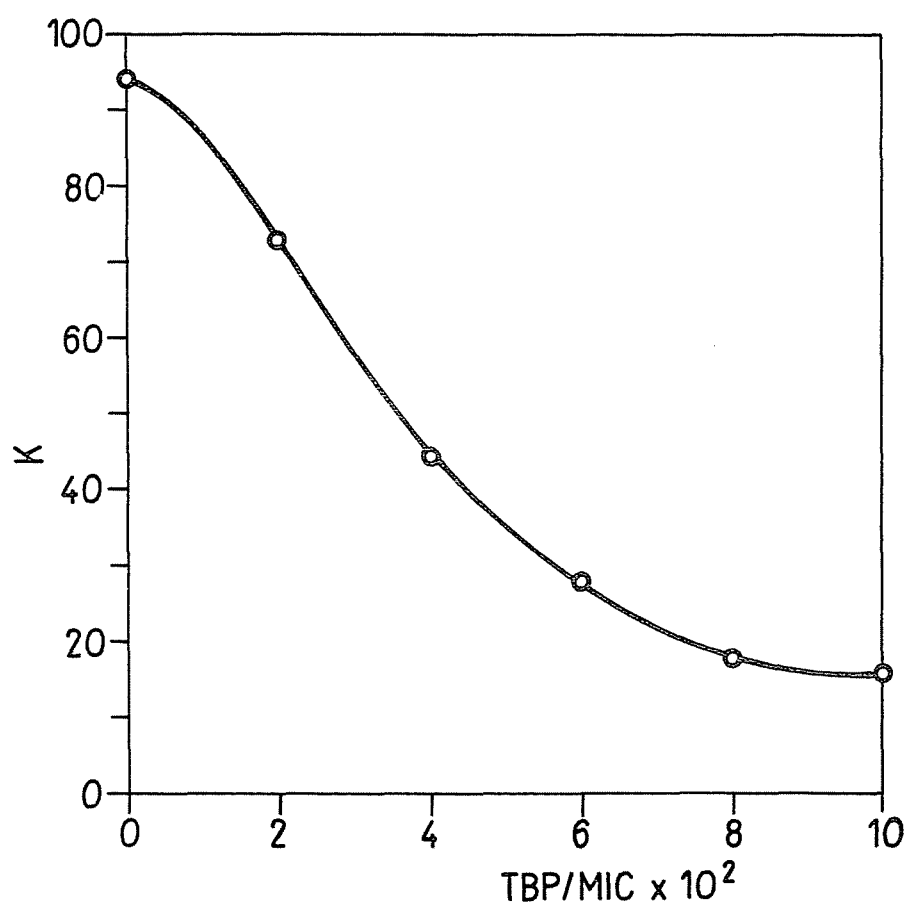


Fig. 3.1 - Variación del coeficiente de reparto en función de la relación TBP/MIC.

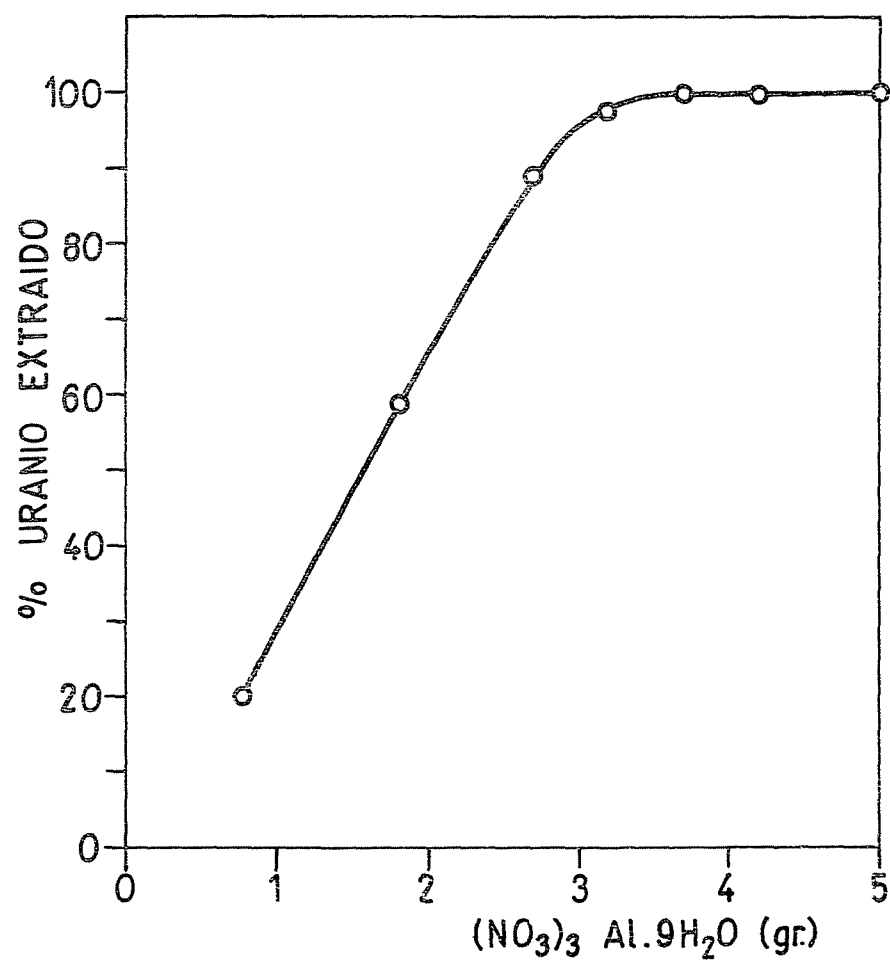


Fig. 3.2 - Porcentaje de uranio extraído en función de la concentración de nitrato de aluminio.

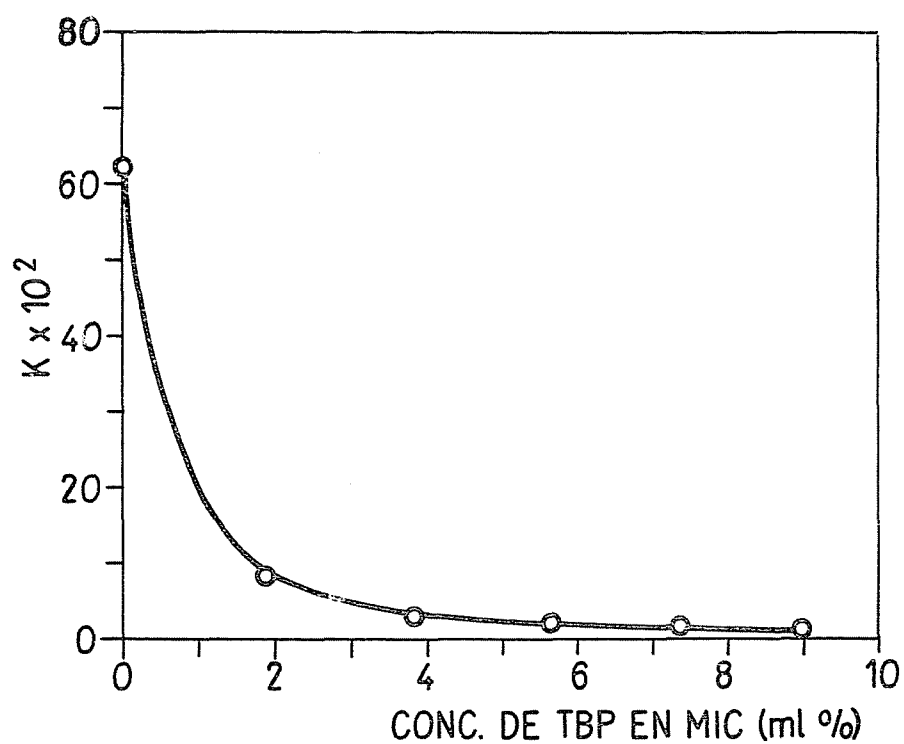


Fig. 3.3 - Dependencia del coeficiente de reparto de la concentración de TBP en MIC.

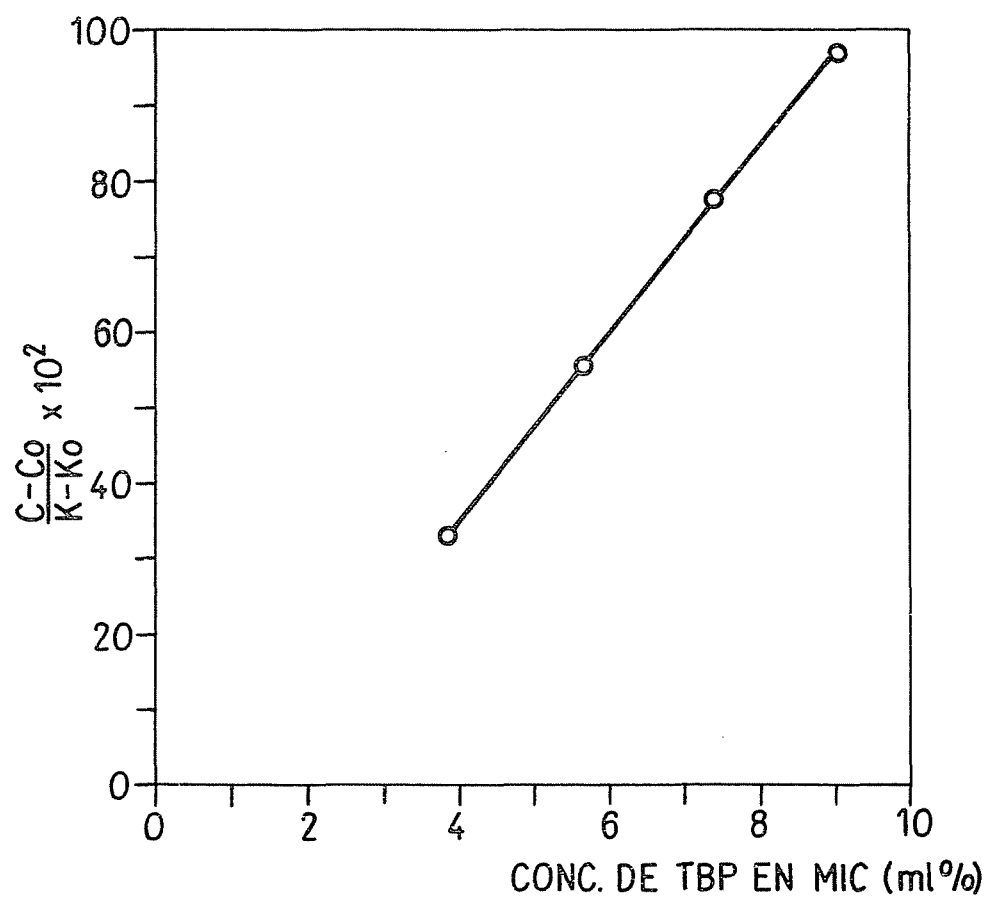


Fig. 3.4 - Representación del cociente $\frac{c-c_0}{K-K_0}$ en función de la concentración de TBP en MIC.

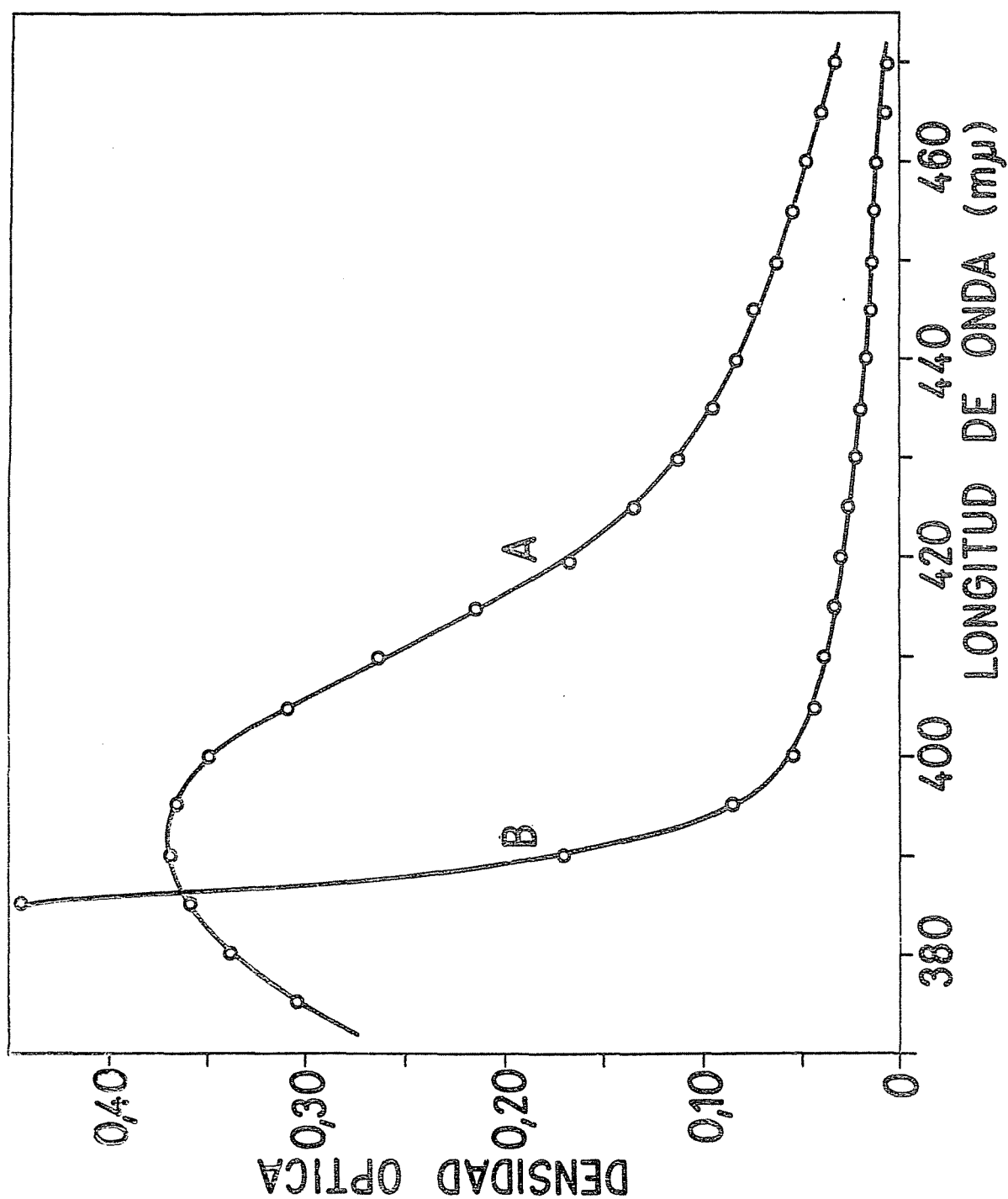


Fig. 4.1 - Espectros de absorción del complejo uranil-dibenzoylmetano (A) y del blanco (B).

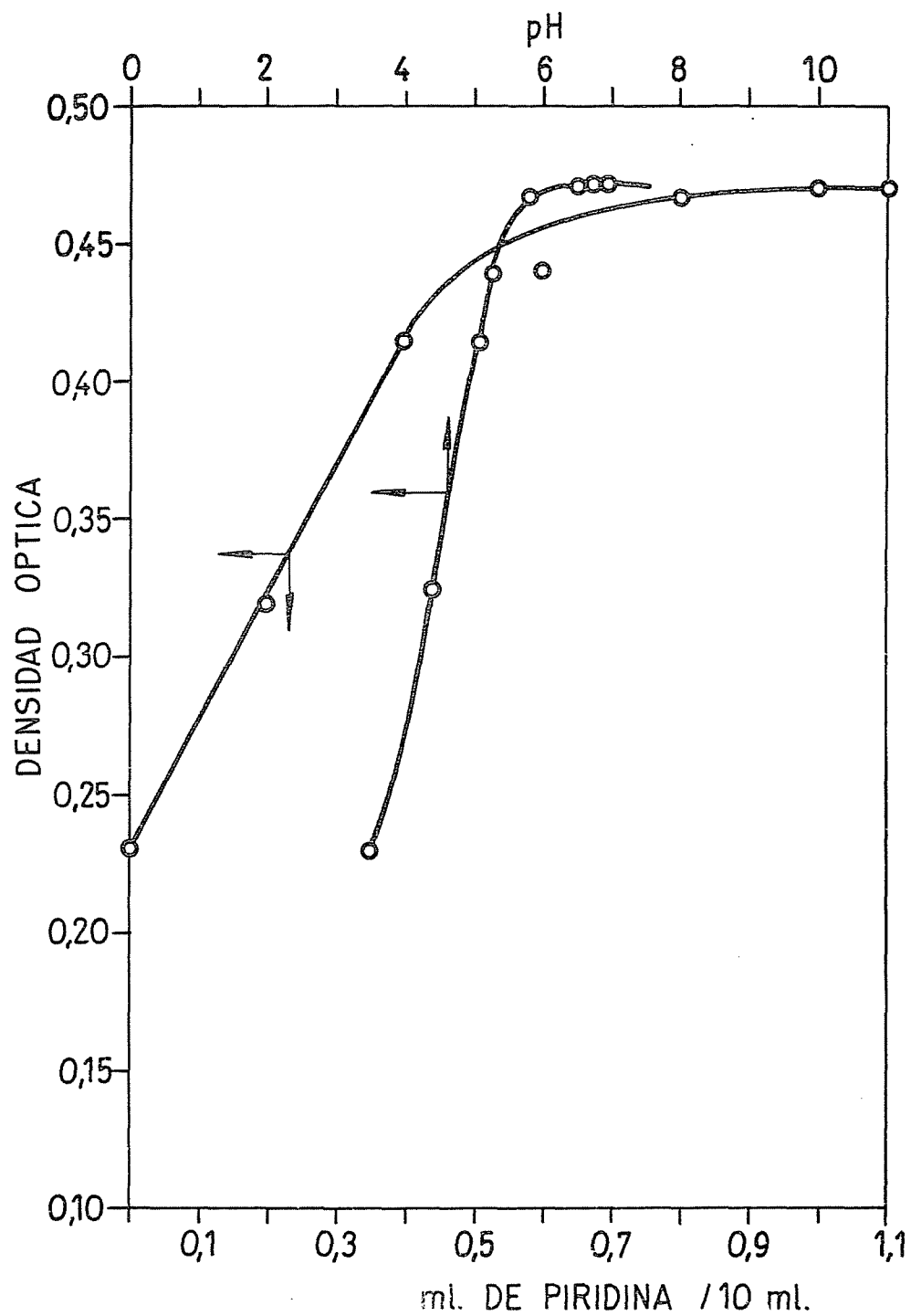


Fig. 4.2 - Efecto de la piridina (A) y el pH (B) sobre el desarrollo del color.

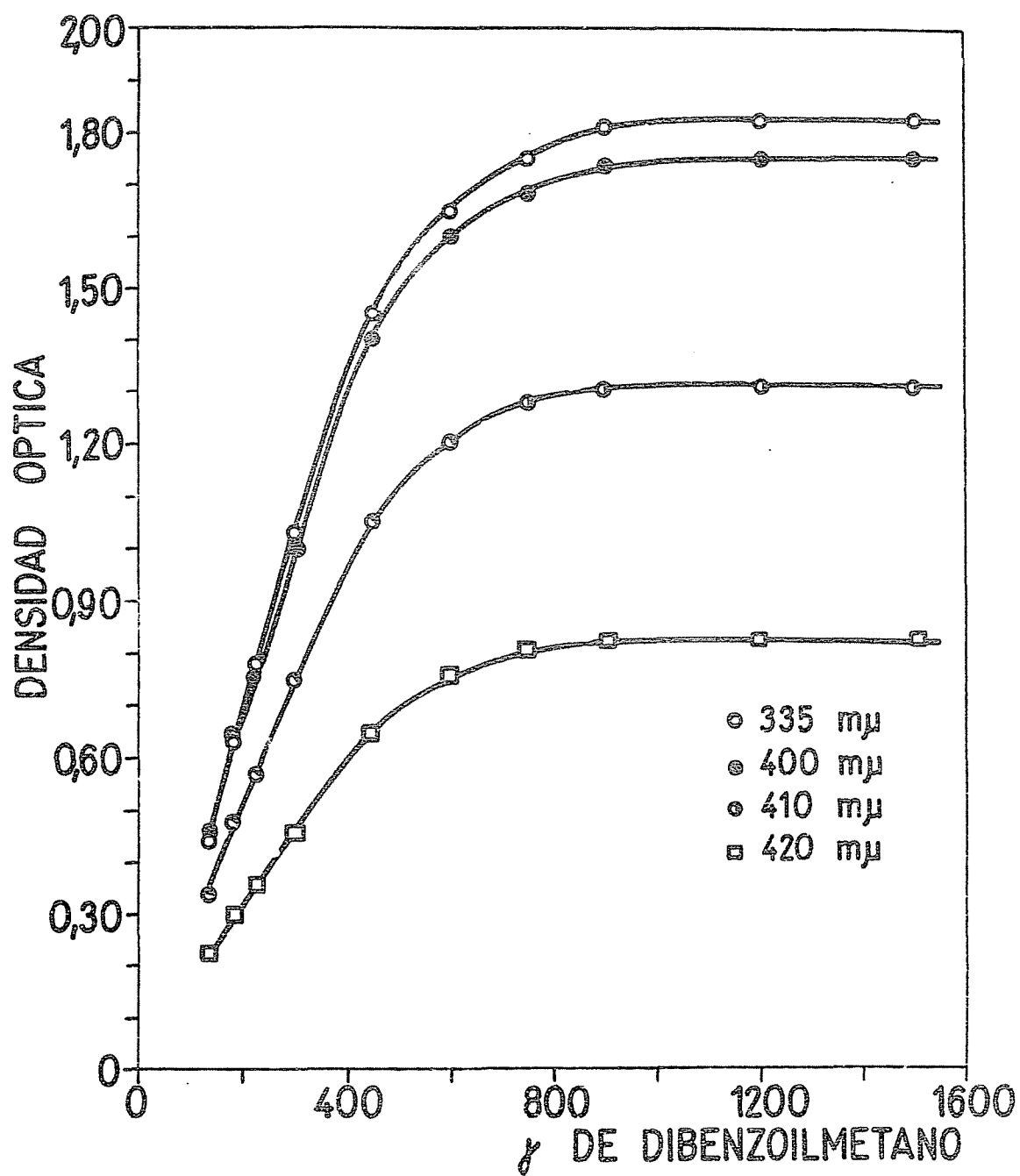


Fig. 4.3 - Efecto de la concentración de dibenzoylmetano sobre la intensidad del color a diferentes longitudes de onda.

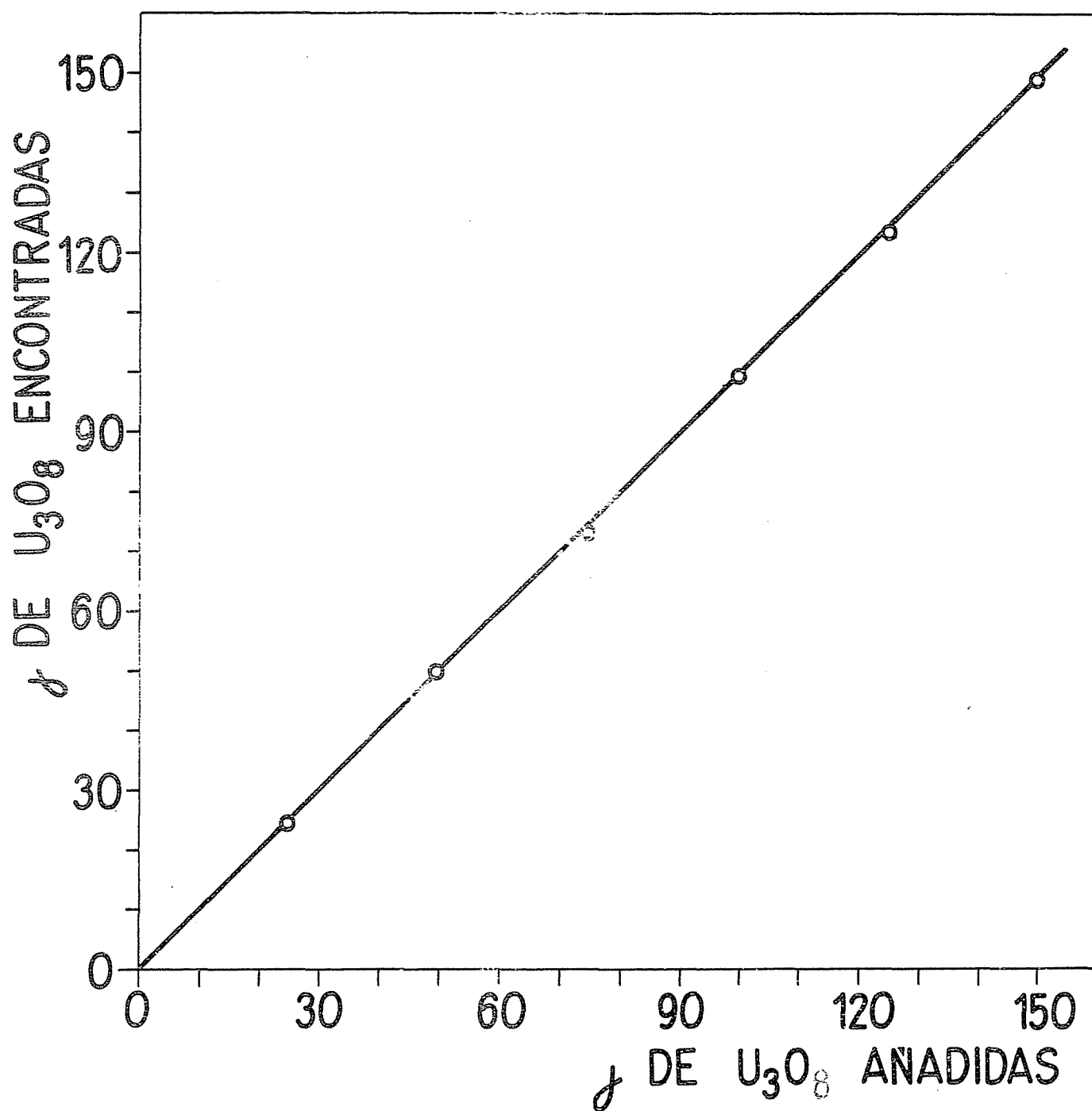


Fig. 5.1 - Correspondencia entre cantidades de uranio añadidas y encontradas en el método del dibenzoilmetano.

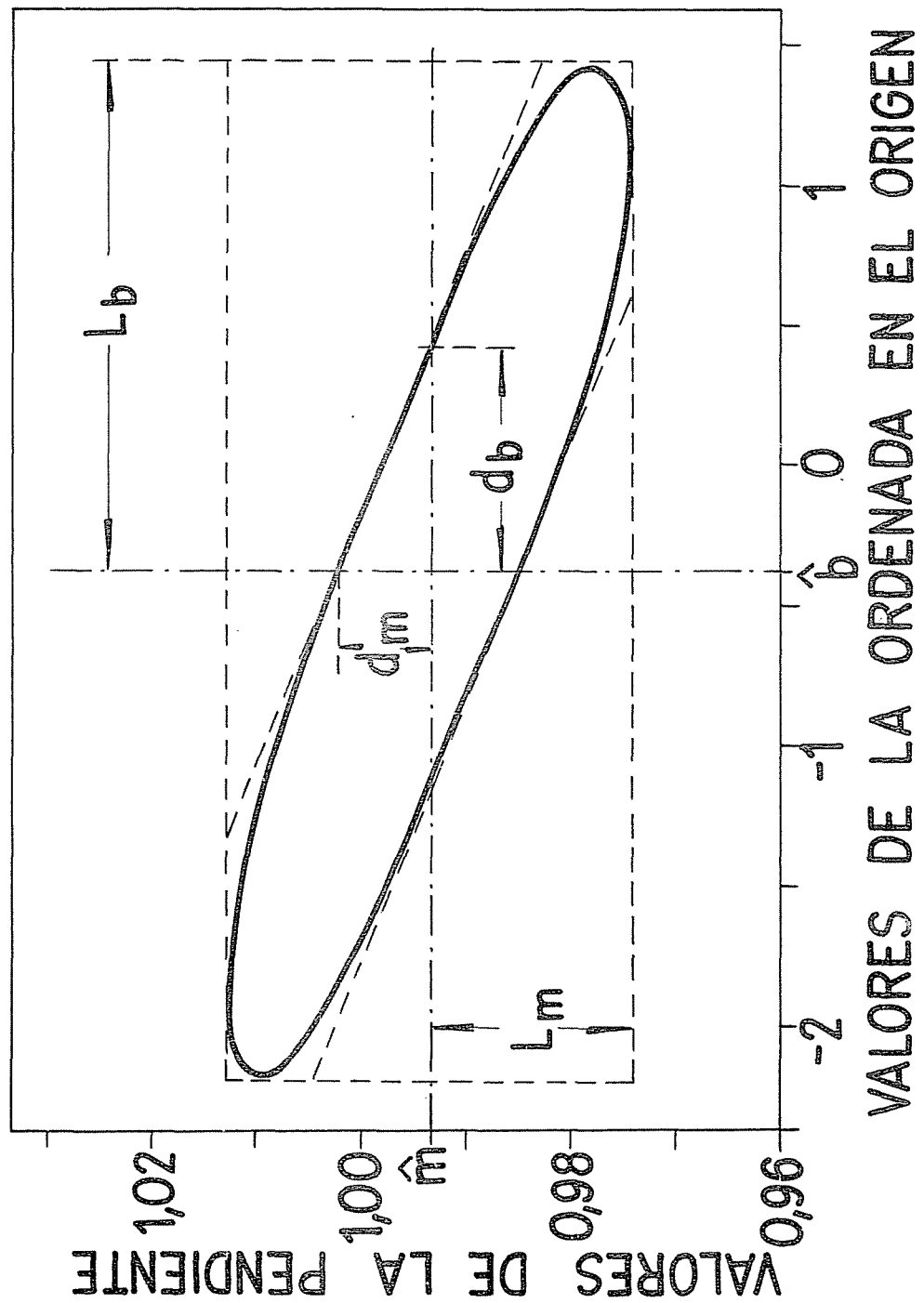


Fig. 5.2 - Elipse de confianza conjunta para la pendiente y ordenada en el origen, en el método del di-benzoilmetano, con probabilidad del 95 %.

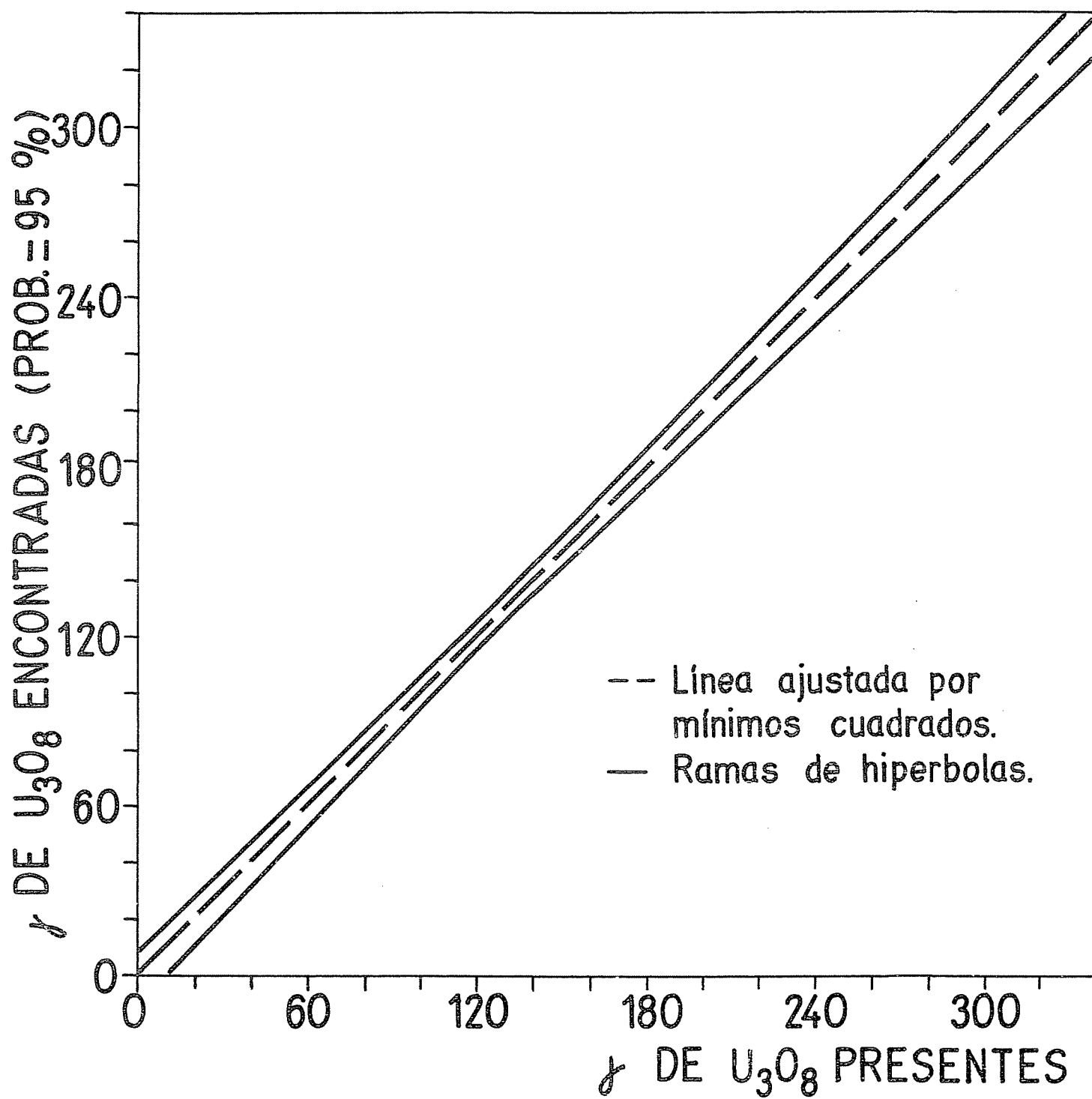


Fig. 5.3 - Banda de confianza para la línea de calibración con probabilidad del 95 %, en el método del dibenzoilmetano.

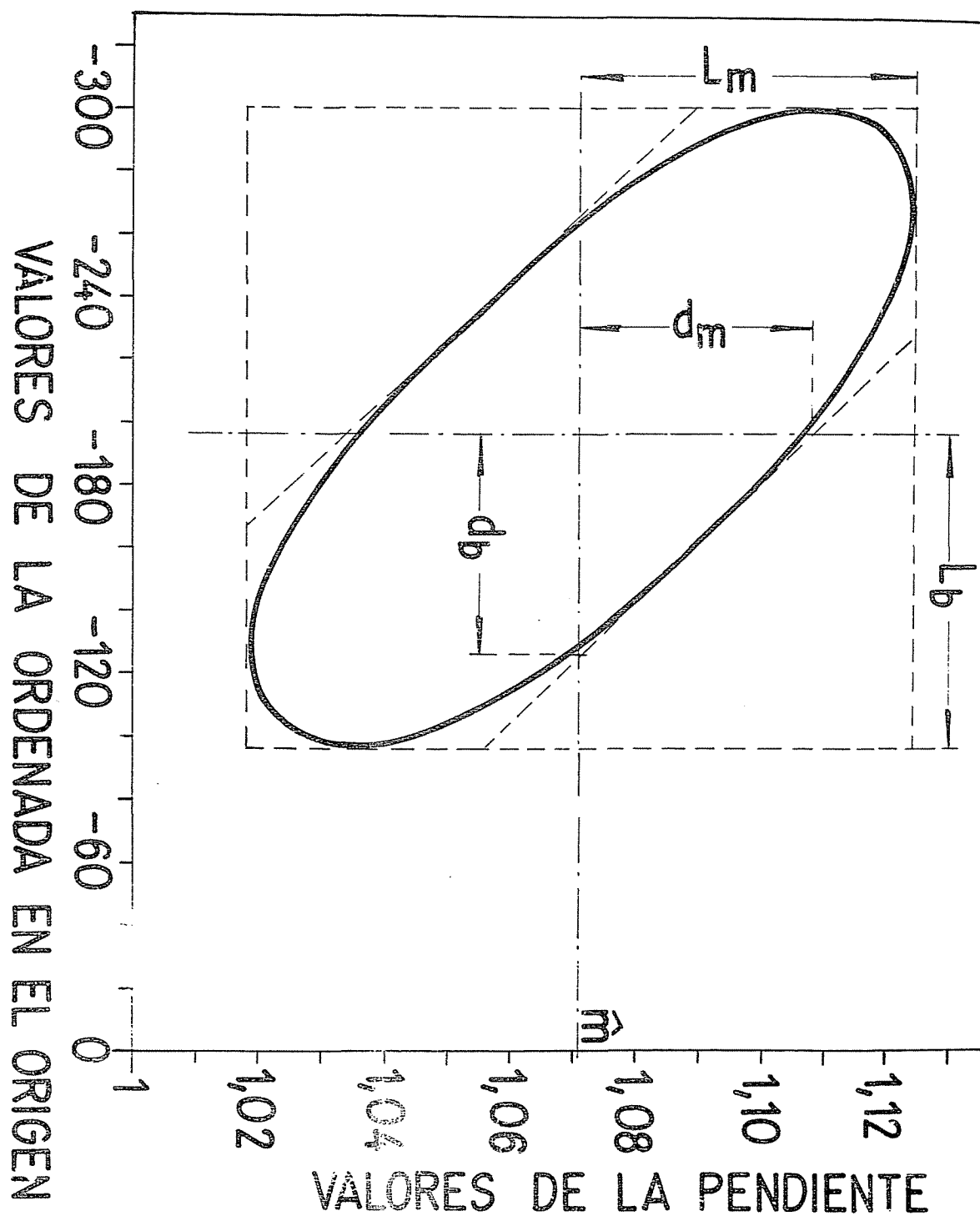


Fig. 5.4 - Elipse de confianza conjunta para la pendiente y ordenada en el origen, en el método resinas-hidróxido sódico-peróxido de hidrógeno, con probabilidad del 95 %.

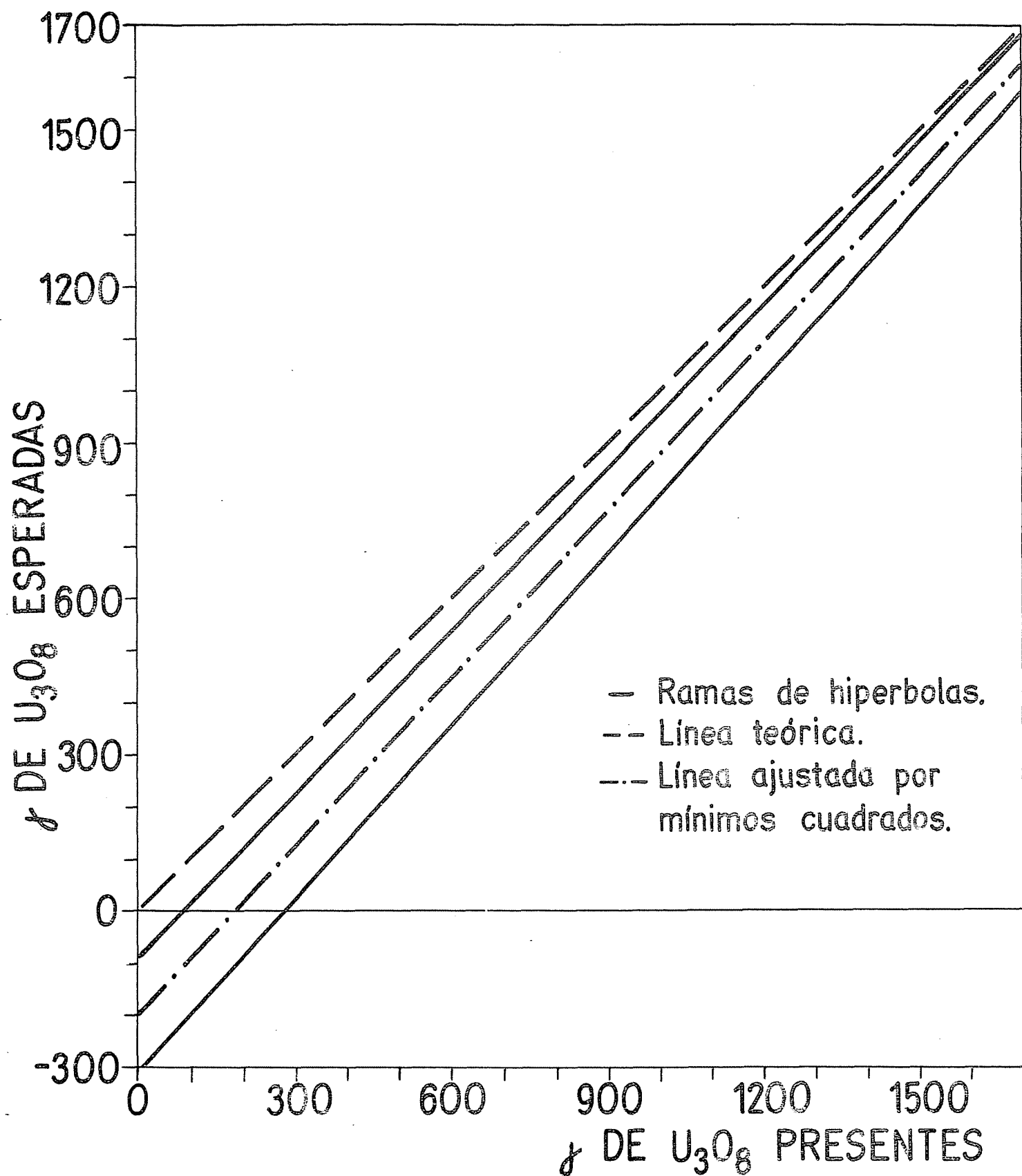


Fig. 5.5 - Banda de confianza para la línea de calibración con probabilidad del 95 %, en el método resinas-hidróxido sódico-peróxido de hidrógeno.

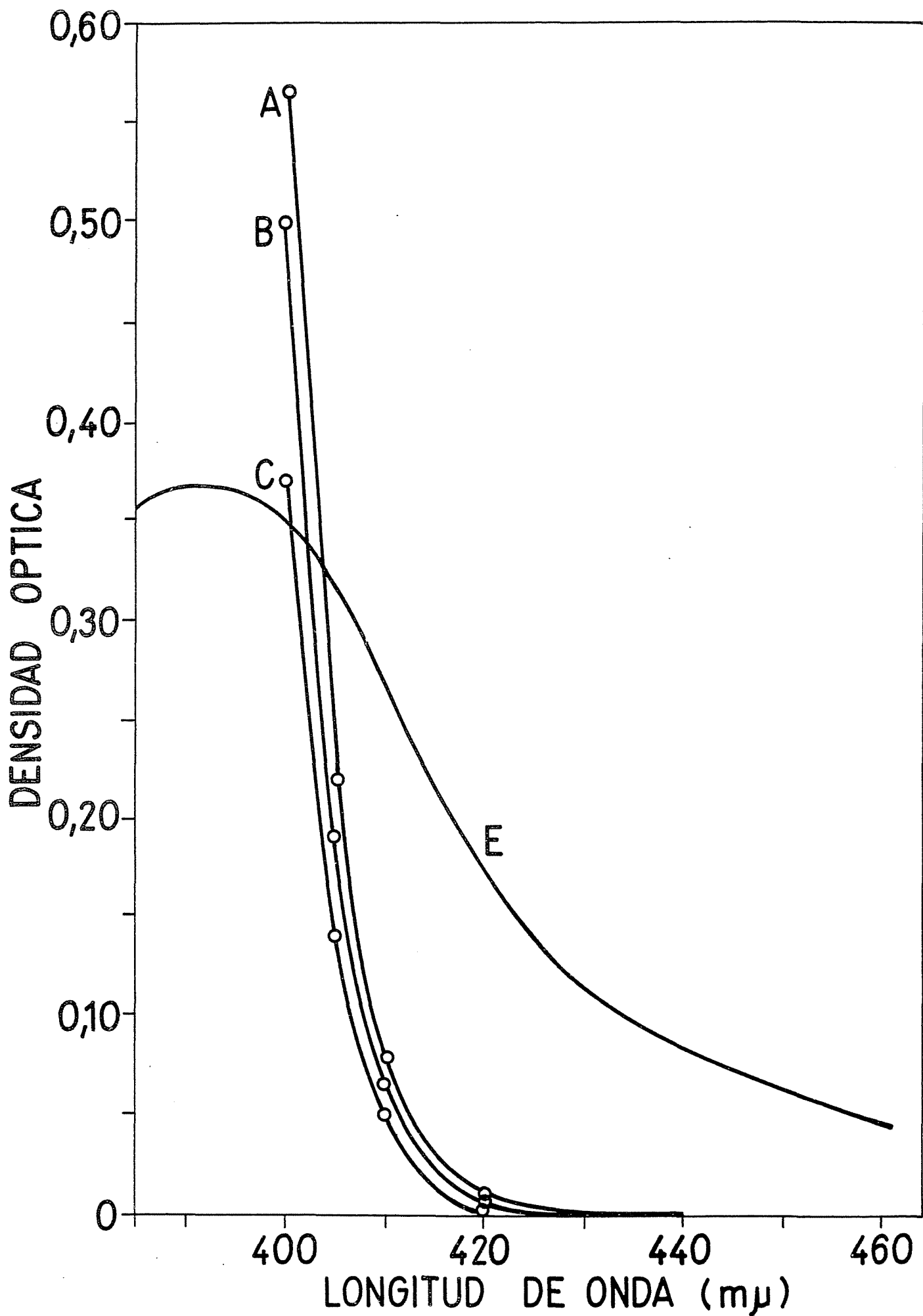


Fig. 6.1 - Espectro de absorción del complejo torio-dibenzoilmetano (A, B, C) y del uranio-dibenzoilmetano (E)

J. E. N. 100-DQ/I 31

0086, JT16

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación Espectrofotométrica de Microcantidades de Uranio Previa Extracción con Metilisobutilcetona-Fosfato de Tributilo"

VERA PALOMINO, J., PALOMARES DELGADO, F., PETREMENT, J., FERNANDEZ CELLINI, R., (1961) 24 pp., 13 figs., 8 tabs. 19 refs.

Se consigue la extracción selectiva del uranio en solución nítrica, por medio de la mezcla metilisobutilcetona-fosfato de tributilo (10:1) usando el nitrato de aluminio como agente salino. Para la determinación del uranio, se emplea el método propuesto por Joe Will y colaboradores (2), basado en la coloración amarilla del complejo uranil-dibenzoilmetano, que se mide en un espectrofotómetro a 410 m μ . El método se compara estadísticamente con el de la colorimetría con hidróxido sódico-perhidrol, previa separación

J. E. N. 100-DQ/I 31

0086, JT16

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación Espectrofotométrica de Microcantidades de Uranio Previa Extracción con Metilisobutilcetona-Fosfato de Tributilo"

VERA PALOMINO, J., PALOMARES DELGADO, F., PETREMENT, J., FERNANDEZ CELLINI, R. (1961) 24 pp., 13 figs., 8 tabs. 19 refs.

Se consigue la extracción selectiva del uranio en solución nítrica, por medio de la mezcla metilisobutilcetona-fosfato de tributilo (10:1) usando el nitrato de aluminio como agente salino. Para la determinación del uranio, se emplea el método propuesto por Joe Will y colaboradores (2), basado en la coloración amarilla del complejo uranil-dibenzoilmetano, que se mide en un espectrofotómetro a 410 m μ . El método se compara estadísticamente con el de la colorimetría con hidróxido sódico-perhidrol, previa separación

J. E. N. 100-DQ/I 31

0086, JT16

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación Espectrofotométrica de Microcantidades de Uranio Previa Extracción con Metilisobutilcetona-Fosfato de Tributilo"

VERA PALOMINO, J., PALOMARES DELGADO, F., PETREMENT, J., FERNANDEZ CELLINI, R., (1961) 24 pp., 13 figs., 8 tabs. 19 refs.

Se consigue la extracción selectiva del uranio en solución nítrica, por medio de la mezcla metilisobutilcetona-fosfato de tributilo (10:1) usando el nitrato de aluminio como agente salino. Para la determinación del uranio, se emplea el método propuesto por Joe Will y colaboradores (2), basado en la coloración amarilla del complejo uranil-dibenzoilmetano, que se mide en un espectrofotómetro a 410 m μ . El método se compara estadísticamente con el de la colorimetría con hidróxido sódico-perhidrol, previa separación

J. E. N. 100-DQ/I 31

0086, JT16

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación Espectrofotométrica de Microcantidades de Uranio Previa Extracción con Metilisobutilcetona-Fosfato de Tributilo"

VERA PALOMINO, J., PALOMARES DELGADO, F., PETREMENT, J., FERNANDEZ CELLINI, R. (1961) 24 pp., 13 figs. 8 tabs. 19 refs.

Se consigue la extracción selectiva del uranio en solución nítrica, por medio de la mezcla metilisobutilcetona-fosfato de tributilo (10:1) usando el nitrato de aluminio como agente salino. Para la determinación del uranio, se emplea el método propuesto por Joe Will y colaboradores (2), basado en la coloración amarilla del complejo uranil-dibenzoilmetano, que se mide en un espectrofotómetro a 410 m μ . El método se compara estadísticamente con el de la colorimetría con hidróxido sódico perhidrol, previa separación

del uranio con resinas de cambio iónico, y se determinan en ambos métodos las bandas de confianza para las líneas de calibración.

del uranio con resinas de cambio iónico, y se determinan en ambos métodos las bandas de confianza para las líneas de calibración.

del uranio con resinas de cambio iónico, y se determinan en ambos métodos las bandas de confianza para las líneas de calibración.

del uranio con resinas de cambio iónico, y se determinan en ambos métodos las bandas de confianza para las líneas de calibración.