

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5360 : 1991

**GRAPHIT –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG URAN OXIT**

Graphite – Method for the determination of uranium oxide content

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 5360 : 1991 do Trung tâm phân tích - Viện Năng lượng nguyên tử quốc gia biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban khoa học Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Graphit – Phương pháp xác định hàm lượng uran oxit

Graphite – Method for the determination of uranium oxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chiết - trắc quang xác định hàm lượng uran oxit áp dụng cho quặng graphit, tinh quặng và các sản phẩm làm từ graphit.

1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc tạo thành phức màu xanh của U^{6+} với axenazon III và đo quang dung dịch mẫu.

2 Thiết bị, dụng cụ và hóa chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Máy trắc quang;

Cân phân tích;

Lò nung 1000 °C;

Chén bạch kim;

Chén sứ;

Phễu chiết dung tích 60 ml;

2.2 Hóa chất

Axit nitric, dung dịch 1 : 1;

TCVN 5360 : 1991

Axit flohydric;

Axit clohydric, dung dịch 1 : 1 và dung dịch chuẩn 0,1 N;

Clorofoom (CCl_4);

Axenazo III, dung dịch 0,05 %;

Amoni hydroxyt, dung dịch 1 : 1;

Natri clorua;

Complexon III, dung dịch complexon III;

Tributtylen photphat: (TBP);

Uranyl nitrat ngậm nước ($\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$);

Glicocol dung dịch 0,1 N chuẩn bị như sau: Hòa tan 7,507 g glicocol và 5,85 g natri clorua trong 1000 ml nước.

Dung dịch đệm pH 2,5, cho 66,6 ml dung dịch glicocol 0,1 N vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng dung dịch axit clohydric 0,1 N.

Dung dịch đệm pH 2,2, cho 50 ml dung dịch glicocol 0,1 N vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng dung dịch axit clohydric 0,1 N.

Amoni nitrat, dung dịch 68 %, chuẩn bị như sau: hòa tan 68 g amoni nitrat vào 32 ml dung dịch đệm pH 2,5.

Complexon III, dung dịch 5 %, chuẩn bị như sau: hòa tan 5 g complexon III vào 95 ml dung dịch amoni nitrat 68 %.

Tri – N- butyl photphat, dung môi chiết pha như sau: 1 thể tích TBP và 4 thể tích clorofoom.

Dung dịch uran chuẩn;

Dung dịch A chuẩn bị như sau: Nung uranyl nitrat ngậm nước ở nhiệt độ $500\text{ }^\circ\text{C}$ đến $550\text{ }^\circ\text{C}$ trong 4 giờ. Sau khi để nguội cân một lượng 0,1179 g U_3O_8 và hoà tan trong 7 ml đến 8 ml axit nitric. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml và định mức đến vạch bằng nước. 1 ml dung dịch A chứa 0,1 mg uran oxit.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: Lấy bằng pipet 1 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng nước. 1 ml dung dịch B chứa 10 μg uran.

3 Cách tiến hành

3.1 Cân 1 g mẫu graphit vào chén sứ, tro hóa mẫu trong lò nung ở nhiệt độ 900 °C trong khoảng 4 giờ đến 5 giờ (tùy theo hàm lượng cacbon có trong mẫu) để nguội, chuyển mẫu vào chén bạch kim. Thêm vào 2 ml axit nitric và 5 ml axit flohydric, tiến hành quá trình trên từ 2 đến 3 lần (tùy theo hàm lượng silic có trong mẫu). Sau đó cô cạn mẫu 2 lần nữa, mỗi lần với 5 ml axit nitric. Hòa mẫu bằng 15 ml dung dịch axit nitric 1 : 1 và chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức bằng nước đến vạch (dung dịch gốc).

3.2 Lấy bằng pipet lượng dung dịch gốc (sao cho hàm lượng uran từ 5 µg đến 30 µg) cho vào cốc dung tích 50 ml, cô mẫu đến thể tích khoảng 1 ml, sau đó chuyển vào phễu chiết dung tích 60 ml. Thêm vào đó một lượng dung dịch amoni nitrat sao cho tổng thể tích trong phễu chiết là 20 ml, thêm 3 ml dung dịch complexon III và 10 ml dung dịch TBP, lắc mạnh phễu chiết trong 2 phút và để yên cho phân lớp trong 3 phút. Sau khi tách pha hữu cơ vào một phễu khác, pha nước lại được chiết một lần nữa với 10 ml TBP. Toàn bộ pha hữu cơ được rửa 3 lần, mỗi lần với 10 ml dung dịch amoni nitrat và 1 ml dung dịch complexon III. Sau khi rửa, cho vào pha hữu cơ 20 ml dung dịch đệm pH 2,2 và 2 ml axenazo III, lắc mạnh dung dịch trong 2 phút. Sau 30 phút đo mật độ quang lớp dung dịch mẫu trên máy so màu ở bước sóng 650 nm với cuvet chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 50 mm.

Dung dịch so sánh là một hỗn hợp gồm 20 ml dung dịch đệm pH 2,2 và 2 ml dung dịch axenazo III.

Từ giá trị mật độ quang của dung dịch phân tích xác định được hàm lượng uran trên đồ thị chuẩn.

3.3 Lập đồ thị đường chuẩn như sau: dùng pipet cho vào các phễu chiết dung tích 60 ml những lượng: 0,5 ml; 1 ml; 1,5 ml; 2 ml; 2,5 ml; và 3 ml dung dịch B tương ứng với 5 g; 10 g; 15 g; 20 g; 25 g; 30 g.

Cho vào mỗi phễu chiết lượng dung dịch amoni nitrat để thể tích dung dịch ở mỗi phễu là 20 ml. Sau đó cho vào mỗi phễu 3 ml dung dịch complexon III và chiết mỗi dung dịch 2 lần, mỗi lần với 10 ml dung dịch TBP và làm tiếp theo như đã chỉ dẫn ở 3.2.

Để xây dựng đồ thị chuẩn lấy kết quả trung bình của ba lần đo mật độ quang của mỗi dung dịch.

Theo giá trị trung bình mật độ quang đo được và hàm lượng uran đã biết, lập đồ thị chuẩn.

4 Tính kết quả

4.1 Hàm lượng uran oxit U₃O₈ (X) được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X = 1,179 \times \frac{m_1 \times V \times 100}{m \times V_1}$$

trong đó

m₁ là lượng uran tìm thấy trên đồ thị chuẩn, tính bằng miligam;

V là thể tích toàn bộ dung dịch phân tích, tính bằng mililít;

V₁ là phần thể tích dung dịch lấy để phân tích, tính bằng mililít;

m là lượng mẫu graphit, tính bằng gam.

4.2 Sai lệch cho phép giữa các kết quả của hai phép xác định song song không được lớn hơn giá trị trong Bảng dưới đây.

Hàm lượng uran oxit U ₃ O ₈	Sai lệch cho phép
Nhỏ hơn 0,005	0,0005
Từ 0,005 đến 0,01	0,0007
Từ 0,01 đến 0,05	0,002

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song cuối cùng.
