

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4423 : 1987

**QUẶNG SA KHOÁNG –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG URAN OXIT**

Sandstone – Method for the determination of uranium oxide content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 4423 : 1987 do Trung tâm vật liệu hạt nhân biên soạn, Viện Năng lượng Nguyên tử quốc gia đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật 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.

Quặng sa khoáng – Phương pháp xác định hàm lượng uran oxit

Sandstone – Method for the determination of uranium oxide content

Tiêu chuẩn này qui định cho việc xác định hàm lượng uran oxit (U_3O_8) có trong tinh quặng monasit tuyển từ sa khoáng ven biển Việt Nam. Khi phân tích phải tuân theo các qui định chung của TCVN 4422 : 1987.

1 Nội dung của phương pháp

Mẫu quặng được hòa tan và tách các nguyên tố cản trở bằng cách chiết với tri – n – butyphotphat (TBP). Uran oxit được xác định bằng phương pháp trắc quang với thuốc thử arsenazo III.

2 Thiết bị dụng cụ và hóa chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Lò nung $1.000^{\circ}C$;

Cân phân tích;

Máy đo pH;

Máy trắc quang có bước sóng từ 300 nm đến 800 nm;

Bình định mức 100 ml;

Phễu chiết 60 ml;

Cốc 50 ml;

Ống đong 10 ml ;

Chén niken 20 ml ;

TCVN 4423 : 1987

2.2 Hóa chất

Axit nitric, dung dịch (d = 1,4);

Axit sunfuric, dung dịch (d = 1,84);

Axit clohydric, dung dịch tiêu chuẩn 0,1N và (1+1);

Glicocol;

Arsenazo III, dung dịch 0,05%;

Natri Peoxit;

Natri clorua;

Amoni hidroxit (1+1);

Amoni nitrat;

Complexon III ;

Tri – n – butylphosphat ;

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

3 Chuẩn bị hóa chất

3.1 Dung dịch glicocol 0,1N ; hòa tan 7,507g glicocol và 5,85 g natriclorua trong 1000 ml nước.

3.2 Dung dịch đệm pH = 2,5; Cho 66,6 ml dung dịch glicocol 0,1 N vào một bình định mức 100 ml và cho thêm dung dịch axit clohydric 0,1 N đến vạch định mức.

3.3 Dung dịch đệm pH = 2,2; cho 58 ml dung dịch glicocol 0,1 N vào một bình định mức 100 ml và đổ thêm dung dịch axit clohydric 0,1 N đến vạch định mức (để có giá trị pH chính xác của dung dịch đệm cần phải sử dụng một máy đo pH và một dung dịch axit clohydric (1+1) hoặc một dung dịch amoni hidroxit (1+1) để điều chỉnh số đo pH trên máy.

3.4 Dung dịch amoni nitrat: Hòa tan 58 g amoni nitrat vào trong 32 ml dung dịch đệm pH = 2,5.

3.5 Dung dịch complexon III: Hòa tan 5 g complexon III trong 95 ml dung dịch amoni nitrat.

3.6 Dung môi chiết tri – n – butylphosphat (TBP) được pha theo tỷ lệ 1 thể tích TBP + 4 thể tích CCl_4 .

3.7 Dung dịch uran chuẩn 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$: nung $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong 4 giờ ở nhiệt độ 500 °C – 550 °C để chuyển hóa hoàn toàn thành U_3O_8 . Sau khi để nguội, cân 0,1179 g U_3O_8 và hòa tan trong 7 ml – 8 ml dung dịch axit nitric, chuyển dung dịch vào bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch định mức.

3.8 Dung dịch uran 20 µg/ml: từ dung dịch U₃O₈ trên lấy chính xác 2 ml cho vào một bình định mức 100 ml sau đó thêm nước đến vạch định mức.

4 Cách tiến hành

Cân chính xác 1,0 g mẫu, hòa tan trong 10 ml dung dịch axit sunfuric trong một cốc 50 ml. Sau khi đun đến gần khô thêm 10 ml axit sunfuric rồi đun đến khô. Để nguội mẫu rồi cho 30 ml nước đã làm lạnh đến nhiệt độ thấp hơn 44°C để hòa tan mẫu. Rót dung dịch vào bình định mức 100 ml. Sau khi thêm 8 ml dung dịch axit xitric pha thêm nước đến vạch định mức. Nếu mẫu xử lý như cách trên vẫn còn nhiều cặn thì cần phải nung chảy mẫu với natripeoxit trong chén niken trước khi xử lý bằng axit sunfuric.

Lấy một lượng dung dịch mẫu có hàm lượng uran nằm trong khoảng từ 5 µg đến 30 µg cho vào cốc 50 ml. Sau khi cô đến thể tích còn khoảng 1 ml, mẫu được chuyển vào phễu chiết 60 ml. Thêm vào đó một lượng dung dịch amoni nitrat sao cho tổng thể tích trong phễu là 20 ml. Sau khi cho thêm 3 ml complexon III và 10 ml dung dịch RBP, lắc mạnh phễu chiết trong 2 phút và để yên phân lớp trong 5 phút. Sau khi tách khỏi pha hữu cơ, pha nước lại được chiết trong một lần nữa với 100 ml dung dịch 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 18 ml dung dịch đệm pH = 2,2 và 2 ml arsenazo III, lắc mạnh dung dịch trong 2 phút và để yên trong 30 phút rồi đo mật độ quang của lớp dung dịch mẫu trên máy quang phổ ở bước sóng λ = 650 nm. Dung dịch so sánh là một hỗn hợp gồm 18 ml dung dịch đệm pH = 2,2 và 2 ml dung dịch arsenazo III. Hàm lượng uran oxit được tính theo đồ thị chuẩn.

5 Cách lập đồ thị chuẩn

Cho vào 6 phễu chiết một lượng dung dịch chuẩn uran tương ứng từ 5 µg đến 30 µg. Thêm vào đó một lượng dung dịch amoni nitrat để thể tích dung dịch ở mỗi phễu là 20 ml. Sau đó cho vào mỗi phễu 1 ml dung dịch complexon III và chiết các dung dịch 2 lần, một lần với 10 ml dung dịch TBP. Các bước tiếp theo được tiến hành như phần 5. Sau khi đo mật độ quang của các lớp dung dịch mẫu vẽ đồ thị chuẩn với trục tung biểu diễn giá trị mật độ quang trục hoành biểu diễn hàm lượng uran trong các mẫu chuẩn.

6 Tính kết quả

6.1 Hàm lượng phần trăm của uranoxit (U₃O₈) được xác định theo công thức:

$$X = 1,179 \times \frac{G_1 \times V}{G \times V_1} \times 100$$

TCVN 4423 : 1987

Trong đó:

G là lượng mẫu phân tích, tính bằng g;

G_1 là Lượng uran tính theo đồ thị chuẩn, tính bằng g;

V là Thể tích lượng mẫu G , tính bằng ml;

V_1 là Thể tích dung dịch dùng để so màu, tính bằng ml;

1,179 là hệ số chuyển đổi uran thành Uranoxit.

6.2 Độ lệch cho phép

Độ lệch giữa các kết quả xác định đồng thời không được vượt quá các giá trị trong bảng dưới đây:

Đơn vị tính %

Hàm lượng U_3O_8	Độ lệch cho phép
Nhỏ hơn 0,1	0,01
Từ 0,1 đến 0,2	0,02
Lớn hơn 0,2 đến 0,3	0,03
Lớn hơn 0,3 đến 0,4	0,04
