Q/OH

Стандарты ОООУран272 Китайской Ядерной Корпорации

Q/OH, J02.2. 01 35-2009

Измерение закиси-окиси урана в общем количестве урана

Опубликовано 13.05.2010\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_реализовано 30.052010

Опубликовано ООО Уран272 Китайской национальной ядерной корпорации

Измерение закиси-окиси урана в общем количестве урана

1 Область

Данные нормы определяют порядок измерения концентрации урановой руды в уране, использование реактивов и измерительных приборов, метод анализа, расчет результата анализа и точность метода.

Данные нормы применяются при измерении закиси-окиси диоксида урана в уране.

2 Описание метода

В среде фосфорной кислоты с использованием железного купороса восстанавливают уран(VI) до урана (IV), молибден служит катализатором, используюя ионы двухвалентного железа при окислении азотной кислоты, добавляют сульфата ванадия ацил, добавляют раствор двухромовокислого калия, который применяют при конечном методе потенциометрического титрования.

3 Реактивы и материалы

Кроме пунктов, которые комментируются отдельно, при анализе источником используемых реактивов являлись чистые реактивы и дистиллированная или деионизированная вода или вода, очищенная надлежащим образом.

3.1 Фосфорная кислота: 85%;

 При использовании 1л фосфорной кислоты (3.1) добавить 5мл раствора двухромовокислого калия 0.2мол/л, который в течении 30мин должен сохранять желтый цвет.

3.2 Азотная кислота: 67%;

3.3 Раствор серной кислоты: 1+1; перемешать, 500мл серной кислоты медленно ввести в 500мл воды, размешать до однородного состояния, охладить.

3.4 Раствор сульфаминовая кислота: 150гр/л;

3.5 Раствор железного купороса: 280гр/л;

 Отмерить 280г железного купороса (FeSO4·7H2О) поместить в колбу T1000ml добавить 100мл серной кислоты, перемешать, добавить 600мл воды, после получения раствора, разбавить его так, чтобы получилось 1000мл. Данный раствор годен в течении двух недель.

3.6 Раствор окислителя:

 Отмерить 4.0гр молибденовокислого аммония растворенного в 400мл воды, добавить 500мл азотной кислоты, также добавить 100мл раствора сульфоновой кислоты (3. 4), перемешать. Срок годности данного раствора – одна неделя.

3.7 Раствор ацила сульфата ванадия: 50гр/л; способ приготовления описан в приложении А.

3.8 Нормы двухромовокислого калия:

3.8.1Твердое вещество двухромовокислого калия: основной реагент

 Основным критерием двухромовокислого калия является сушка при постоянной температуре 130±100C в течении 6ч 0. 685гр〜0. 689гр (с точностью до 0.1мг), помещенного в небольшую пластиковую посуду, хранить в сушилке.

3.8.2 Титрованный раствор двухромовокислого калия(I)

3.8.2.1 Приготовление

 Основным критерием двухромовокислого калия является сушка при постоянной температуре 130±100C в течении 6ч 10.00гр (ml), довести точно до 0.1мг, затем растворить в воде, переместить определенное количество(m2) в мерную колбу объемом 1000мл, при помощи воды развести до отметки. Взвесить общую массу мерной колбы и раствора двухромовокислого калия(m3), довести точно до 1мг, размешать.

3.8.2.2 Расчеты

Титрованный раствор двухромовокислого калия(I) рассчитывается посредством вычисления массовой доли, цифровые значения исчисляются грамм на грамм (g/g), расчеты производятся в соответствии с формулой приведенной ниже(1): 

Где: *m1*—— значение количества изначально отмерянного двухромовокислого калия, измеряемое в граммах (гр)

 *m2*—— уже известная масса мерной колбы, измеряемая в граммах (гр)

 *m3*—— общая масса мерной колбы и двухромовокислого калия(I), измеряемая в граммах (гр).

 Результат состоит из четырехзначной цифры.

3.8.2.3 Измерение плотности

 Взять 6 чистых колб с уже известной массой(*m4*), в которые налить точно 10.00мл (с точностью до 10мкл) нормальную титрованный раствор двухромовокислого калия(I), взвесить их массу(ms), расчеты производятся в соответствии с формулой приведенной ниже(2):



Где: *m4*—— уже известная масса мерной колбы, измеряемая в граммах (гр)

 *m5*—— общая масса мерной колбы и двухромовокислого калия(I), измеряемая в граммах (гр).

 10.00—— объем используемого двухромовокислого калия(I), измеряемый в миллилитрах (мл)

 Результат состоит из четырехзначной цифры.

3.8.3 Титрованный раствор двухромовокислого калия(II)

3.8.3.1 Приготовление

 Основным критерием двухромовокислого калия является сушка при постоянной температуре 130±100C в течении 6ч 0.60гр (m6), довести точно до 0.1мг, затем растворить в воде, переместить определенное количество(m7) в мерную колбу объемом 1000мл, , при помощи воды развести до отметки. Взвесить общую массу мерной колбы и раствора двухромовокислого калия(m8), довести точно до 1мг, размешать.

3.8.3.2 Расчеты

 Титрованный раствор двухромовокислого калия(II) расчитывается посредством вычисления массовой доли, цифровые значения исчисляются грамм на грамм (g/g), расчеты производятся в соответствии с формулой приведенной ниже(3):



Где: m6—— значение количества изначально отмерянного двухромовокислого калия, измеряемое в граммах (гр)

 m7—— уже известная масса мерной колбы, измеряемая в граммах (гр)

 m8—— общая масса мерной колбы и двухромовокислого калия(II), измеряемая в граммах (гр).

Результат состоит из четырехзначной цифры.

3.8.2.3 Измерение плотности

Взять 6 чистых колб с уже известной массой(*m9*), в которые налить точно 10.00мл (с точностью до 10мкл) титрованный раствор двухромовокислого калия(II), взвесить их массу(m10), расчеты производятся в соответствии с формулой приведенной ниже(4):



 Где: *m9*—— уже известная масса мерной колбы, измеряемая в граммах (гр)

 *m10*—— общая масса мерной колбы и двухромовокислого калия(II), измеряемая в граммах (гр).

 10.00—— объем используемого двухромовокислого калия(II), измеряемый в миллилитрах (мл)

 Результат состоит из четырехзначной цифры.

4 Оборудование

4.1 Титратор автоматический потенциометрический Titrando836, см. приложение В

4.2 Комбинированный электрод для измерения Titrando6. 0431.100 (измерение pH)

4.3 Аналитические весы с точностью взвешивания 0.1мг

5 Метод анализа

5.1 Отвесить 2.00гр образца, довести точно до 0.1мг и поместить в колбу объемом 300мл, добавить 40мл фосфорной кислоты(3.1), 5 азотной кислоты(3.2), накрыть предметным стеклом поставить колбу на электропечь для нагревания и последующего растворения образца.

5.2 После растворения образца, снять с электропечи и охладить. С помощью пипетки набрать 5мл раствора серной кислоты и поместить на предметное стекло.

5.3 Колбу поместить в магнитную мешалку и непрерывно перемешивая получить 5мл раствора сульфаминовой кислоты(3.4), добавить 17мл раствора железного купороса(3.5), перемешивать 1.5мин.

 Примечание: при добавлении раствора железного купороса, необходимо прямое добавление в раствор образца, так чтобы на стенках колбы не оставалось капель.

5.4 Поместить термометр в колбу, довести раствор до температуры 33°C〜35°C и ввести по внутренним стенкам колбы 10мл окислителя (3.6).

 Примечание: в момент добавления окислителя к образцу раствора, должен проявиться коричневый цвет, однако время проявление цвета не должно превышать 40сек.

5.5 После того как темный цвет образца исчезнет, продолжить перемешивание в течении 25мин, затем отставить образец на полминуты для исчезновения пузырьков воздуха.

5.6 Затем добавить раствор ацила сульфата ванадия(3.7) и 100мл воды, так, чтобы температура добавляемой воды была в пределах 200C 〜250C.

5.7 Двойным щелчком мыши по пиктограмме  открыть программу автоматического титрования. Войти в интерфейс программы.

5.8 Щелкнуть по значку , перейти в открывшееся окно программы.

5.8.1 Нажать на в правом верхнем углу окна, щелкнуть по «титрованный раствор двухромовокислого калия(I)», во вкладке раствор в разделе концентрация ввести значение концентрации титрованного раствора двухромовокислого калия(I)(3.8.2), нажать «Подтвердить». Двойным щелчком кликнуть по «титрованный раствор двухромовокислого калия(II)», во вкладке раствор в разделе концентрация ввести значение концентрации титрованного раствора двухромовокислого калия(II)(3.8.3), нажать «Подтвердить».

5.8.2 Нажать на  в правом нижнем углу окна щелкнуть по «титрованный раствор двухромовокислого калия(I)», в разделе значение ввести значение плотности титрованного раствора двухромовокислого калия(I), во вкладке единицы измерения выбрать или ввести соответствующую единицу измерения, нажать «Подтвердить». Двойным щелчкомкликнуть по «титрованный раствор двухромовокислого калия(II)», перейти во вкладку значения и ввести значение плотности титрованного раствора двухромовокислого калия(II), во вкладке единицы измерения выбрать или ввести соответствующую единицу измерения, нажать «Подтвердить».

5.9 Щелкнуть по пиктограмме , перейти в открывшееся окно.

5.9.1 Нажать на в правом верхнем углу окна, нажать на выпавшем с правой стороны меню , выбрать метод анализа «определение U3O8 в уране».

5.9.2 Поместить образец в мешалку автоматического потенциометрического титратора, добавить твердое вещество двухромовокислого калия, во вкладке «твердое вещество двухромовокислого калия» ввести его значение, во вкладке масса образца ввести значение его массы.

5.10 2После того, как перемешивание было закончено, комбинированные электроды и титровальную головку опускают вниз.

 Примечание: во время процесса титрования электроды помещают на определенном расстоянии, что предотвращает их повреждение.

5.11 Нажать на , после этого ввести точные данные, нажать «Подтвердить» Автоматический потенциометрический титратор начинает процесститрования, необходимо дождаться окончания процесса.

5.12 Происходит скачок титрования, напряжение составляет примерно 190мВ.

6 Расчет результатов анализа

 В образце вычисляется массовая доля содержания урана, значение которого исчисляется в процентах(%) по нижеследующей формуле(5):



Где:

 *V1*— объем титрованного раствора двухромовокислого калия(I), измеряемое в миллилитрах(мл)

 *V2*—объем титровальной колбы и титрованного раствора двухромовокислого калия(II), измеряемое в миллилитрах(мл)

 W一一масса двухромовой кислоты (5.8.1), измеряемое в граммах(гр)

 P1一一 плотность титрованного раствора двухромовокислого калия(I), измеряемая в граммах на миллилитры(гр/мл)

 P2一一 масса титрованного раствора двухромовокислого калия(II) в титровальной колбе, измеряемая граммах на миллилитры (гр/мл)

 C1—一 концентрация титрованного раствора двухромовокислого калия(I), измеряемая в граммах на граммы (гр/гр)

 C2—一концентрация титрованного раствора двухромовокислого калия(II), измеряемая в граммах на граммы (гр/гр)

 m - - масса образца, измеряемая в граммах(гр)

 K一一коэффициент пересчёта урана к двухромовокислому калию.

Результат представлен до двух цифр после запятой.

7 Точность

Погрешность в результатах двух анализов не должна превышать 0.15%

|  |
| --- |
|  |