ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования

«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания к выполнению лабораторных работ

по дисциплине «Аналитическая химия урана, плутония и тория» для студентов 073400 "Безопасность и нераспространение ядерных материалов"

по направлению 651000 "Ядерные физика и технологии"

**Качественное определение урана и тория в твердых материалах**

Томск – 2009 г.

**Цель работы**

1.Освоить методику качественного определения урана и тория в рудах, концентратах

2.Определить, присутствует или нет уран и торий в пробах руды

**теоретические основы**

Для качественного определения урана и тория применяют методы химического, радиометрического, спектрального, а для урана еще и люминесцентного анализа. Химические методы основаны на различных реакциях взаимодействия урана и тория с неорганическими и органическими реагентами с образованием либо трудно-растворимых, либо окрашенных соединений. В аналитической практике для качественного обнаружения урана и тория предпочтение отдается методам с образованием окрашенных соединений. Так, например, ион уранила с неорганическим реагентом – ферроцианидом калия – образует осадок красно-бурого цвета:

,



а ион тория с органическим реагентом – натриевой солью-дифениламин-4-сульфокислоты – образует красно-фиолетовый осадок:

.



Определению мешают примеси, присутствующие в пробе анализируемого материала: железо, медь, никель, титан, молибден и др. Большинство мешающих элементов можно отделить в виде сульфидов, действуя на раствор сульфидом аммония. Уран предварительно должен быть переведен в растворимый комплекс карбонатом аммония, в противном случае уран в виде сульфида UO2S окажется в осадке вместе с сульфидами примесей. Избыток сульфида аммония в фильтрате окисляют пероксидом водорода, затем раствор подкисляют для разложения растворимого трикарбонатного комплекса, добавляют винную кислоту для связывания в комплекс молибдена и выполняют реакцию с ферроционидом калия. При определении тория с использованием дифениламин-4-сульфокислоты натриевой соли мешающими примесями являются скандий, титан, цирконий, молибден и др., а также соли железа, образующие с реактивом коричневую окраску. Для отделения тория от указанных элементов применяются в основном две реакции – осаждение в кислых средах фторида или оксалата тория. Осаждение тория в виде фторида дает более надежные результаты при отделении его от больших количеств железа, алюминия, циркония и урана. Наиболее полно фторид тория осаждается при введении фтористого аммония, особенно в присутствии минеральных кислот.



**определение урана**

Реактивы:

1. соляная кислота, концентрированная;
2. азотная кислота, концентрированная;
3. аммиак, 25% - ный раствор;
4. (NH4)2CO3 , в порошке;
5. (NH4)2S , насыщенный раствор H2S в 25% - ном растворе NH4OH;
6. пероксид водорода, 30 % - ный раствор;
7. винная кислота - (C4H4O6), 50% - ный раствор;
8. серная кислота, концентрированная;
9. раствор K4[Fe (CN)6].

Ход работы:

Навеску руды, содержащей (40 – 50) мг U3O8, помещают в фарфоровый тигель, смачивают двумя – тремя каплями концентрированной HCl и добавляют 1 каплю концентрированной HNO3. Тигель ставят на электроплитку, и содержимое выпаривают досуха. Затем в тигель добавляют (7 – 10) капель воды, (1 – 2) капли 25%-ного раствора аммиака (до щелочной реакции), небольшое количество сухого карбоната аммония и одну каплю сульфида аммония. Содержимое тигля тщательно перемешивают, нагревают в течение трех минут и отфильтровывают на центрифуге. Фильтрат сливают в фарфоровую чашечку, добавляют 3 капли пероксида водорода и выпаривают почти досуха, затем в чашечку добавляют 1 каплю воды, 1 каплю серной кислоты, 3 капли винной кислоты и тщательно перемешивают. К полученному в чашечке раствору добавляют (1 – 2) капли раствора K4[Fe(CN)6]. Появление красно-бурого осадка свидетельствует о наличии урана в навеске руды.

В отчете о выполнении качественного определения урана представить все реакции по ходу работы, в которых участвует уран.

**определение тория**

Реактивы:

1. серная кислота, концентрированная;
2. соляная кислота, концентрированная;
3. аммония фторид, кристаллический;
4. едкий натр, 40% - ный раствор;
5. уксусная кислота, насыщенный раствор;
6. натриевая соль ализаринсульфокислоты (C12H10O3NSNa), раствор.

Ход работы:

Навеску руды в количестве (20 – 40) мг помещают в тигель, добавляют 6 капель концентрированной серной кислоты, нагревают до удаления последней, снова добавляют и снова нагревают. Нагревание ведется до тех пор, пока проба руды в тигле не останется в виде густой массы, смоченной серной кислотой. Тигель охлаждают, массу выщелачивают водой, взятой в количестве (20 – 30) капель (1 – 1,5 мл) и переносят с осадком в фарфоровую чашечку. Туда же добавляют одну каплю концентрированной соляной кислоты, нагревают до кипения и охлаждают. Охлажденный раствор с осадком отфильтровывают в центрифуге. Осадок промывают 10 каплями воды и снова отфильтровывают на центрифуге. Фильтраты объединяют, добавляют несколько крупинок фторида аммония и тщательно перемешивают. Образующийся осадок фторида тория отделяют от маточника на центрифуге, промывают (10 – 20) каплями воды, вновь фильтруют на центрифуге. Маточник сливают, осадок обрабатывают 40%-ной щелочью, и при перемешивании стеклянной палочкой переносят в фарфоровую чашечку. Чашечку помещают на электроплитку и нагревают (2 – 3) минуты. Затем осадок фильтруют на центрифуге, фильтрат сливают, осадок промывают (10 – 20) каплями воды и отфильтровывают на центрифуге. После удаления фильтрата осадок переносят в фарфоровую чашечку и обрабатывают тремя каплями соляной кислоты и выпаривают досуха. После охлаждения осадок в чашечке смачивают тремя каплями воды, одной каплей насыщенного раствора уксусной кислоты (СН3СООН), к раствору добавляют две капли раствора натриевой соли ализаринсульфокислоты. Появление осадка фиолетово-красной окраски указывает на присутствие тория.

В отчете по данной работе необходимо написать все реакции, в которых участвует торий, и дать заключение о наличии тория в исследуемой пробе.

**техника безопасности при выполнении работ**

1. Работать только в халате и на отведенном для этой работы месте.
2. Строго выполнять требования инструкции по работе с радиоактивными веществами и с агрессивными химическими веществами.
3. Отработанные радиоактивные растворы сливать только в специально предназначенные емкости.
4. Для отбора всех видов растворов (радиоактивные, кислоты, щелочи и др.) с помощью пипетки необходимо использовать резиновую грушу.
5. С концентрированными кислотами и щелочами работать только в вытяжном шкафу.
6. Пользоваться электроплиткой только с закрытой спиралью.

**Литература**

1. В.К. Марков, А.В. Виноградов и др. Уран, методы его определения. Атомиздат. – М., 1964 г.
2. Г.Е. Каплан, Т.А. Успенская и др. Торий, его сырьевые ресурсы, химия и технология. Издательство Госкомитета по использованию атомной энергии. – М., 1960 г.