

T N 841-77-50

本資料は 年 月 日付けで登録区分、
変更する。 2001. 6. 20

[技術情報室]

ウラン濃縮工程中の油のなかのウラン迅速定量法

Rapid determination of Uranium in Oil from the
uranium enrichment process.

1977年9月

動力炉・核燃料開発事業団

東 海 事 業 所

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2001



ウラン濃縮工程中の油のなかのウラン迅速定量法
 Rapid determination of Uranium in Oil
 from the Uranium enrichment process.

実施責任者	中村久	※
報告者	兼子潤, 鈴木大内義房	※

期間 1977年6月1日 ~ 1977年9月20日

目的 ウラン濃縮工程中の油のなかのウラン迅速定量法を確立する

要旨

試料を白金ざらにとり、加熱して燃焼させ、強熱して遊離した炭素を完全に燃焼させ放冷する。つぎに硝酸を加え溶解したのち、アンモニア水でpHを0.7~1.3に調節し、アスコルビン酸およびチオシアン酸アンモニウムを加え、生成したU-NH₄SCN錯体をTBP-CCl₄で抽出し、波長372nmあるいは400nmにおける吸光度を測定する。なお鉄を含む場合は520nmでの吸光度を測定し補正する。

本法による分析所要時間は試料1ケについて約2時間で、実際試料のウラン含有率0.058%に対してσは0.0006%、C.V.は1.03%であった。

目 次

1. 緒 言	1
2. 試薬および装置	2
3. 定量操作	3
4. 実 験	3
4.1 吸収曲線および波長選定	3
4.2 定量条件の検討	5
4.2.1 発色時および抽出時の pH の影響	5
4.2.2 チオソアン酸アンモニウム溶液の添加量	6
4.2.3 ウランの定量範囲の拡大について	7
4.2.4 共存元素の影響	7
4.2.5 TBP・CCl ₄ 溶液による抽出回数	9
4.2.6 経時変化	10
4.3 検 量 線	10
5. 実際試料の分析	11
6. 分析所要時間	13
7. 結 言	14

1. 緒 言

ウラン濃縮工程における遠心分離機に使用している油（以下単に油と略称する）のなかのウランの定量は、ウラン濃縮工程の計量管理および種々トラブルの原因となる腐食性のフッ素イオンの含有量の推定などに必要である。

従来から行われていた油のなかのウランの定量は、燃焼→TBP・ケロシン抽出→ $\text{HNO}_3 \cdot \text{NaNO}_3$ 混液洗浄→ Na_2CO_3 逆抽出→ H_2O_2 光度法¹⁾²⁾あるいはネオトリン法³⁾で、精度の高い方法であるが、比較的長時間を要する欠点もあった。今回はこれの迅速化を目的として検討を行った。はじめにTBP・ケロシン抽出によらずに直接 H_2O_2 光度法を行ってみたが、油のなかには往々にして多量の鉄が含有されており、この鉄をなにかの方法でマスクングしないと直接 H_2O_2 光度法では不可能であった。アルカリ性で、しかも無色となる鉄のマスクングとしてはEDTA+トリエタノールアミン⁴⁾などが知られているが、種々実験を試みたが好結果を得るに至らなかった。次にアルカリ性として鉄共存のまま H_2O_2 を加えてみたが、 H_2O_2 の分解反応が激しく著しく作業性を損なう結果となった。鉄の水酸化物を濾過し、濾液より H_2O_2 による発色は鉄の水酸化物による吸着が大きく、これの対策として再沈殿法を行えば分析所要時間を長くし目的とした迅速化にはそぐわない結果となった。

以上の観点からチオン酸⁵⁾⁶⁾-TBP・ CCl_4 抽出光度法を検討した。この方法は古くから用いられており、 H_2O_2 光度法に比して感度が非常に高く定量範囲が狭いことおよび多量の鉄が共存した場合は正のカタヨリを生ずる。筆者らは種々検討した結果ウラン2.00 μg までは372 nmの波長を用い、それ以上のウランに対しては、6.00 μg までは400 nmの波長を用いればほぼベールの法則にしたがうことがわかった。なおTBP・ CCl_4 溶液で2倍にうすめることにより12.00 μg まで定量範囲を広げることができた。鉄の妨害は520 nmの波長で鉄の吸光度を測定し、372 nmあるいは400 nmにおける鉄の吸収を補正することによって鉄の妨害を除くことに成功した。油のなかに入っていると推定されるその他の元素は共存しても影響はなく、分析所要時間も従来に比して大巾に短縮することができた。以下その実験経過を報告する。

2. 試薬および装置

- 1) チオシアン酸アンモニウム溶液 (25%) : チオシアン酸アンモニウム 250 g を水に溶解し 1000 ml にうすめる。
- 2) アスコルビン酸溶液 (5%) : アスコルビン酸 10 g を水に溶解し 200 ml にうすめる。使用のつど調製する。
- 3) TBP・CCl₄ 溶液 (1+9) : TBP 100 ml と CCl₄ 900 ml を分液漏斗 (1000 ml) 中で混合し、水酸化ナトリウム溶液 (10%) 100 ml とふりまぜ 3 回洗浄する。ついで水約 100 ml ずつで水層がフェノールフタレイン (1%) でアルカリ性を呈しなくなるまでふりまぜ洗浄したのち脱脂綿で濾過して保存する。なお TBP 中に MBP および DBP が含有されていないことがわかっていれば水酸化ナトリウム溶液による洗浄は省いてよい。
- 4) 硝酸
- 5) 塩酸, 塩酸 (1+3)
- 6) アンモニア水 (1+3)
- 7) ウラン標準溶液 (4.00 mg/ml, 1.00 mg/ml, 0.20 mg/ml) : 金属ウラン (99.9% 以上) を硝酸 (1+1) に浸し約 5 分間加温して表面酸化物を除き, 金属光沢を出したものを水, ついでアセトンで洗ってから乾燥し, デシケーターに入れて 30 分間放置する。これを 4.000 g 正確にひょう量したのち硝酸 (1+1) 50 ml を加え, 加熱溶解し放冷後正確に 1000 ml にうすめる。この溶液はウラン 4.00 mg/ml に相当する。使用するさいは適宜に水でうすめ 0.20 mg/ml, 1.00 mg/ml を調製する。
- 8) 共存元素の影響に用いた標準溶液はそれぞれの金属元素を用い適当な酸に溶解し, 水でうすめて規定の濃度とした。
- 9) 自記分光光度計 : 日立 EPS-3T 型
- 10) 分光光度計 : 日立 100-40 型
- 11) 吸収セル 10 mm
- 12) シェーカー : 常盤製作所製
- 13) エアーガス発生装置

3 定 量 操 作

(注1)
 試料約 10 mg を正確に白金ざら (70 ml) にはかりとり、電熱器 (1.2 瓩) 上で加熱する。油の蒸気の発生が始まったらマッチを用いて点火し燃焼させつぎに砂浴上に移し引続き燃焼させる。燃焼が終わったらエア-ガス発生装置を用いて強熱し遊離した炭素を完全に燃焼させ、放冷する。硝酸 3 ml および水 10 ml を加え加熱溶解し濃縮して過剰の酸を駆逐する。(注2)
 水でグリフィンビーカー (100 ml) に移し入れ pH メーターを用いてアンモニア水 (1+3) または塩酸 (1+3) で pH を約 1 とする。(注3)
 これにアスコルビン酸溶液 (5%) 5 ml を加えて鉄を還元したのちチオシアン酸アンモニウム溶液 (25%) 2 ml を加えてウランを発色させる。水で分液漏斗 (100 ml) に移し全量を 30~40 ml とし、これに TBP·CCl₄ 溶液 (1+9) 25 ml を正確に加え 2 分間ふりまぜてウランを有機層に抽出する。次に有機層を脱脂綿を通して 10 mm の吸収セルに移し入れ、空試験を対照にウランの含有量に応じて波長 372 nm における吸光度(A)あるいは 400 nm での吸光度(B)を測定する。なお 520 nm における吸光度(C)を測定し、鉄を補正して、あらかじめ作成してある検量線を用いてウランの含有率を算出する。(注4)
 (注5)

(注1) 濃縮部より依頼される油は平均化の見地から全量をはかりとっている。

(注2) もしも鉄が多量で硝酸で溶解しにくい時はこれを蒸発乾固し、硝酸を除去してから塩酸 3 ml を加え加熱して溶解する。

(注3) pH 1.5 以上になるとアスコルビン酸で鉄を還元するのに時間がかかる。pH 0.7~1.3 がのぞましい。

(注4) ウラン 2.00 mg までは 372 nm、それ以上の含有量の場合は 400 nm を使用する。

(注5) 372 nm における真のウランの吸光度 = $A - (C \times 0.068)$
 400 nm における真のウランの吸光度 = $B - (C \times 0.083)$

4. 実 験

4.1 吸収曲線および波長選定

ウラン 0.80 mg およびこれに鉄 100 mg を加えたもの、ならびに鉄 100 mg をグリフィンビーカー (100 ml) にとり蒸発乾固する。これに塩酸 3 ml および水 10 ml を加え、加熱溶解し濃縮する。放冷後水 20 ml を加え、pH メーターを用いてアンモニア水 (1+3) または塩酸 (1+3) で pH を約 1 とする。以下 3. 定量操作に準じて操作し、四塩化炭素を対照液としてこれらの吸収曲線を求めた。その結果を図 1 に示す。ウランの吸収極大は 352 nm 附近にあり、鉄は 520 nm 附近にある。しかし 352 nm は鉄の影響も大きいので、鉄の

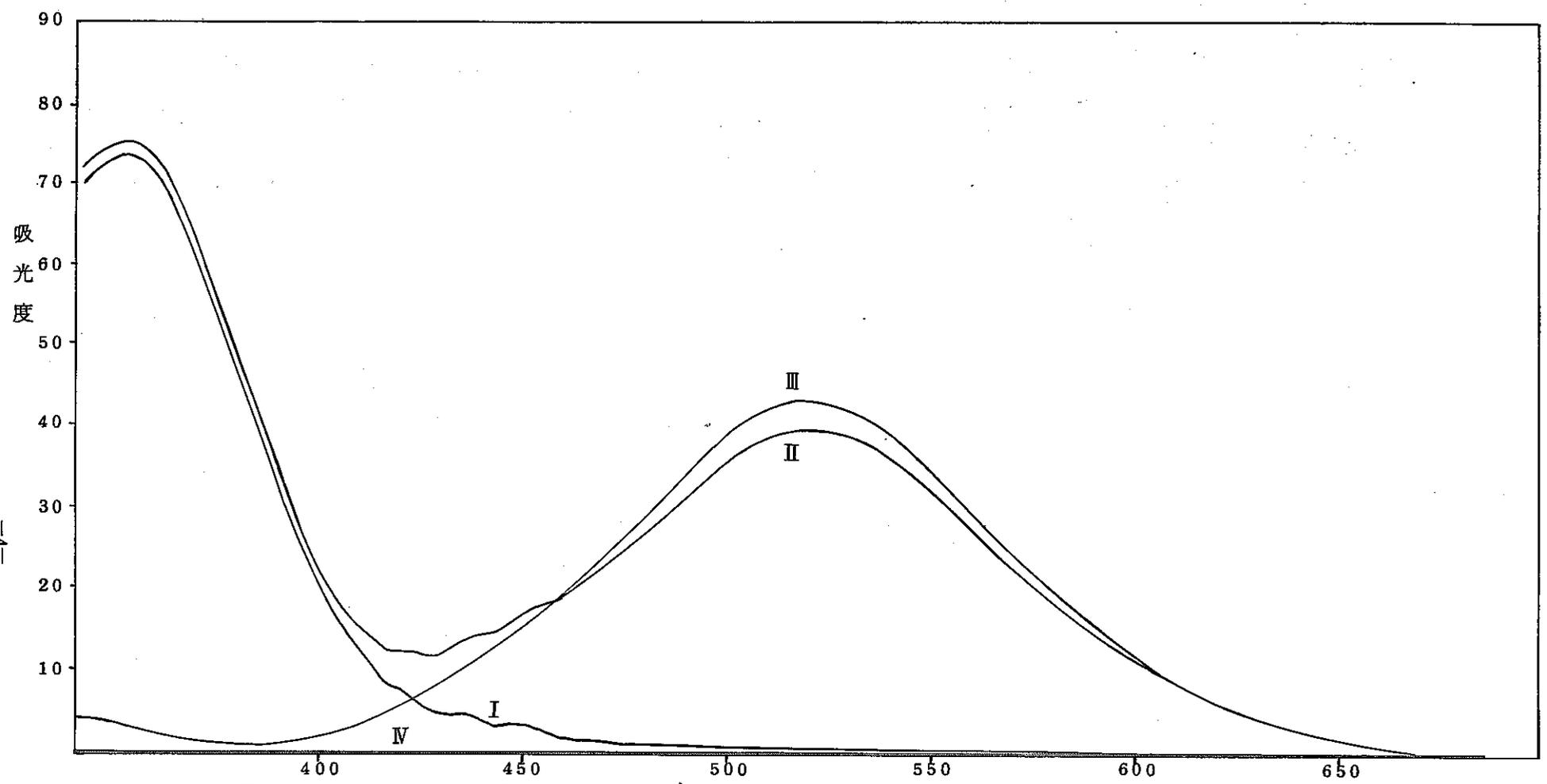


図 1. $U \cdot NH_4SCN - TBP \cdot CCl_4$
 $U \cdot Fe \cdot NH_4SCN - TBP \cdot CCl_4$
 $Fe \cdot NH_4SCN - TBP \cdot CCl_4$ の吸収曲線

- I : U 0.80 mg
- II : U 0.80 mg + Fe 100 mg
- III : Fe 100 mg
- IV : 試薬ブランク

CCl_4 対照
 セル 10 mm

影響の少ないしかもウランの吸収の大きい⁵⁾ 372 nm を用いることとした。

4.2 定量条件の検討

4.2.1 発色時および抽出時の pH の影響：チオシアン酸-TBP·CCl₄ 吸光光度法に関して、ウラン溶液の pH を調整してからアスコルビン酸溶液およびチオシアン酸溶液を加えて TBP·CCl₄ 溶液で抽出する⁵⁾ 方法とこれらの試薬を加えたのち pH を調節し、TBP·CCl₄ 溶液で抽出する⁶⁾ 方法がある。いわゆる発色時の pH と抽出時の pH の違いである。前者の場合は Buffer action が少ないため水で分液漏斗に移し入れた場合 pH が変動し抽出時の pH と異なることもじゅうぶん予想されるため次のような実験を行った。

(a) 発色時の pH の影響：ウラン 0.80 mg およびこれに鉄 100 mg を加えたものをグリフィンビーカー (100 ml) にとり水で約 20 ml にうすめる。次にアンモニア水 (1+3) で pH を 0.5 ~ 2.0 まで変化させ、以下 3. 定量操作に従って操作しその吸光度を測定した。その結果を図 2 に示すが、この範囲ではほぼ一定の吸光度を示すことがわかる。鉄を加えたものの吸光度が高いことおよび吸光度が一定していないのは、372 nm での鉄の吸収があることと、アスコルビン酸によって鉄を還元するのであるが、これが一定にならなかったからである。

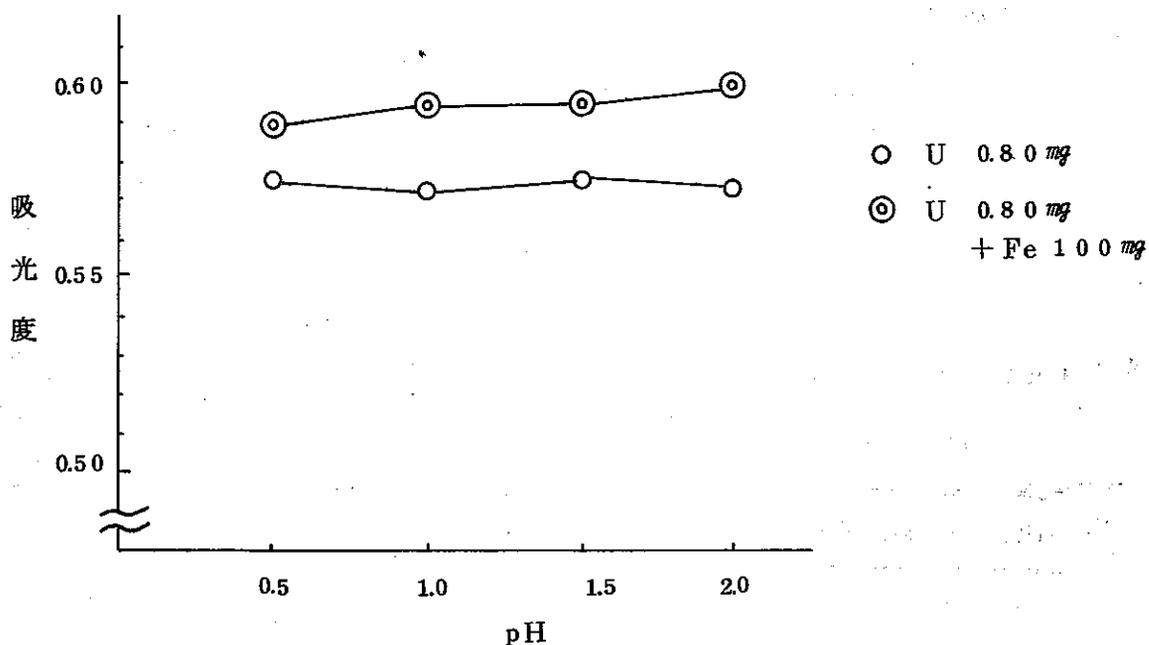


図 2 発色時の pH の影響

(b) 抽出時の pH の影響：(a)と同様に操作し、アスコルビン酸溶液およびチオシアン酸溶液を加えたのち、pH を 0.5 ~ 2.0 に調節しそれぞれの pH に調製した水を用いて分液漏斗に移し入れ以下 3. 定量操作に準じて操作した。その結果を図 3 に示す。pH 0.5 ~ 2.0 間では影響がなかった。鉄を加えたものの吸光度に関しては(a)で述べたとおりである。

以上のことからウランは比較的広範囲の pH でチオシアン酸アンモニウムで発色し、TBP・CCl₄で抽出されることがわかった。ただし pH が 1.5 以上になるとアスコルビン酸による鉄の還元に時間を要するので以下の実験から pH 1 で行うこととした。

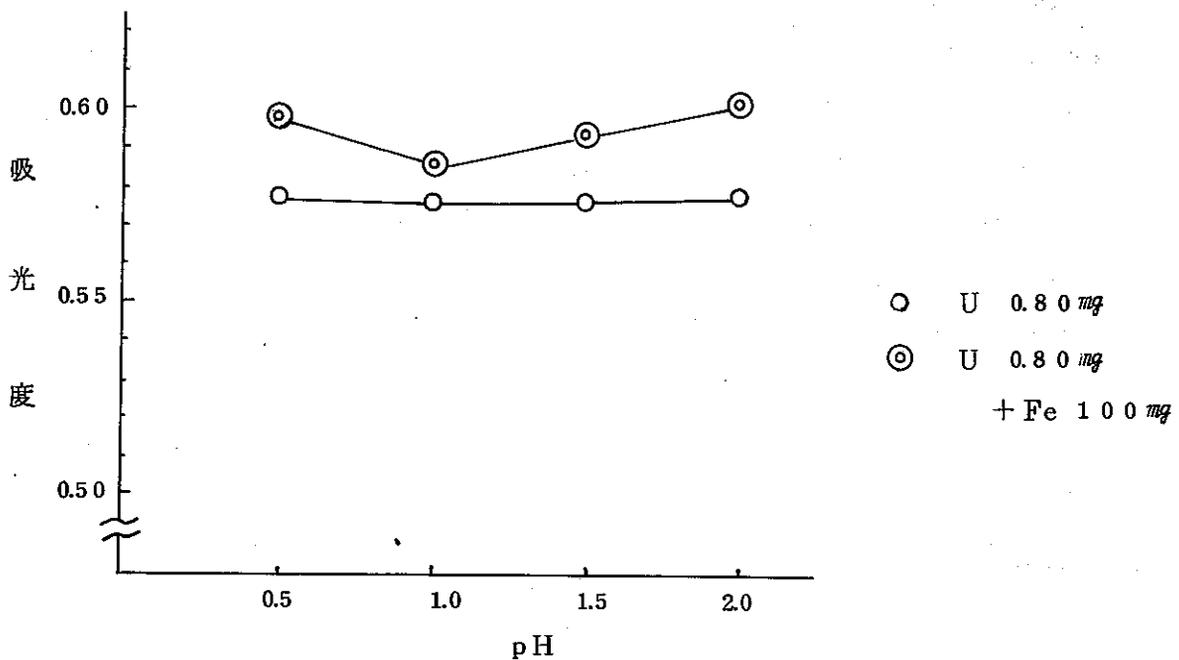


図 3 抽出時の pH の影響

4. 2. 2 チオシアン酸アンモニウム溶液の添加量：ウラン 0.80 mg および 2.00 mg をはかりとり、以下 3. 定量操作に準じて行った。ただしチオシアン酸アンモニウム溶液を 1 ~ 3 ml に変化させて行った。その結果は表 1 に示すがウラン 2.00 mg でもチオシアン酸アンモニウム溶液 1 ml でよいが、安全のため 2 ml とした。

表 1. NH₄SCN の添加量

NO	U (mg)	NH ₄ SCN 添加量 (ml)	Abs
1	0.80	1	0.573
2	"	2	0.580
3	"	3	0.577
4	2.00	1	1.424
5	"	2	1.426
6	"	3	1.417

り、以下 3. 定量操作に準じて行った。ただしチオシアン酸アンモニウム溶液を 1 ~ 3 ml に変化させて行った。その結果は表 1 に示すがウラン 2.00 mg でもチオシアン酸アンモニウム溶液 1 ml でよいが、安全のため 2 ml とした。

4.2.3 ウランの定量範囲の拡大について：従来より油のなかのウランの含有量は0~20 mgの範囲内が多くH₂O₂法で好都合に定量ができた。チオシアン酸-TBP·CCl₄光度法の場合は4.2.2の実験でわかるように感度がH₂O₂法に比して著しく高い(H₂O₂法の場合ウラン0.80 mgに対して吸光度0.04)。このためになにらかの手段によって定量範囲が拡大できれば便利である。K. C. KOPPIKAR, V. G. KORGAONKAR & T. K. S. MURTHYによると350~400 nm間でベールの法則に従うことを述べている。⁴⁾そこで筆者らは図1の吸収曲線から考えて感度が低い鉄の影響の少ないところの400 nmを用いて行ってみた。

ウランを3.00 mg, 6.00 mgおよび8.00 mgをはかりとり以下の操作を3.定量操作に準じて行い、400 nmにおける吸光度を測定した。その結果を表2に示す。

表2 400 nmにおける吸光度

NO	U (mg)	Abs	U mg / Abs
1	3.00	0.705	4.255
2	6.00	1.392	4.310
3	8.00	1.806	4.430

表2よりウラン3.00 mgの吸光度0.705を基準として6.00 mgおよび8.00 mgの理論吸光度を算出するとそれぞれ1.410, 1.880となり、表2の結果で8.00 mgは少し吸光度が低いが6.00 mgまではじゅうぶん定量が可能であることがわかった。

なお400 nmで測定しても吸光度が大き過ぎる場合が起る。この場合発色した溶液をうすめて吸光度を測定してよいかどうかを確認するために次のような実験を行った。ウランを表3のようにはかりとり、以下3.定量操作に準じて行い、TBC·CCl₄溶液で抽出を行ったのち、さらにTBP·CCl₄ 25 mlを加えてふりまぜ有機層の吸光度を測定した。その結果は表3に示すとおりで12.00 mgまで定量範囲を拡大することができた。

表3 TBP·CCl₄溶液でうすめた場合

NO	U (mg)	TBP·CCl ₄ (ml)	Abs
1	8.00	25	0.947
2	12.00	"	1.395
3	4.00	0	0.939
4	6.00	0	1.392

4.2.4 共存元素の影響：油のなかに共存元素として多量に存在しているものに鉄がある。Fe³⁺はチオシアン酸アンモニウムと反応し、チオシアン酸鉄を生成する。このためアスコルビン酸でFe³⁺→Fe²⁺にしてチオシアン酸鉄の生成を防止するのであるが、3.定量操

作に準じて操作すると Fe^{3+} が完全に Fe^{2+} にならず、微量の鉄がチオシアン酸アンモニウムと反応し、 $\text{TBP} \cdot \text{CCl}_4$ に抽出され 372 nm で図 2 に示すように多少の吸収がある。また図 1 でわかるように鉄とチオシアン酸- $\text{TBP} \cdot \text{CCl}_4$ の吸収極大は 520 nm にあり、ウラン・チオシアン酸アンモニウム- $\text{TBP} \cdot \text{CCl}_4$ の吸収はこの波長にはない。このことから 520 nm における鉄・チオシアン酸アンモニウム- $\text{TBP} \cdot \text{CCl}_4$ の吸光度と、372 nm および 400 nm の吸光度を測定すれば、372 nm および 400 nm における鉄の吸収の度合がわかることになる。よって次のような実験を行った。

鉄標準溶液を 20 ~ 100 mg とり、3. 定量操作に準じて行い 372 nm, 400 nm および 520 nm の波長を用いて測定する。その結果を表 4 に示す。表 4 には 372 nm および 400 nm の吸光度と 520 nm の吸光度の比も併記した。

またウラン 0.40 ~ 4.00 mg をとり、これに鉄 100 mg を加え、3. 定量操作に準じて行い吸光度を測定した。その結果を表 5 に示す。表 5 でわかるように鉄の影響は 520 nm の鉄の吸光度を測定し、補正することによって除くことができる。

その他の共存元素として、機械装置から溶出し、共存すると推定される Ni, Cr, Mn, Al, Co および Cu について行った。Mo については当然妨害があると思われるが、使用材質から考えてない。しかしどの程度の影響があるかを知るために実験を行った。併せて表 6 に示す。表 6 で示したように共存元素としてウランの定量に影響を与えるものはない。Mo は当然のことながら強い吸収を示した。

表 4 Fe の影響について (I)

NO	Fe (mg)	372 Abs	400 Abs	520 Abs	372 — 520	400 — 520
1	20	0.015	0.017	0.195	0.077	0.087
2	40	0.018	0.025	0.291	0.062	0.086
3	60	0.024	0.029	0.402	0.060	0.072
4	80	0.036	0.041	0.476	0.076	0.086
5	100	0.040	0.046	0.593	0.067	0.086
				平均	0.068	0.083

表 5 Fe の影響について (II)

NO	U (mg)	Fe (mg)	372 Abs	400 Abs	520 Abs	真 372※ Abs	真 400※ Abs
1	0.40	100	0.319	—	0.500	0.285	—
2	0.60	"	0.462	—	0.512	0.429	—
3	0.80	"	0.607	—	0.527	0.571	—
4	1.00	"	0.751	—	0.515	0.716	—
5	4.00	"	—	0.976	0.523	—	0.933
6	6.00	"	—	1.434	0.513	—	1.392
7	0.80	0	0.579	—	0.002	0.579	—
8	4.00	0	—	0.937	0.001	—	0.937

※ Fe を補正した吸光度

表 6 その他の共存元素の影響

NO	共存元素 (mg)	U (mg)	372 Abs	400 Abs	NO	共存元素 (mg)	U (mg)	372 Abs	400 Abs
1	Ni ²⁺ 10	—	0.002	0.002	12	Al ³⁺ 5	0.80	0.580	—
2	" 50	—	0.000	0.001	13	Co ²⁺ 3	—	0.001	0.002
3	" "	0.80	0.584	—	14	" 5	—	0.002	0.002
4	Cr ³⁺ 10	—	0.000	0.001	15	" 5	0.80	0.581	—
5	" 50	—	0.001	0.002	16	Cu ²⁺ 1	—	0.000	0.003
6	" "	0.80	0.586	—	17	" 3	—	0.002	0.005
7	Mn ²⁺ 3	—	0.001	0.001	18	" 5	—	0.004	0.008
8	" 5	—	0.000	0.000	19	Mo ⁶⁺ 0.5	—	0.329	0.066
9	" "	0.80	0.579	—	20	" 1	—	0.700	0.140
10	Al ³⁺ 3	—	0.001	0.001	21	" 3	—	1.625	0.320
11	" 5	—	0.000	0.001					

4.2.5 TBP・CCl₄溶液による抽出回数：ウラン・チオシアン酸アンモニウムをTBP・CCl₄で抽出する場合1回の抽出だけでじゅうぶんであるかどうかを実験した。

ウラン4.00mg および6.00mg をとり、3.定量操作に従って行い、有機層の吸光度を測定する。次に水層にふたたびTBP・CCl₄溶液25mlを加え、2分間ふりまぜて吸光度を

測定した。その結果は表 7 に示すとおりで一回の抽出でじゅうぶんである。

表 7 TBP・CCl₄ 溶液による抽出回数

NO	U (mg)	吸光度	
		1 回目	2 回目
1	4.00	0.937	0.002
2	6.00	1.394	0.001

4.2.6 経時変化：ウラン 0.80 mg および 4.00 mg をとり、以下 3. 定量操作に準じて操作し有機層の吸光度を 5 ~ 120 分にわたり測定した。その結果を図 4 に示すが、この範囲では変化はなかった。

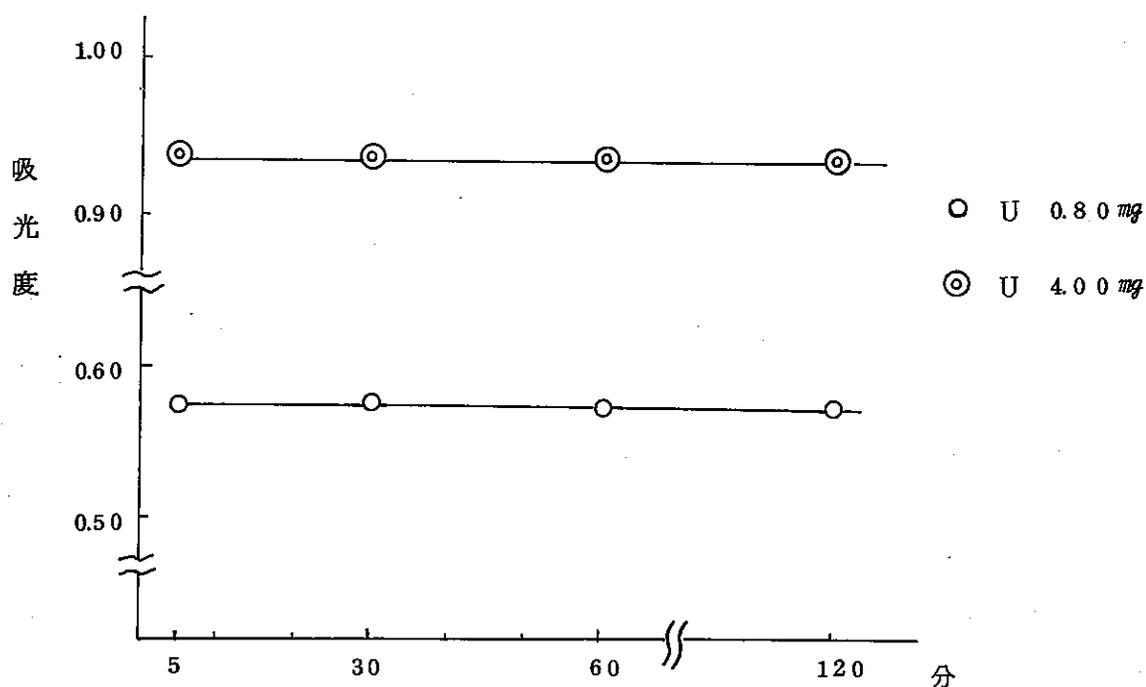


図 4 経時変化

4.3 検量線

ウランを段階的にとり蒸発乾固する。これに硝酸 3 ml および水 10 ml を加え加熱溶解し、濃縮して過剰の酸を駆逐する。水で約 20 ml にうすめ pH メーターを用いてアンモニア水 (1+3) または塩酸 (1+3) で pH を約 1 とする。以下の操作は 3. 定量操作に準じて行い得られた検量線を図 5 に示す。波長 372 nm では 2.00 mg まで、400 nm では 6.00 mg までではベールの法則にしたがう。8.00 mg は検量線の直線部分よりはずれがやや大きい。

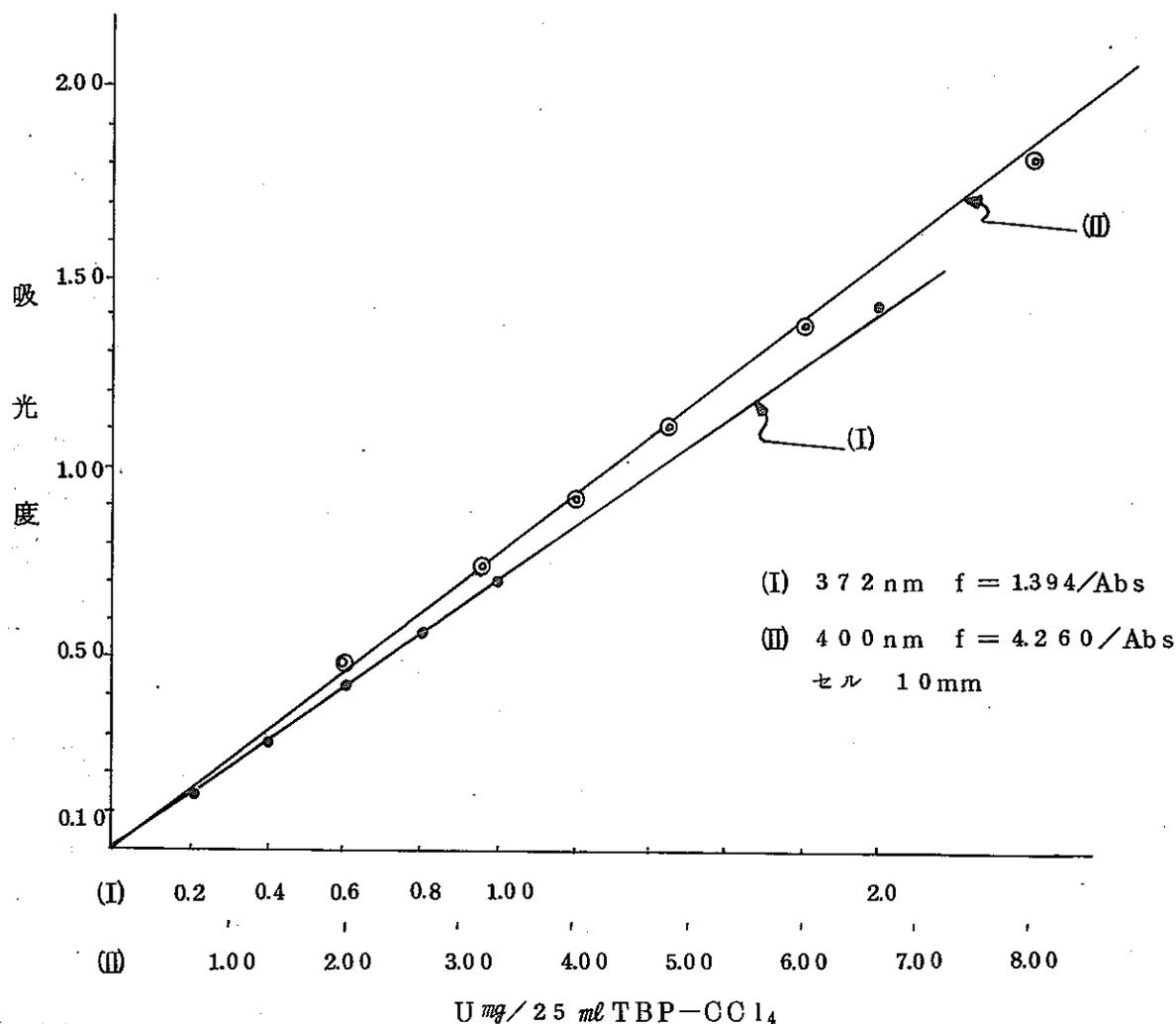


図 5. 検量線

5. 実際試料の分析

実際試料の分析を 3. 定量操作に従って行った。ただし試料中にウランの分布状態が不平均であるとそのため分析値がバラツキ、本法の分析精度に誤った判断をおこすと考えたので、図 6 に示すようなフローシートで行った。その結果を表 8 に示すが、本試料中にはウランが不平均に分布していることはなかった。

次に本試料には鉄が含まれてなかったので分取したものに鉄を添加して定量した。その結果を表 9 に示すが、鉄の影響を補正することによって、その妨害が除かれることがよくわかる。また従来行っていた TBP-ケロシン-H₂O₂ 光度法で行った分析結果を併記する。

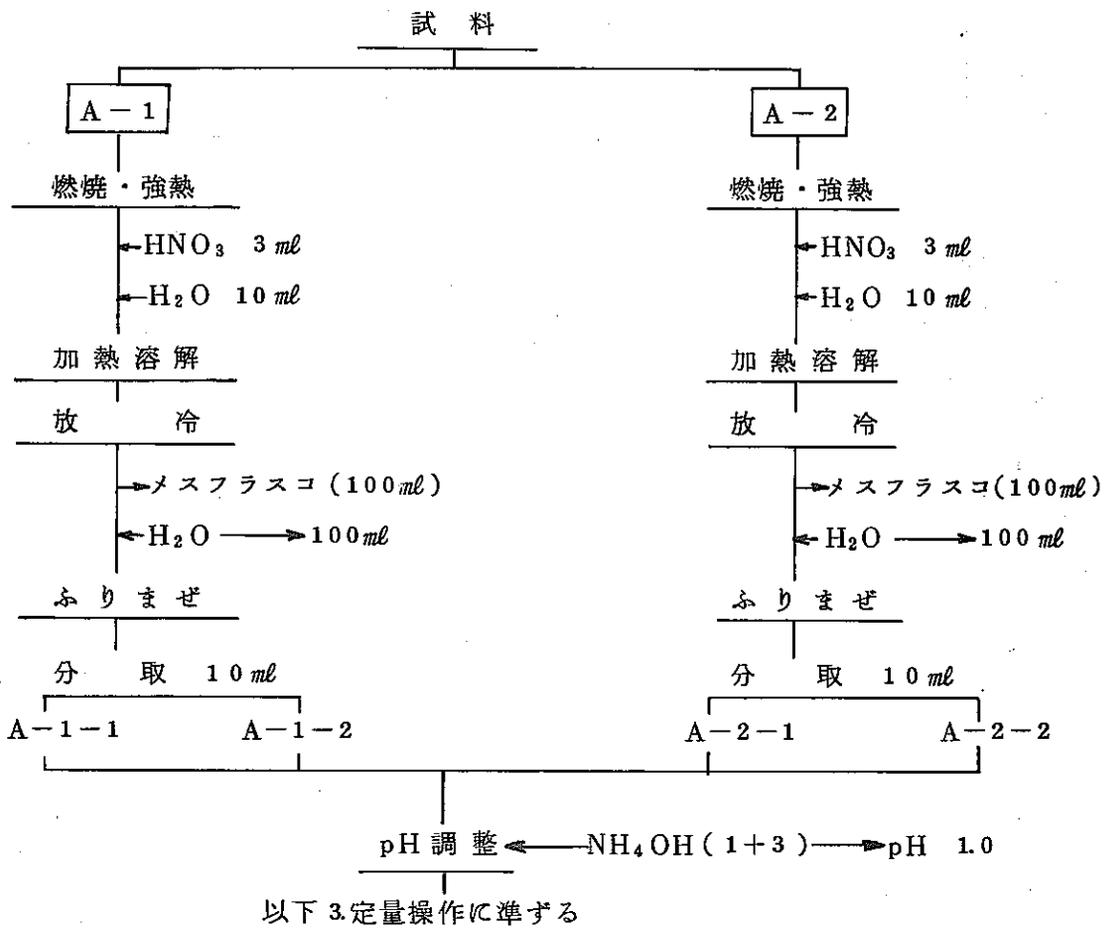


図6 実際試料の分析方法

表8 実際試料の分析結果および分析精度

試料採取量 (g)	分取		372 Abs	U (mg)	U (%)	\bar{x}	σ
A-1 10.87680	10/100	A-1-1	0.450	0.63	0.058	0.058 ₃	0.0006
	"	A-1-2	0.457	0.64	0.059		
	"	A-1-1	0.458	0.64	0.059		
	"	A-1-2	0.449	0.62	0.058		
	"	A-1-1	0.455	0.63	0.058		
	"	A-1-2	0.453	0.63	0.058		
A-2 13.47225	"	A-2-1	0.547	0.76	0.057	0.057 ₅	
	"	A-2-2	0.550	0.77	0.057		
	"	A-2-1	0.554	0.77	0.057		
	"	A-2-2	0.563	0.78	0.058		
	"	A-2-1	0.561	0.78	0.058		
	"	A-2-2	0.558	0.78	0.058		

表 9 試料に鉄 100 mg を添加した場合および従来法との比較

試料採取量 (g)	分取	Fe (mg)	372 Abs	520 Abs	真372 Abs	U (mg)	U (%)	分析方法
11.17085	10/100	—	0.466	—	0.466	0.65	0.058	本 法
"	"	100	0.505	0.719	0.456	0.64	0.057	
12.10085	"	—	0.507	—	0.507	0.71	0.058	
"	"	100	0.542	0.698	0.495	0.69	0.057	
12.38815	"	—	0.519	—	0.519	0.72	0.058	
"	"	100	0.554	0.724	0.505	0.70	0.057	
11.41395	"	—	0.483	—	0.483	0.67	0.059	
"	"	100	0.524	0.700	0.476	0.66	0.058	
			420 Abs					従来法
5.58540	—	—	0.166	—	—	3.32	0.059	
6.05010	—	—	0.186	—	—	3.72	0.061	
6.19410	—	—	0.191	—	—	3.82	0.062	
5.70695	—	—	0.175	—	—	3.50	0.061	

6. 分析所要時間

表 10. 分析所要時間

操 作	所 要 時 間 (分)	
	本 法	従 来 法
試料はかりとり	3	3
燃焼・強熱	60 ~ 90	60 ~ 90
溶解	3	3
冷却	5	—
定容・分取	3	—
pH 調整	3	—
試薬添加・抽出	7	4
硝酸混液洗浄	—	3
炭酸ナトリウム逆抽出	—	7
濃縮	—	90
冷却	—	5
試料添加・定容	—	3
測定	1	1
計	86 ~ 116	180 ~ 210

本法および従来法 (TBP・クロシン-H₂O₂光度法) の分析所要時間の比較を表 10 に示す。従来法より 1/2 の所要時間で分析が可能である。なお経験的な見地から述べると試料 5 ケ (n=2 としてビーカー数で 10 ケ, 標準試料 1 ケ 計 11 ケ) の分析は従来は 1.5 日を要したが, 本法によれば 1 日でじゅうぶん分析が終了する。当然であるがウランの含有量が 0.2 mg 以下であれば H₂O₂ 光度法では定量できずネオトリン法によらねばならない。この場合はさらに所要時間が長くなる。

7. 結 言

油のなかのウランの迅速定量法について検討した。

試料を燃焼させてから pH を 0.7 ~ 1.3 に調節し、アスコルビン酸、チオシアン酸アンモニウムおよび TBP-CCl₄ で抽出し、372 nm あるいは 400 nm の波長を用いて測定すれば TBP · CCl₄ 溶液 25 ml でウラン 6.00 mg まで定量することができる。また TBP · CCl₄ 溶液で 2 倍にうすめることによって 12.00 mg まで定量が可能である。鉄が存在すると正のカタヨリを生ずるが、520 nm での吸光度を測定し補正することによって防止することができる。その他の油のなかに含まれていると思われる共存元素についてはほとんど影響はなかった。分析所要時間は従来行われていた方法の約 1/2 で定量することができ、分析精度も高く満足できる方法である。

参 考 文 献

- 1) 動燃東海技術部分析課：標準作業法 0508 U2-(1) (1963)
- 2) 高荷智・大内義房：試験研究報告東研報-44 15 (1965)
- 3) 平野四蔵：“無機応用比色分析 5”，p 318 (1973) (共立)
- 4) 上野景平：“キレート滴定法”，p 169 (1960) (南江堂)
- 5) 中村久：“ウラン鉍業技術集” ウランの分析 動燃 (1968)
- 6) K. S. Koppikar, V. G. Koraaonkar & T. K. S. Murthy : Anal. chim. Acta, 20, 366 (1959)