



(51) МПК  
*C22B 60/02* (2006.01)  
*C22B 3/24* (2006.01)  
*G01T 1/36* (2006.01)  
*G01N 23/00* (2006.01)  
*G21H 3/00* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

*C22B 60/02* (2020.08); *C22B 3/24* (2020.08); *G01T 1/36* (2020.08); *G01N 23/00* (2020.08); *G21H 3/00* (2020.08)

(21)(22) Заявка: 2019143383, 24.12.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
24.12.2019

Дата регистрации:  
17.03.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 24.12.2019

(45) Опубликовано: 17.03.2021 Бюл. № 8

Адрес для переписки:

620002, Свердловская обл., г. Екатеринбург, ул.  
 Мира, 19, ФГАО ВО "УРФУ", Центр  
 интеллектуальной собственности, Марк Т.В.

(72) Автор(ы):

Михалев Семен Владиславович (RU),  
 Недобух Татьяна Алексеевна (RU),  
 Семенищев Владимир Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное  
 образовательное учреждение высшего  
 образования "Уральский федеральный  
 университет имени первого Президента  
 России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
 о поиске: RU 2301991 C1, 27.06.2007. Н. С.  
 Тураев, И. И. Жерин "Химия и технология  
 урана", Учебное пособие для вузов, 2005, С.  
 249-254. Одинцов А. А. "АЛЬФА-  
 СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ  
 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗОТОПНОГО  
 СОСТАВА УРАНА В ЖИДКИХ  
 РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДАХ  
 ОБЪЕКТА "УКРЫТИЕ", Институт проблем  
 безопасности АЭС НАН Украины,  
 Чернобыль, 2008, С.147-155. US 2631245 А,  
 (см. прод.)

(54) АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА  
 УРАНА В СЕРНОКИСЛЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ

(57) Реферат:

Изобретение относится к альфа-спектрометрическому способу определения изотопного состава урана в сернокислых технологических растворах, заключающемуся в предварительном выделении урана из пробы, приготовлении счетного образца методом электролитического осаждения урана на подложку из коррозионно-стойкой стали, калибровке альфа-спектрометра по энергии регистрируемых альфа-частиц, измерении спектра альфа-излучения полученного счетного образца,

расчете площадей пиков альфа-излучения изотопов урана в предварительно заданных энергетических интервалах, причем предварительное выделение урана из пробы осуществляют непосредственно из сернокислотного технологического раствора путем сорбции на анионите с пиридиновыми группами с последующей десорбцией урана раствором десорбции урана, содержащим нитрат натрия (NaNO<sub>3</sub>) и серную кислоту (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). 2 ил., 3 табл., 4 пр.

(56) (продолжение):  
10.03.1953. RU 2034056 C1, 30.04.1995.

R U 2 7 4 4 7 2 2 2 6 4 2 2 C 1

R U 2 7 4 4 9 2 2 C 1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C22B 60/02* (2006.01)  
*C22B 3/24* (2006.01)  
*G01T 1/36* (2006.01)  
*G01N 23/00* (2006.01)  
*G21H 3/00* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*C22B 60/02 (2020.08); C22B 3/24 (2020.08); G01T 1/36 (2020.08); G01N 23/00 (2020.08); G21H 3/00 (2020.08)*

(21)(22) Application: **2019143383, 24.12.2019**

(24) Effective date for property rights:  
**24.12.2019**

Registration date:  
**17.03.2021**

Priority:

(22) Date of filing: **24.12.2019**

(45) Date of publication: **17.03.2021 Bull. № 8**

Mail address:

**620002, Sverdlovskaya obl., g. Ekaterinburg, ul.  
Mira, 19, FGAO VO "URFU", Tsentr  
intellektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Mikhalev Semen Vladislavovich (RU),  
Nedobukh Tatyana Alekseevna (RU),  
Semenishchev Vladimir Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational  
Institution of Higher Education Ural Federal  
University named after the first President of  
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **ALPHA-SPECTROMETRIC METHOD OF DETERMINING URANIUM ISOTOPIC COMPOSITION IN SULPHURIC ACID PROCESS SOLUTIONS**

(57) Abstract:

FIELD: physics.

SUBSTANCE: invention relates to an alpha-spectrometric method of determining uranium isotope composition in sulphuric acid process solutions, involving uranium pre-separation from a sample, preparing a counting sample by electrolytic deposition of uranium on a substrate from corrosion-resistant steel, calibrating the alpha-spectrometer based on the energy of the detected alpha particles, measuring the alpha-radiation spectrum of the obtained countable sample, calculating the areas of uranium isotope alpha-radiation

peaks at predetermined energy intervals, wherein preliminary extraction of uranium from sample is carried out directly from sulphuric process solution by sorption on anionite with pyridine groups with subsequent desorption of uranium by uranium desorption solution containing sodium nitrate (NaNO<sub>3</sub>) and sulphuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

EFFECT: disclosed is an alpha-spectrometric method of determining uranium isotope composition in sulphuric acid solutions.

1 cl, 2 dwg, 3 tbl, 4 ex

C 1  
2 7 4 4 9 2 2  
R U

R U  
2 7 4 4 9 2 2  
C 1

Изобретение относится к области измерений и регистрации ионизирующих излучений и может быть применено в уранодобывающей промышленности.

Известен альфа-спектрометрический способ определения изотопного состава урана (ASTM Standards: WK 3420 Standard Guide for the determination of uranium-232 in uranium hexafluoride), заключающийся в предварительном выделении урана из пробы путем приготовления азотнокислого раствора из анализируемого соединения урана и экстракционной очистке полученного азотнокислого раствора от дочерних продуктов распада урана, приготовлении счетного образца методом соосаждения с фторидом неодима, калибровке альфа-спектрометра по энергии регистрируемых альфа-частиц, измерении спектра альфа-излучения счетного образца, расчете площадей пиков альфа-излучения изотопов урана в предварительно заданных энергетических интервалах.

Недостатками данного способа являются:

- необходимость приготовления азотнокислого раствора из анализируемого образца урана, что приводит к увеличению трудоемкости и продолжительности анализа;
- использование для очистки полученного азотнокислого раствора от дочерних продуктов распада урана экстракционного способа, не отличающегося селективностью; добавление фторида неодима в счетный образец, что приводит к увеличению толщины активного слоя образца и, как следствие, к ухудшению энергетического разрешения и точности анализа.

Наиболее близким по совокупности существенных признаков к заявляемому изобретению является способ определения изотопного состава урана (Annual book of ASTM standards: C761 Determination of uranium-232 by alpha spectrometry), заключающийся в предварительном выделении урана из пробы путем упаривания анализируемого раствора урана, переводе его в закись-окись урана и растворении навески закиси-окиси урана в азотной кислоте, приготовлении счетного образца методом электролитического осаждения урана на подложку из коррозионно-стойкой стали, калибровке альфа-спектрометра по энергии регистрируемых альфа-частиц, измерении спектра альфа-излучения счетного образца, расчете площадей пиков альфа-излучения изотопов урана в предварительно заданных энергетических интервалах.

Недостатком данного способа являются:

- необходимость приготовления азотнокислого раствора из анализируемого образца урана, что приводит к увеличению трудоемкости и продолжительности анализа;
- упаривание раствора урана, где не происходит отделения от дочерних продуктов распада урана и все дочерние продукты распада урана переходят в навеску закиси-окиси урана, что приводит к дополнительной погрешности определения.

В подавляющем большинстве случаев в уранодобывающей промышленности используются сернокислые технологические растворы. При работе с сернокислыми технологическими растворами часто невозможно получить чистый концентрат урана для проведения анализа вследствие большого количества макропримесей, поэтому необходим простой и селективный метод первичного концентрирования урана для снижения погрешности последующего определения изотопного состава урана.

В основу изобретения положена задача, обеспечивающая более точное альфа-спектрометрическое определение изотопного состава урана в сернокислых технологических растворах.

При этом, техническим результатом заявляемого изобретения является уменьшение трудоемкости и затрат на осуществление способа, а также снижение погрешности определения изотопного состава урана.

Заявляемый технический результат достигается тем, что в способе альфа-

спектрометрического определения изотопного состава урана в сернокислых технологических растворах, согласно изобретению, проводят предварительное выделение урана из пробы, приготовление счетного образца методом электролитического осаждения урана на подложку из коррозионно-стойкой стали, калибровку альфа - спектрометра по энергии регистрируемых альфа-частиц, измерение спектра альфа-излучения полученного счетного образца, расчет площадей пиков альфа-излучения изотопов урана в предварительно заданных энергетических интервалах, отличающийся тем, что предварительное выделение урана из пробы осуществляют непосредственно из сернокислотного технологического раствора путем сорбции на анионите с пиридиновыми группами (анионите), взятом в количестве от 1 до 10 мг анионита на 1 мл раствора, с последующей десорбцией урана раствором десорбции, содержащим 60 – 100 г/л нитрата натрия ( $\text{NaNO}_3$ ) и 15 г/л серной кислоты ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), взятом в количестве от 0,01 до 0,05 мл раствора десорбции урана на 1 мг анионита.

Использование анионита для предварительного выделения урана из пробы обусловлено его повышенной селективностью к сульфатным комплексам урана вследствие наличия пиридинсодержащих функциональных групп. Исходя из средних содержаний урана в сернокислых технологических растворах, количество анионита в интервале 1-10 мг на 1 мл сернокислого технологического раствора будет лучшим образом корреспондировать с оптимальной емкостью анионита по урану.

Использование меньшего количества анионита не позволит приготовить счетный образец с необходимыми энергетическими характеристиками альфа-излучения т.к. сорбция урана будет незначительной, использование большей массы анионита приведет к увеличенному удельному расходу анионита. Использование раствора десорбции урана состава 60 – 100 г/л  $\text{NaNO}_3$  и 15 г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$  хорошо отработано в технологии урана.

Меньшее количество  $\text{NaNO}_3$  в растворе десорбции урана не позволит полностью десорбировать уран с анионита, большее количество  $\text{NaNO}_3$  в растворе десорбции урана будет приводить к увеличению его удельного расхода без увеличения степени десорбции урана. Использование раствора десорбции урана менее 0,01 мл на 1 мг анионита не позволит полностью десорбировать уран с анионита, большее количество раствора десорбции урана будет приводить к увеличению его удельного расхода без увеличения степени десорбции урана.

Осуществление заявляемого способа подтверждается следующими примерами.

#### Пример 1

Пробу сернокислого технологического раствора приводили в контакт с различным количеством анионита. Затем сернокислый раствор отделяли от анионита и анализировали на уран. По остаточной концентрации урана в сернокислом технологическом растворе определяли степень сорбции урана.

Таблица 1 - Зависимость степени сорбции урана из сернокислого технологического раствора от удельного количества анионита

Количество анионита, мг/мл сернокислого технологического раствора	Степень сорбции урана, %
0,02	13,5
0,1	19,3
0,25	33,0
0,5	35,3
1	57,7
1,25	63,0
2,5	82,7

5	91,0
10	96,2
20	97,7

Видно, что при количестве анионита менее 1 мг/мл степень сорбции урана становится менее 50%, тогда как при увеличении количества анионита степень сорбции растет, достигая значений более 95% при 10 мг/мл. Дальнейшее увеличение количества анионита нецелесообразно, т.к. с одной стороны приводит к существенному увеличению расхода анионита с пиридиновыми группами на один анализ, а с другой стороны – к незначительному увеличению степени сорбции урана.

#### 10 Пример 2

Пробу сернокислого технологического раствора приводили в контакт с анионитом в соотношении 5 мг анионита на 1 мл раствора. Затем сернокислый раствор отделяли от анионита. Насыщенный ураном анионит, делили на равные части, приводили в контакт с раствором десорбции урана при различном содержании  $\text{NaNO}_3$  в нем, при 15 соотношении 0,05 мл раствора десорбции урана на 1 мг анионита. Полученные растворы анализировали на уран. По остаточной концентрации урана в растворах десорбции определяли степень десорбции урана.

Таблица 2 - Зависимость степени сорбции урана из сернокислого технологического раствора от удельного количества анионита

20

Состав раствора десорбции	Степень десорбции урана, %
$\text{NaNO}_3$ -20 г/л $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л	57,1
$\text{NaNO}_3$ -40 г/л $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л	72,2
$\text{NaNO}_3$ -60 г/л $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л	93,0
$\text{NaNO}_3$ -80 г/л $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л	95,3
$\text{NaNO}_3$ -100 г/л $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л	97,4
$\text{NaNO}_3$ -120 г/л $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л	93,5

25

Видно, что при содержании  $\text{NaNO}_3$  в растворе десорбции урана менее 60 г/л степень десорбции урана неудовлетворительная, тогда как при увеличении содержания  $\text{NaNO}_3$  в растворе десорбции урана, степень десорбции урана растет, достигая значений более 95% при 100 г/л  $\text{NaNO}_3$ . Дальнейшее увеличение  $\text{NaNO}_3$  нецелесообразно, т.к. с одной стороны приводит к существенному увеличению расхода реагентов на один анализ, а с другой стороны – к незначительному увеличению степени десорбции урана.

30

#### 35 Пример 3

Пробу сернокислого технологического раствора приводили в контакт с анионитом в соотношении 5 мг анионита на 1 мл раствора. Затем сернокислый раствор отделяли от анионита. Насыщенный ураном анионит делили на равные части и приводили в контакт с раствором десорбции урана состава  $\text{NaNO}_3$ -80 г/л  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -15 г/л, при различном 40 соотношении раствора десорбции урана и анионита. Полученные растворы анализировали на уран. По остаточной концентрации урана в растворах десорбции определяли степень десорбции урана.

Таблица 3 - Зависимость степени сорбции урана из сернокислого технологического раствора от удельного количества анионита

45

Количество раствора десорбции урана, мл/мг	Степень десорбции урана, %
0,005	61,1
0,01	92,2
0,02	94,0

0,05	95,3
0,1	96,7

Видно, что при соотношении раствора десорбции урана и анионита менее 0,1 мл/мг степень десорбции урана неудовлетворительная, тогда как при увеличении соотношении  
 5 раствора десорбции урана и анионита, степень десорбции урана растёт, достигая значений более 95% при соотношении раствора десорбции урана и анионита 0,05 мл/мг. Дальнейшее увеличение соотношения раствора десорбции урана и анионита нецелесообразно, т.к. с одной стороны приводит к существенному увеличению расхода реагентов на один анализ, а с другой стороны – к незначительному увеличению степени  
 10 десорбции урана.

#### Пример 4

При непосредственном электролитическом осаждении урана из сернокислотных растворов подземного выщелачивания урана совместно с ураном наблюдается  
 15 осаждение гидроксидов железа и алюминия на подложку из коррозионностойкой стали, при этом энергетическое разрешение альфа-спектра (Фиг. 1) резко ухудшается, что делает невозможным альфа-спектрометрическое определение изотопного состава урана. Кроме того, за счет низкой концентрации урана в сернокислотных растворах подземного выщелачивания урана и низкой степени электролитическом осаждении урана из-за конкурентного осаждения железа, активность урана на подложке составляет  
 20 всего порядка 0,1 Бк по  $^{238}\text{U}$ , что резко увеличивает необходимое время измерения.

Фиг. 1 - Альфа-спектр после электролитического осаждения урана из сернокислотных растворов подземного выщелачивания урана.

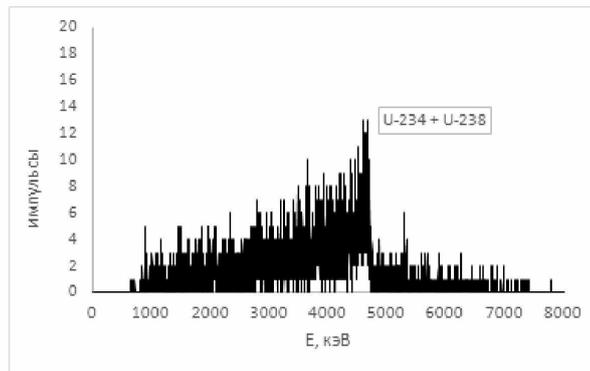
При электролитическом осаждении урана из сернокислотных растворов подземного  
 25 выщелачивания урана после предварительного селективного выделения урана из пробы путем сорбции на анионите в соответствии с методикой, изложенной в патенте, количество железа и алюминия, попадающих в электролит с пробой после десорбции существенно ниже, что приводит к получению тонкого источника с более высокой активностью урана и хорошим энергетическим разрешением альфа-спектра (Фиг. 2).

30 Фиг. 2 - Альфа-спектр после электролитического осаждения урана из сернокислотных растворов подземного выщелачивания урана по методике, изложенной в патенте.

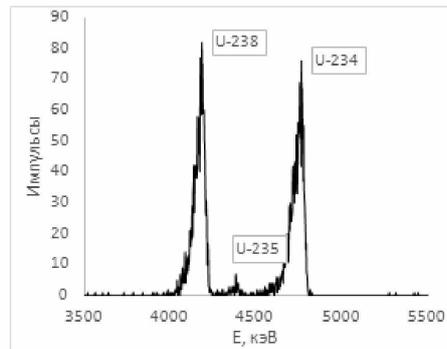
#### (57) Формула изобретения

Альфа-спектрометрический способ определения изотопного состава урана в сернокислых технологических растворах, заключающийся в предварительном выделении  
 35 урана из пробы, приготовлении счетного образца методом электролитического осаждения урана на подложку из коррозионно-стойкой стали, калибровке альфа-спектрометра по энергии регистрируемых альфа-частиц, измерении спектра альфа-излучения полученного счетного образца, расчете площадей пиков альфа-излучения изотопов урана в предварительно заданных энергетических интервалах, отличающийся  
 40 тем, что предварительное выделение урана из пробы осуществляют непосредственно из сернокислотного технологического раствора путем сорбции на анионите с пиридиновыми группами с последующей десорбцией урана раствором десорбции урана, содержащим нитрат натрия ( $\text{NaNO}_3$ ) и серную кислоту ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

45



Фигура 1 Альфа-спектр после электролитического осаждения урана из сернокислотных растворов подземного выщелачивания урана



Фигура 2 Альфа-спектр после электролитического осаждения урана из сернокислотных растворов подземного выщелачивания урана по методике, изложенной в патенте