

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИ-(2-ЭТИЛГЕКСИЛ)ФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ МЕТОДАМИ СПЕКТРОФОТОМЕРИИ И ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Платонова М.А.¹, Хорькова А.Н.¹, Данилов Д.А.¹

¹) Уральский Федеральный Университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

E-mail: platonovamaria17@gmail.com

DETERMINATION OF THE DI-(2-ETHYLHEXYL)PHOSPHORIC ACID BY SPECTROPHOTOMETRY AND GAS CHROMATOGRAPHY

Platonova M.A.¹, Khorkova A.N.¹, Danilov D.A.¹

¹) Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

The di-(2-ethylhexyl) phosphoric acid in sorbent was determined by spectrophotometry and gas chromatography–mass spectrometry. In addition, the decomposition products' impact on the result was eliminated, and the effect of pH was studied.

Один из источников скандия – растворы после подземного выщелачивания урана. В 2019 году была разработана технология извлечения скандия из таких растворов, внедренная на АО «Далур». [1]. Основной экстрагент синтезированного для технологии ТВЭКСа Axion 22 - Д2ЭГФК, поэтому, для эффективного извлечения скандия из растворов, возникает необходимость в контроле содержания Д2ЭГФК в сорбенте. Целью данной работы является разработка аналитической методики определения ди-(2-этилгексил)фосфорной кислоты методом спектрофотометрии и подтверждение результатов методом газовой хроматографии с масс-спектрометром.

В работе определение Д2ЭГФК проводилось с использованием спектрофотометра Lambda 35 и газового хроматографа с масс-спектрометром Perkin Elmer Clarus 600.

Приготовление растворов с известным содержанием аналитов проводили с использованием аналитических весов при помощи автоматического дозатора, отбирая 8,1 мкл, 36,4 мкл, 67,7 мкл, 93 мкл и 121,4 мкл Д2ЭГФК и разбавляя 1 мл ShellSol. 30 мкл таких растворов, разбавляли 1 мл гексана C₆H₁₄. Для экстракции к 7,5 мкл полученного раствора добавляли 7,5 мл 1,2-дихлорэтана и 5 мл раствора индикатора акридиновый оранжевый (0,05 г на 250 мл воды) [2]. Полученные растворы встряхивали в течение 5 минут, затем центрифугировали при 3000 об/мин в течение 10 минут. Около 2 мл органической фазы направляли на спектрофотометрирование относительно раствора холостого опыта.

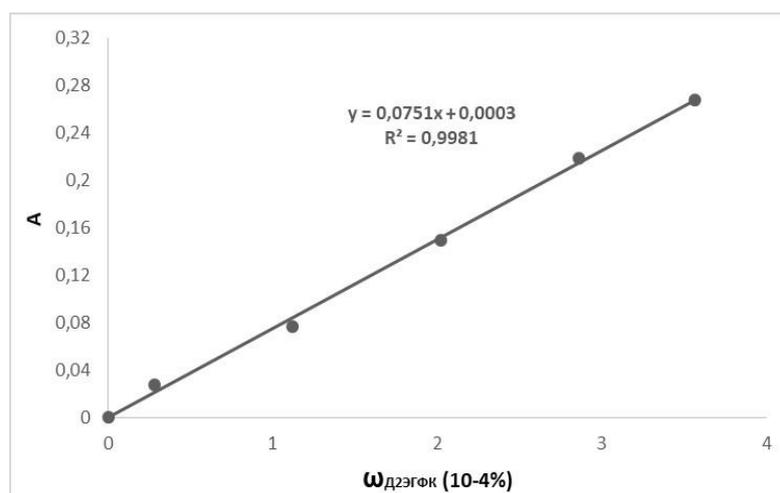


Рис. 1. Зависимость оптической плотности от концентрации Д2ЭГФК.

Пробу перед вводом в газовый хроматограф разбавляли 1:100 додеканом $C_{12}H_{26}$, затем вводили при помощи шприца. Анализ проводили при следующей программе: изменение температуры термостата с 200 до 270 °С, температура инжектора 250 °С, капиллярная колонка elite 5ms, съемка в режиме со сплитом 1:50, объем вводимой пробы 1 мкл, ионизация электронным ударом (70 эВ), температура источника ионов 200 °С, температура интерфейса 250 °С. Результат определения концентрации Д2ЭГФК в ТВЭКСе методом газовой хроматографии $\omega_{Д2ЭГФК} = 29,2\%$

Сравнение результатов анализа заводских проб двумя методами показало, что при спектрофотометрическом определении содержание Д2ЭГФК завышено $\omega_{Д2ЭГФК} = 51\%$. Необходимо устранить влияние продуктов разложения Д2ЭГФК, реагирующих с катионами красителя по аналогичному с Д2ЭГФК механизму, образуя хромофорную частицу ион-ассоциат.

Для очистки от продуктов разложения раствор ТВЭКСа промыли в следующем порядке: NaOH, $H_2O_{дист.}$, H_2SO_4 , $H_2O_{дист.}$. Провели анализ очищенного раствора ТВЭКСа, получили $\omega_{Д2ЭГФК} = 31\%$. Значение близко к результату, полученному методом газовой хроматографии.

Исследовали влияние pH на результаты измерений. Для этого в мерную колбу налили 100 мл раствора индикатора и 50 мл ShellSol, затем, при помощи бюретки, добавляли NaOH 0,1 М с шагом 0,5 мл. В процессе фотометрировали серию растворов с pH = 10,7; 11; 11,39; 11,82 и 12,22. Установлено, что при pH = 10,7 индикатор начинает растворяться в органической фазе, что связано с переходом его из ионной в молекулярную форму.

1. Буньков Г.М., Разработка технологии извлечения скандия из растворов подземного выщелачивания урана, дисс. ... канд. техн. наук, Екатеринбург, 2019.
2. K. L. Popilovskaya, B. R. Okilov and D. A. Danilov, The spectrophotometric determination of D2ЕНРА, AIP Conference Proceedings 2174, 2019.