

## **ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРИБУТИЛФОСФАТА (ТБФ) И ДИ-2-ЭТИЛГЕКСИЛФОСФОРНОЙ КИСЛОТЫ (Д2ЭГФК) В РАСТВОРЕ АЛИФАТИЧЕСКИХ УГЛЕВОДОРОДОВ**

Хорькова А.Н.\*, Антипова К.С., Данилов Д.А.

Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

\*E-mail: [arina.khorkova@gmail.com](mailto:arina.khorkova@gmail.com)

## **DETERMINATION OF TRIBUTYL PHOSPHATE AND DI-2-ETHYLHEXYLPHOSPHORIC ACID IN ALIPHATIC HYDROCARBONS**

Khorkova A.N.\*, Antipova K.S., Danilov D.A.

Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

Gas chromatography is a method of physico-chemical analysis, which allows determining the qualitative and quantitative composition of mainly organic compounds that satisfy the main requirements of this method. Therefore, a technique was developed that allows determining the amount of tributyl phosphate and di-2-ethylhexylphosphoric acid in the solution of aliphatic compounds. The optimal conditions of the analysis were chosen, and the metrological parameters were assessed.

Растворы ТБФ и Д2ЭГФК в алифатических растворителях используются для извлечения и очистки РЗЭ из концентратов после подземного выщелачивания урана. В процессе циклов экстракции и реэкстракции органическая фаза подвергается воздействию кислот и щелочей, что приводит к деградации эфиров фосфорной кислоты. Это приводит к уменьшению степени извлечения и ухудшению селективности. Данные о количественном и качественном составе экстрагента критически важны для контроля производственного процесса.

В данной работе использовали ГХ-МС Perkin Elmer Clarus 600 с электронным ударом, капиллярную колонку Elite-5MS 30м 250мкм, лайнер с внутренним диаметром 4 мм, шприц 10 мкл. Ввод пробы с делением потока от 1:50 до 1:250 при температурах от 150 до 300<sup>o</sup>C. Градуировочные растворы готовили на аналитических весах из чистых веществ с последующим разбавлением растворителем в соотношении 1:100.

При разработке методики было изучено влияние способа ввода пробы (холодной и горячей иглой, с воздушной прослойкой, «сэндвич»), типа растворителя (гексан, октан, додекан), температуры инжектора, объема вводимой пробы на повторяемость. Значения относительного стандартного отклонения (ОСО) приведены в таблице 1.

Также определена линейная зависимость между объемом вводимой пробы (0.4-3.2 мкл) и аналитическими сигналами и нелинейность при регулировке величины деления потока (1:50-1:250).

Выявлена необходимость применения внутреннего стандарта. Так для ТБФ ОСО снижается с 32 до 6 %, для Д2ЭГФК – с 97 до 27%.

Установлено сильное подавляющее влияние сигнала ТБФ на Д2ЭГФК, причем обратного эффекта не наблюдалось. Таким образом неправильно приготовленные градуировочные образцы будут являться источником существенного занижения результата для Д2ЭГФК.

Определены метрологические характеристики разработанной методики. С использованием разработанной методики проанализирован ряд реальных образцов.

| Серия           | 1              | 2     | 3       | 4      | 5            | 6         | 7       | 8      | 9  |
|-----------------|----------------|-------|---------|--------|--------------|-----------|---------|--------|----|
| Игла            | холод.         |       |         | горяч. | холод.       | горяч     |         | холод. |    |
| Тип ввода       | проба в шприце |       |         |        | проба в игле | «сэндвич» |         |        |    |
| Растворитель    | гексан         | октан | додекан | гексан |              |           | додекан |        |    |
| ОСО (ТБФ), %    | 6              | 3.3   | 2.7     | 9      | 4            | 9         | 11      | 18     | 28 |
| ОСО (Д2ЭГФК), % | 11             | 4     | 5       | 3.9    | 6            | 13        | 12      | 23     | 25 |