

# **Análisis Absorciométrico de Uranio**

**Por**

**Lain Diez Kaiser**

**y**

**Marcelo Robert**

## ANALISIS ABSORCIOMETRICO DEL URANIO \*

Por LAÍN DIEZ \*\* y MARCELO ROBERT \*\*\*

### I. Resumen.

1. Se describe un método absorciométrico basado en la conocida reacción del uranio con el peróxido de hidrógeno. En el procedimiento establecido por los autores después de la investigación, se logra evitar la interferencia del hierro en proporción de 200 Fe a 1  $U_3O_8$  y la interferencia del vanadio y del titanio presentes en porcentajes del mismo orden de magnitud que el del uranio. No es necesario efectuar separaciones. La absorción hasta concentraciones de 100 p. p. m. sigue la ley de Beer. Se emplea un espectrofotómetro Beckman DU con fotomultiplicador.

### II. Antecedentes y Fundamentos.

2. Entre los procedimientos basados en métodos absorciométricos merecen especial interés: 1º el que utiliza la formación del oxinato (o quinolinolato) de uranilo ( $UO_2(C_2H_6ON)_2 \cdot C_9H_7ON$ ), soluble en cloroformo, dando un color amarillo, <sup>1</sup>SILVERMAN L., MOUDY L., HAWLEY D. W. (1953), y 2º el que utiliza la conocida reacción con el peróxido de hidrógeno. <sup>2</sup>Departm. of Scient. and Ind Res. (1950).

### III. Investigación.

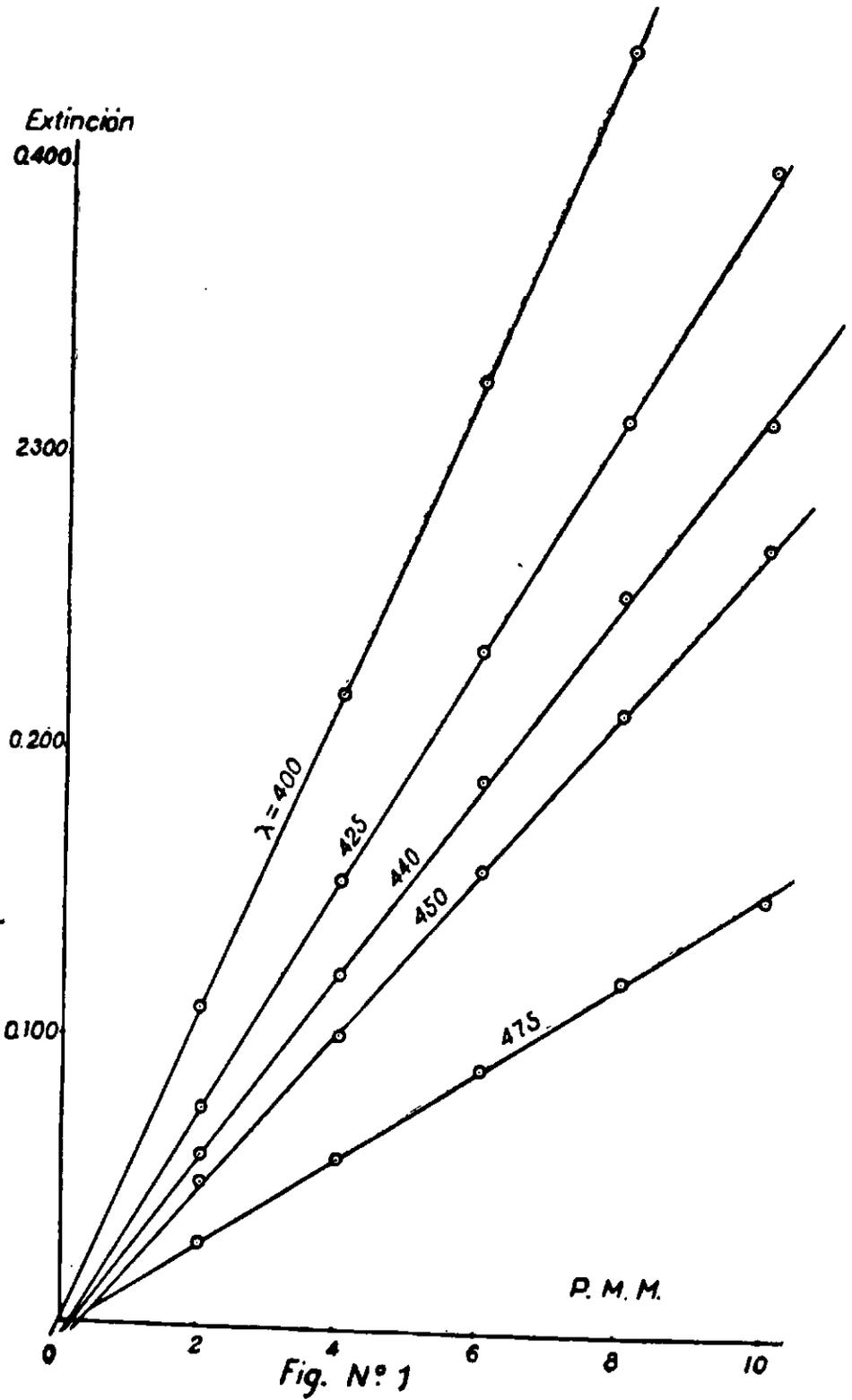
3. *Método del oxinato de uranio.* La extracción con cloroformo en el aparato de Rothe dió buenos resultados: las absorciones eran muy altas y se conformaban a la ley de Beer hasta una concentración de 10 p. p. m.  $U_3O_8$ , como lo demuestra el gráfico N° 1, con longitudes de onda de 400, 425, 440, 450 y 475 y cubetas Corex de 20 mm. de espesor de líquido.

---

\* Recibido para su publicación: Abril de 1956.

\*\* Profesor de Química Analítica Inorgánica en la Escuela de Ingeniería (U. de Ch.).

\*\*\* Becado por la Universidad de Chile en Francia.



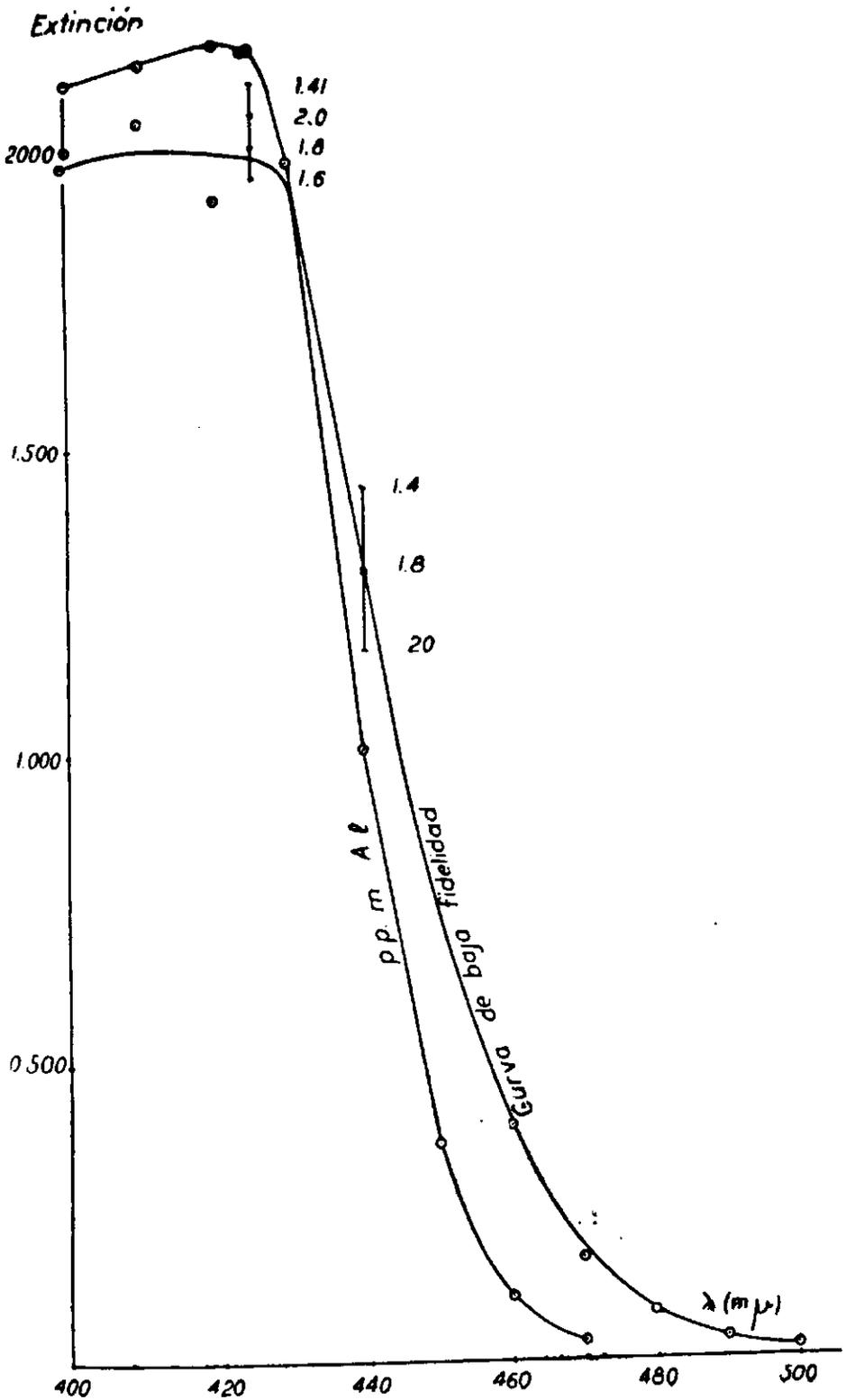


Fig. N° 2

La interferencia molesta es la del aluminio, que da una coloración verde amarillenta y cuyas curvas de absorción para 20 p. p. m. Al están reproducidas en la fig. 2. La curva punteada, que obtuvimos primero, es de baja fidelidad porque trabajábamos con la ranura demasiado abierta, dada la poca sensibilidad del fototubo rojo. La curva continua es de mucha fidelidad porque se trabajaba con ancho de ranura inferior a 0,01 mm., lo que era posible gracias a la gran sensibilidad del fototubo violeta I P 28. Los valores para 20 y 40 p. p. m. Al están en el cuadro I.

CUADRO I

(Ranura 0,01 mm., f. t. I P 28)

| $\lambda$<br>m $\mu$ | 20 p. p. m. Al | 40 p. p. m. Al |
|----------------------|----------------|----------------|
|                      | D              | D              |
| 400                  | 2.117          | 2.172          |
| 410                  | 2.160          | 2.205          |
| 420                  | 2.183          | 2.212          |
| 430                  | 1.976          | 2.178          |
| 440                  | 1.016          | 1.506          |
| 450                  | 0.360          | 0.540          |
| 460                  | 0.108          | 0.163          |
| 470                  | 0.030          | 0.035          |
| 480                  | 0.011          | 0.005          |
| 490                  | 0.005          | — 0.002        |
| 500                  | 0.003          | — 0.005        |

4. Para calcular la concentración del uranio en presencia del aluminio pretendíamos utilizar dos longitudes de onda diferentes y partíamos de las dos ecuaciones 1) que no precisan demostración:

$$\begin{aligned} E &= 1 (cU \cdot e_1' + {}^cAl \cdot e_2') \\ E &= 1 (cU \cdot e_2'' + {}^cAl \cdot e_2'') \end{aligned} \quad (1)$$

Al combinar estas dos ecuaciones se obtiene:

$$cU = \frac{1 E \lambda' \left( \frac{e_2'}{e_2'} - \frac{E \lambda'}{E \lambda'} \right)}{1 e_1' \left( \frac{e_2'}{e_2''} - \frac{e_1'}{e_2''} \right)} \quad (2)$$

en que

cU = concentración del uranio en mmol/ml.

$l$  = espesor de cubeta en cm.

$E_{\lambda'} = D_{\lambda'}$  = extinción o densidad óptica para  $\lambda'$

$E_{\lambda''} = D_{\lambda''}$  = " " " "  $\lambda''$

$e_1' e_1''$  = Coeficientes de extinción decádico-molares para el oxinato de uranio con longitudes de onda  $\lambda'$  y  $\lambda''$

$e_2' e_2''$  = el mismo significado anterior para el oxinato de aluminio.

Como se deduce de la fórmula 2), el problema tiene solución si las absorciones del oxinato de aluminio siguieran la ley de Beer, lo que no se verificó. Pero existía la posibilidad, aun así, de encontrar un campo de longitudes de onda tal que la razón entre las absorciones para distintas longitudes de onda fuera independiente de la concentración del aluminio. De verificarse esta hipótesis, se tendría también la constancia entre los coeficientes de extinción respectivos ( $e_2' = \text{cte.}$ ), lo que per-

$\overline{e_2'}$

mitiría aplicar la fórmula 2). Ahora bien, como lo muestran los valores del cuadro I para concentraciones de 20 y 40 p. p. m. Al, la constancia supuesta no se verifica. Esta conclusión nos indujo a abandonar el método, pues en los minerales que pensábamos analizar había con seguridad leyes de varios por cientos en aluminio. Además, la interferencia del hierro sólo puede evitarse en este método si se le incorpora a un complejo de ferrocianuro tras una marcha complicada y que exige varios reactivos auxiliares.

5. *Método del peróxido de hidrógeno.* En nuestra primera fase de experimentación nos ceñíamos a las normas del folleto N<sup>o</sup> 1 de la Bibliografía. Según la marcha recomendada, el hierro, cuya interferencia es molesta, se elimina mediante una columna de celulosa en éter nítrico, que fija el hierro mientras que el uranio pasa en el solvente. Sin embargo, la excesiva cantidad de hierro en los minerales que pretendíamos analizar excedía la capacidad de absorción de nuestra columna y no lo- grábamos separar bien el hierro del uranio. Además, sabíamos que el titanio y el vanadio interfieren según las condiciones experimentales en que se opera.

Tratamos, entonces, de elegir estas condiciones de tal manera que se evitara la interferencia del hierro hasta razones de concentración  $\text{Fe} : \text{U}_3 \text{O}_8 = 200 : 1$ , y del titanio y vanadio en concentraciones del mismo orden de magnitud que el del uranio, todo esto sin ninguna separación previa.

6. Con este fin preparamos primero una solución sintética de hierro y uranio que contenía 200 mg. de Fe en forma de  $\text{FeCl}_3$  y 2 mg.  $\text{U}_3 \text{O}_8$  en forma de  $\text{UO}_2\text{SO}_4$ . Previamente habíamos comprobado la validez de la ley de Beer para soluciones que contenían desde 2 hasta 120 p. p. m.

$U_3O_8$  para una longitud de onda  $\lambda = 330$ . Esto nos permitió determinar la siguiente fórmula:

$$cU_3O_8 \text{ (mg en 50 ml)} = \frac{E}{0,152 \cdot l} \quad \lambda = 330 \quad 3)$$

en que E es la extinción (o densidad óptica D).

Se comprobó que la absorción debida al uranio en la solución mixta de uranio y hierro era aproximadamente la misma que en la solución de uranio sólo cuando se seguía la técnica del folleto N<sup>o</sup> 1 de la Bibliografía, que consiste en agregar a la solución, contenida en un matraz aforado de 50 ml., primero 10 ml. de  $H_2SO_4$  5N; después, 0,5 ml. de  $H_2O_2$  de 20 vols.; en neutralizar en seguida con NaOH 2,5 N hasta precipitar el hidróxido férrico, y en agregar, por último, 5 ml. en exceso de la solución de NaOH. El blanco se diferenciaba de la muestra sólo por no contener uranio.

7. Después comprobamos sobre soluciones de titanio y sobre soluciones de vanadio que, dentro de las condiciones experimentales del párrafo anterior, las coloraciones causadas por el  $H_2O_2$  desaparecían y, después de algún tiempo, se observaba en las soluciones de titanio una precipitación de  $Ti(OH)_4$ , a juzgar por su color blanco y su aspecto.

En vista de la influencia de la concentración del  $H_2O_2$  sobre la coloración, estudiamos el efecto de concentraciones crecientes de  $H_2O_2$ , primero en presencia de uranio. Los resultados se encuentran en el cuadro II.

#### CUADRO II

(con uranio)

| $H_2O_2$ (20 vol.)<br>ml | $\lambda$ | E<br>= 330 | E<br>= 370 | E<br>= 400 |
|--------------------------|-----------|------------|------------|------------|
| 0,5                      |           | 0,440      |            |            |
| 1,0                      |           | 0,578      |            |            |
| 1,5                      |           | 0,670      |            |            |
| 2,0                      |           | 0,775      |            |            |
| 3,0                      |           | 1,143      | 0,450      | 0,280      |
| 4,0                      |           | 1,332      | 0,460      | 0,284      |
| 5,0                      |           | 1,502      | 0,468      | 0,283      |
| 6,0                      |           | 1,603      | 0,467      | 0,280      |
| 7,0                      |           | 0,727      | 0,476      | 0,284      |
| 8,0                      |           | 1,747      | 0,470      | 0,281      |

( $H_2O_2$  solo)

| con $\lambda$ = | 330   | 340   | 350   | 360   | 370   | 380   | 390   | 400   | 420   |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 5,0 E =         | 1,038 | 0,507 | 0,265 | 0,155 | 0,108 | 0,078 | 0,061 | 0,038 | 0,017 |

Se observa un aumento notable de la absorción con la concentración del  $H_2O_2$  y se deduce también que la perturbación causada por este

oxidante es mucho mayor en dirección al ultravioleta y que se hacía despreciable ya con una longitud de onda de 420. Desgraciadamente, al aumentar la longitud de onda disminuye la sensibilidad de la reacción colorimétrica del uranio. Considerando estas dos condiciones antagónicas, nos inclinamos por trabajar con una longitud de onda sobre  $\lambda = 400$ .

8. En seguida preparamos soluciones sintéticas de uranio, titanio y vanadio que contenían cantidades variables de uranio, de 1 a 5 mg.  $U_3O_8$ , con 2 mg.  $TiO_2$  y 2 mg.  $V_2O_5$ . Aumentamos el volumen final a 100 ml. porque en 50 ml. resultaba difícil agregar el volumen total de los reactivos necesarios. Además, en vista de la disminución de la sensibilidad a mayor longitud de onda, optamos por cubetas de 50 mm. (Corex).

La muestra sintética respecto del blanco en que sólo faltaba el uranio dió exactamente la misma absorción que otra muestra con la misma concentración de uranio y sin titanio y vanadio, como lo comprueban los cuadros III y IV.

**CUADRO III**

(1,0 ml  $H_2O_2$ )  
2,0 mg  $U_3O_8$

| Descripción   |                             | $\lambda = 400$ | 410   | 420   |
|---------------|-----------------------------|-----------------|-------|-------|
| U sólo        | (VII) c/r blanco sin U (IV) | E = 0,340       | 0,270 | 0,205 |
| Blanco anter. | (IV) c/r agua (V)           | = 0,012         | 0,008 | 0,004 |

**CUADRO IV**

(1,0 ml  $H_2 O_2$ )  
2,0 mg  $U_3O_8$

| Descripción   |                             | $\lambda = 400$ | 410   | 420   |
|---------------|-----------------------------|-----------------|-------|-------|
| U + V + Ti    | (VII) c/r blanco sin U (IV) | E = 0,340       | 0,272 | 0,209 |
| Blanco anter. | (IV) c/r agua (V)           | = 0,108         | 0,072 | 0,048 |

En cambio, cuando la absorción se media con respecto a un blanco que contenía uranio, titanio y vanadio, pero sin  $H_2O_2$ , se encontraron diferencias en relación con muestras de uranio sin titanio ni vanadio, como se ve en el cuadro V.

CUADRO V

(1,0 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)  
2,0 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

| Descripción   | $\lambda =$ | 400   | 410   | 420   |
|---|-------------|-------|-------|-------|
| U + V + Ti (VII) (IV)<br>c/r blanco H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> | E =         | 0,427 | 0,325 | 0,244 |
| Blanco anter. (IV) (V)<br>c/r agua                                | =           | 0,036 | 0,031 | 0,025 |
| U + V + Ti (VII) (V)<br>c/r agua, comprobación                    | =           | 0,467 | 0,361 | 0,274 |

9. En conclusión, el problema se reducía a igualar los blancos, puesto que en un método por diferencia no se puede eliminar el uranio. Con este propósito, se consideraron los siguientes factores: 1º la concentración del peróxido de hidrógeno; 2º la longitud de onda, y 3º el orden en que se agregan los reactivos.

Sin embargo, no se obtuvieron resultados definitivos y sólo llegamos a valores satisfactorios cuando se filtró el precipitado de hidróxido de titanio por un filtro fino S. & S. 602 h. Este papel se presta para filtrar al vacío con succión moderada. Los resultados, *antes* del uso de este papel están consignados en los cuadros: VI, VII, VIII, IX y X.

CUADRO VI

(0,2 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)  
2 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

| Descripción  | $\lambda =$ | 400   | 410   | 420   |
|--|-------------|-------|-------|-------|
| Blanco exacto (sin U) (VII) (IV)<br>c/r bl.<br>sin H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> | E =         | 0,063 | 0,029 | 0,013 |
| Blanco sin H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (VII) (V)<br>c/r agua                   | =           | 0,025 | 0,021 | 0,018 |
| Blanco sin U (VII) (V)<br>c/r agua   | =           | 0,083 | 0,048 | 0,028 |

CUADRO VII

(0,5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)  
2 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

| Descripción                       | $\lambda =$ | 400   | 410   | 420   |
|-----------------------------------|-------------|-------|-------|-------|
| Blanco sin U (IV) (V)<br>c/r agua | E =         | 0,089 | 0,061 | 0,036 |

CUADRO VIII

(1,0 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1)  
2 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

| Descripción   | $\lambda = 400$ | 410   | 420   |
|---|-----------------|-------|-------|
| (IV) (V)<br>Blanco sin U c/r agua   | E = 0,108       | 0,076 | 0,053 |
| 1) El H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> se agregó al final y después se filtró. |                 |       |       |

CUADRO IX

(3,0 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)  
2,0 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

| Descripción                  | $\lambda = 400$ | 410   | 420   |
|------------------------------|-----------------|-------|-------|
| (VII)<br>U + V + Ti c/r agua | E = 0,307       | 0,258 | 0,213 |
| Blanco sin U c/r agua        | = 0,105         | 0,083 | 0,068 |

CUADRO X

(2,0 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>)

| Descripción         | $\lambda = 330$ | 350   | 370   | 390   | 400    | 410    | 420   |
|---------------------|-----------------|-------|-------|-------|--------|--------|-------|
| (VII)<br>U sólo c/r |                 |       |       |       |        |        |       |
| (IV)<br>blanco      | E = 0,760       | 0,675 | 0,538 | 0,410 | 0,348  | 0,272  | 0,208 |
| (IV)<br>Blanco c/r  |                 |       |       |       |        |        |       |
| (V)<br>agua         | = 0,142         | 0,042 | 0,022 | 0,012 | 0,0085 | 0,0055 | 0,003 |

(0,2 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

|                     |           |       |       |       |        |        |        |
|---------------------|-----------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|
| (VII)<br>U sólo c/r |           |       |       |       |        |        |        |
| (IV)<br>blanco      | E = 0,756 | 0,672 | 0,535 | 0,412 | 0,348  | 0,277  | 0,211  |
| (IV)<br>Blanco      |           |       |       |       |        |        |        |
| (V)<br>c/r agua     | = 0,063   | 0,017 | 0,007 | 0,001 | —0,001 | —0,002 | —0,003 |

(0,1 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

|          |       |     |       |       |       |        |         |        |         |
|----------|-------|-----|-------|-------|-------|--------|---------|--------|---------|
|          | (VII) |     |       |       |       |        |         |        |         |
| U sólo   | c/r   |     |       |       |       |        |         |        |         |
| blanco   | (IV)  | E = | 0,755 | 0,670 | 0,532 | 0,408  | 0,346   | 0,275  | 0,210   |
| Blanco   | (IV)  |     |       |       |       |        |         |        |         |
| c/r agua | (V)   | =   | 0,033 | 0,010 | 0,004 | 0,0005 | —0,0015 | —0,003 | —0,0035 |

10. Por último preparamos soluciones sintéticas de uranio, titanio, vanadio y hierro, en las proporciones indicadas en el párrafo 8 y con 200 mg. Fe como FeCl<sub>3</sub>. Al ceñirnos a la técnica del folleto (Nº 1 de la Bibliogr.) los resultados fueron inaceptables porque no se obtuvo el color típico amarillo del compuesto de uranio característico, según se comprueba en los cuadros XI y XII.

CUADRO XI

(2,0 mg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>; 2 mg V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 2 mg TiO<sub>2</sub>; 200 mg Fe)

| Descripción | λ = | 330 | 350 | 370 | 390 | 400 | 410 | 420 |
|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|

(Blancos sin H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

|      |       |     |       |       |       |       |       |       |       |
|------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Nº 1 | (VII) |     |       |       |       |       |       |       |       |
| agua | c/r   |     |       |       |       |       |       |       |       |
|      | (V)   | E = | 0,136 | 0,052 | 0,022 | 0,011 | 0,010 | 0,007 | 0,005 |
| Nº 2 | (IV)  |     |       |       |       |       |       |       |       |
| agua | c/r   |     |       |       |       |       |       |       |       |
|      | (V)   | =   | 0,205 | 0,082 | 0,042 | 0,029 | 0,028 | 0,023 | 0,019 |
| Nº 3 | (IV)  |     |       |       |       |       |       |       |       |
| agua | c/r   |     |       |       |       |       |       |       |       |
|      | (V)   | =   | 0,131 | 0,045 | 0,019 | 0,012 | 0,010 | 0,008 | 0,008 |

CUADRO XII

| Descripción | λ = | 330 | 350 | 370 | 390 | 400 | 410 | 420 |
|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|

(VII)

|   |   |     |       |       |       |       |       |       |       |
|---|---|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| con 0,1ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> |   | E = | 0,820 | 0,582 | 0,344 | 0,184 | 0,132 | 0,094 | 0,065 |
| " 0,2 "                                 | " |     | 0,960 | 0,673 | 0,416 | 0,239 | 0,176 | 0,127 | 0,080 |
| " 0,3 "                                 | " |     | 0,954 | 0,650 | 0,420 | 0,231 | 0,174 | 0,128 | 0,091 |
| " 0,4 "                                 | " |     | 0,910 | 0,630 | 0,382 | 0,218 | 0,148 | 0,111 | 0,077 |

11. Al investigar la causa de esta anomalía se encontró que la alcalinidad tenía una influencia decisiva y que, a partir de una concentración de 2% en hidróxido de sodio libre, e. d., agregado después de precipitar el hidróxido férrico, la coloración reaparecía y su absorción no variaba aunque la concentración en NaOH pasara de esta concentración favorable de 2%.

12. También mejoraron los resultados al cambiar el anión asociado con el hierro. En vez del cloruro de hierro preparamos soluciones sintéticas con sulfato férrico. La solución de sulfato férrico se preparó a partir de una solución de sulfato ferroso ligeramente acidulada con ácido sulfúrico que se oxidó con peróxido de hidrógeno, cuyo exceso se eliminó por ebullición.

13. Todo lo anterior nos permitió establecer el siguiente procedimiento definitivo:

La solución sulfúrica con uranio, titanio, vanadio y hierro, poco ácida, se echa a un matraz aforado de 100 ml.; se agregan 0,2 ml. de  $H_2O_2$  de 20 vol. y se agita; se agrega gota a gota NaOH 5N hasta precipitar por completo el hidróxido férrico y luego se agregan 10 ml. más de NaOH 5N. Se completa el volumen a 100 ml. con agua destilada y se agita vigorosamente (¡importante!). Se filtra por papel S & S 602 h al vacío con succión moderada. El filtrado, del que se desechan los 10 a 20 primeros mililitros, se traspasa a una cubeta Corex de 50 mm. de espesor de líquido y se compara su absorción con una solución igual, pero que no contiene peróxido de hidrógeno. La longitud de onda utilizada es de 420. No hay que preocuparse del tiempo.

14. Los resultados, que demuestran el éxito de la investigación, están consignados en los cuadros XIII y XIV.

CUADRO XIII

| Descripción   | $\lambda =$ | 400   | 410   | 420   |
|---|-------------|-------|-------|-------|
| a) Blancos sin $H_2O_2$ , con 2 mg $U_3O_8$ , 2 mg $V_2O_5$ , 2 mg $TiO_2$ y 100 mg. Fe como $Fe_2(SO_4)_3$ , c/r agua. | E =         | 0,049 | 0,042 | 0,033 |
| Mtra . 1  |             | 0,043 | 0,038 | 0,032 |
| " 2   |             | 0,039 | 0,034 | 0,026 |
| b) Blanco con 0,5 ml $H_2O_2$ , sin uranio, lo demás igual, c/r agua.   |             | 0,122 | 0,096 | 0,076 |
| c) Blanco sin $H_2O_2$ , lo demás igual, muestras con U en conc. creciente:   |             |       |       |       |
| Blanco c/r agua.  |             | 0,093 | 0,072 | 0,058 |
| 1 mg $U_3O_8$   |             | 0,284 | 0,221 | 0,170 |
| 2 " "   |             | 0,400 | 0,314 | 0,242 |
| 3 " "   |             | 0,596 | 0,472 | 0,369 |
| 4 " "   |             | 0,757 | 0,606 | 0,472 |
| 5 " "   |             | 0,917 | 0,725 | 0,556 |
| 6 " "   |             | 1,080 | 0,855 | 0,676 |

CUADRO XIV  
(Uranio solo)

| Descripción   | $\lambda = 400$ | 410    | 420    |
|---|-----------------|--------|--------|
| Blancos y muestras siempre con<br>0,2 ml $H_2O_2$ : |                 |        |        |
| Blanco c/r agua, sin U                              | E = 0,005       | —0,005 | —0,005 |
| 2 mg $U_3O_8$                                       | 0,343           | 0,270  | 0,203  |
| 4 " "   | 0,670           | 0,534  | 0,407  |
| 5 " "   | 0,865           | 0,666  | 0,510  |

15. En vista de la validez de la ley de Beer deducida de estos cuadros, se calculó un coeficiente a fin de no tener que hacer cada vez una curva de calibración. El coeficiente es:

$$\text{Conc. } U_3O_8 \text{ (mg en 100 ml)} = \frac{E}{20.1 \text{ (cm.)}}; \lambda = 400 \text{ m } \mu \text{ 4)}$$

16. *Procedimiento para minerales.* Se ataca 1 g en una cápsula de platino con una mezcla de 7 ml de ác. fluorhídrico y 2 ml de ác. sulfúrico 3 : 1, y se evapora casi a sequedad. Se repite el ataque y la evaporación. Después se expulsa el ác. fluorhídrico mediante dos evaporaciones con ác. sulfúrico de la misma concentración. Se deja enfriar, se agregan 5 ml de ác. sulfúrico 3 : 1 y 20 ml de agua caliente; se desintegra la masa, que debe dejar un residuo granuloso blanco grisáceo, se traspasa a un filtro y se lava con abundante agua caliente. El filtrado se recibe en un matraz aforado de 100 ml. Se deja enfriar y luego se enrasa con agua fría. Se agita bien. Con una pipeta seca se traspasan 50 ml a un matraz aforado de 100 ml y la pipeta se enjuaga sobre el matraz original. Ahora se procede con ambas soluciones como se indica en el párr. 13, con la única diferencia de que a uno cualquiera de los dos matraces, que servirá de blanco, no se le agrega peróxido de hidrógeno.

17. Como ejemplo, damos el resultado del análisis de un mineral, del que se atacaron 2 g para poder efectuar un análisis por duplicado en la solución resultante. Cada solución final de 100 ml sometida al análisis correspondía a 0,5 g de la muestra original

| Muestra    | D observ. | D correg.                            | $\lambda$ (m $\mu$ ) |
|------------|-----------|--------------------------------------|----------------------|
| Blanco     | 0,025     |                                      | 420                  |
| Solución 1 | 0,079     | 0,054                                | 420                  |
| Solución 2 | 0,080     | 0,055                                | 420                  |
|            |           | T <sup>o</sup> M <sup>o</sup> 0,0545 |                      |

La ley resultante, de acuerdo con 4) es

$$\frac{54,5 \cdot 2}{20 \cdot 5 \cdot 10} = 0,109 \% U_3O_8$$

Santiago, agosto de 1955.

### BIBLIOGRAFIA

- <sup>1</sup>Departm. of Scient. and Ind. Res. 1950. Handbook of Chem. Meth., The Determ. of Uranium in Min. and Ores, London, His Majesty's Stationery Office, p. 4, 6, 13, 14, 15, 21, 22.
- <sup>2</sup>SILVERMAN L., MOUDY L., HAWLEY D. W. 1953. Small Amounts of Uranium in the Presence of Iron, Anal. Chem., 25, N° 9, p. 1369.

### SUMMARY

#### *Absortimetric Analysis of Uranium.*

The well known absortimetric method based on the reaction with hydrogen peroxido has been improved and tested with synthetic solutions containing the same percentage by weight of  $V_2O_5$  and  $TiO_2$  and a hundred fold percentage of Fe. The absorption follows Beer's law up to 100 mg/1  $U_3O_8$ . With a wavelength of 420 m  $\mu$  and Corex cells the following formula holds up to said concentration:

$$\text{Conc. } U_3O_8 \text{ (mg/100 ml)} = \frac{E}{20 \cdot l \text{ (cm)}}$$

$l$  being the thickness of the layer inside the solution cell, and  $E$  being the extinction or optical density. The useful range for ores is 0,05 to 0,5%  $U_3O_8$ . A procedure for the analysis of a highly ferruginous ore is given.