

فهرست مطالب

عنوان	صفحه
فصل اول	۱
مروری بر خصوصیات اورانیم و روش های جداسازی و اندازه گیری آن	۱
۱-۱- مقدمه	۲
۱-۱-۱- اورانیم	۲
۱-۱-۲- ویژگی های فیزیکی و شیمیایی اورانیم	۲
۱-۱-۳- ایزوتوپ های اورانیم	۳
۱-۱-۴- ترکیبات اورانیم	۳
۱-۱-۵- تأثیرات زیست محیطی اورانیم	۴
۱-۱-۶- کاربرد اورانیم	۴
۲-۱- روش های دستگاهی اندازه گیری اورانیم	۵
۱-۲-۱- روش فلورسانس اشعه ایکس (XRF)	۵
۱-۲-۲- طیفسنجی گاما	۶
۱-۲-۳- تلفیق طیفسنجی گاما و اشعه X	۶
۱-۲-۴- ثبت رد شکافت (FTR)	۶
۱-۲-۵- طیفسنجی آلفا	۷
۱-۲-۶- فلوریمتری	۷
۱-۲-۷- اسپکتروفوتومتری	۸
۳-۱- مروری بر روش های تغلیظ، جداسازی و اندازه گیری اورانیم	۸
۱-۳-۱- استخراج مایع-مایع	۸
۱-۳-۲- استخراج فاز جامد	۱۲
۱-۳-۳- استخراج نقطه ابری	۱۷

۱۹.....	۴-۳-۱- میکرواستخراج فاز مایع اورانیم.....
۲۳.....	فصل دوم
۲۳.....	جداسازی و تغلیظ اورانیم با روش ترکیبی استخراج فاز جامد-میکرواستخراج مایع-مایع پخشی و اندازه‌گیری آن به روش تزریق در جریان-اسپکتروفوتومتری.....
۲۳.....	۱-۲- هدف تحقیق.....
۲۴.....	۲-۲- بخش تجربی.....
۲۶.....	۱-۲-۲- دستگاه‌های مورد استفاده.....
۲۶.....	۲-۲-۲- مواد و محلول‌های مورد نیاز.....
۲۷.....	۳-۲-۲- آماده‌سازی نمونه حقیقی.....
۲۷.....	۴-۲-۲- تهیه ستون جاذب.....
۲۸.....	۵-۲-۲- روش کار.....
۲۹.....	۶-۲-۲- نتایج و بحث.....
۳۰.....	۱-۶-۲-۲- بهینه‌سازی پارامترهای مؤثر بر میکرواستخراج مایع-مایع پخشی.....
۳۵.....	۲-۶-۲-۳- بهینه‌سازی پارامترهای مؤثر بر استخراج فاز جامد.....
۵۰.....	۷-۲-۲- عملکرد تجزیه‌ای سیستم.....
۵۰.....	۱-۷-۲-۲- حد تشخیص روش پیشنهادی.....
۵۰.....	۲-۷-۲-۲- بررسی تکرارپذیری روش.....
۵۴.....	۸-۲-۲- بررسی اثر مزاحمت‌ها.....
۵۴.....	۹-۲-۲- کاربرد روش.....
۵۷.....	۱۰-۲-۲- مقایسه روش پیشنهادی با دیگر روش‌ها.....
۵۸.....	۳-۲- نتیجه‌گیری.....
۵۹.....	فصل سوم
۵۹.....	جداسازی و تغلیظ مالاشیت گرین به صورت جفت یون با سورفاکتانت آنیونی سدیم دودسیل سولفات به روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی-قطره آلی منجمد شناور شده (DLLME-SFO) و اندازه‌گیری به روش تزریق در جریان-اسپکتروفوتومتری ..

- ۳-۱- مالا شیت گرین ۶۰
- ۳-۱-۲- مروری بر مطالعات انجام شده در اندازه گیری مالا شیت گرین ۶۰
- ۳-۲- هدف تحقیق ۶۳
- ۳-۳- بخش تجربی ۶۴
- ۳-۳-۱- دستگاه های مورد استفاده ۶۴
- ۳-۳-۲- مواد و محلول های مورد استفاده ۶۴
- ۳-۳-۳- آماده سازی نمونه حقیقی ۶۴
- ۳-۳-۴- روش کار ۶۵
- ۳-۳-۵- نتایج و بحث ۶۵
- ۳-۳-۵-۱- بهینه سازی پارامترهای مؤثر بر میکرواستخراج مایع-مایع پخشی-قطره آلی
شناور منجمد شده ۶۶
- ۳-۴- عملکرد تجزیه ای سیستم ۷۷
- ۳-۴-۱- نمودار معیارگیری ۷۷
- ۳-۴-۲- حد تشخیص روش ۷۷
- ۳-۴-۳- بررسی دقت روش ۷۷
- ۳-۵- بررسی اثر مزاحمت ها ۷۷
- ۳-۶- کاربرد روش ۸۰
- ۳-۷- مقایسه روش پیشنهادی با دیگر روش ها ۸۰
- ۳-۸- نتیجه گیری ۸۳

فهرست جداول

عنوان	صفحه
جدول ۱-۲- روش‌های اسپکتروفوتومتری اندازه‌گیری اورانیم.	۲۵
جدول ۲-۲- اثر pH محلول در میکرواستخراج اورانیم.	۳۱
جدول ۳-۲- اثر غلظت لیگاند مالاویت گرین در میکرواستخراج اورانیم.	۳۳
جدول ۴-۲- اثر حجم حلال پخش‌کننده.	۳۴
جدول ۵-۲- اثر غلظت سدیم بنزوات.	۳۶
جدول ۶-۲- اثر حجم فاز آلی بر بازده استخراج.	۳۷
جدول ۷-۲- اثر غلظت سدیم استات در استخراج فاز جامد اورانیم.	۳۹
جدول ۸-۲- اثر pH در استخراج فاز جامد اورانیم.	۴۰
جدول ۹-۲- اثر نوع شوینده بر واجذبی اورانیم (VI) از جاذب.	۴۱
جدول ۱۰-۲- اثر غلظت شوینده بر واجذبی اورانیم از جاذب.	۴۲
جدول ۱۱-۲- اثر حجم شوینده بر واجذبی اورانیم از جاذب.	۴۴
جدول ۱۲-۲- اثر سرعت شویش بر واجذبی اورانیم از جاذب.	۴۵
جدول ۱۳-۲- اثر سرعت عبور محلول نمونه.	۴۶
جدول ۱۴-۲- اثر غلظت نمک سدیم کلرید بر بازده استخراج.	۴۸
جدول ۱۵-۲- اثر حجم نمونه بر استخراج فاز جامد اورانیم.	۴۹
جدول ۱۶-۲- رابطه بین جذب و غلظت برای استخراج و اندازه‌گیری اورانیم از ۵۰۰ mL محلول نمونه.	۵۱
جدول ۱۷-۲- رابطه بین جذب و غلظت برای استخراج و اندازه‌گیری اورانیم از ۱۰۰ mL محلول نمونه.	۵۲
جدول ۱۸-۲- بررسی تکرارپذیری روش.	۵۳
جدول ۱۹-۲- اثر یون‌های مختلف بر بازیابی اورانیم.	۵۵

- جدول ۲-۲۰- اندازه‌گیری اورانیم در نمونه‌های حقیقی. ۵۶
- جدول ۲-۲۱- اندازه‌گیری اورانیم در نمونه استاندارد. ۵۷
- جدول ۲-۲۲- مقایسه روش پیشنهادی با دیگر روش‌ها. ۵۸
- جدول ۳-۱- اثر ماهیت یون مخالف ۶۸
- جدول ۳-۲- اثر pH نمونه بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۶۹
- جدول ۳-۳- اثر pH نمونه بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۰
- جدول ۳-۴- اثر غلظت SDS بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۱
- جدول ۳-۵- اثر غلظت نمک بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۲
- جدول ۳-۶- اثر حجم نمونه بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۴
- جدول ۳-۷- اثر حلال‌های مختلف بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۵
- جدول ۳-۸- اثر حجم حلال استخراج کننده بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۶
- جدول ۳-۹- رابطه بین جذب و غلظت برای محلول مالاشیت گرین. ۷۸
- جدول ۳-۱۰- بررسی روش تکرارپذیری روش. ۷۹
- جدول ۳-۱۱- اثر یون‌های مختلف بر بازیابی مالاشیت گرین. ۸۱
- جدول ۳-۱۲- اندازه‌گیری مالاشیت گرین در نمونه‌های حقیقی. ۸۲
- جدول ۳-۱۳- مقایسه روش پیشنهادی با دیگر روش‌ها. ۸۳

فهرست شکل‌ها

عنوان	صفحه
شکل ۱-۲- ساختار مالاشیت گرین.	۲۹
شکل ۲-۲- طیف جذبی مالاشیت گرین و زوج یون اورانیم بنزوات با مالاشیت گرین.	۳۰
شکل ۳-۲- اثر pH در میکرواستخراج اورانیم.	۳۱
شکل ۴-۲- اثر غلظت لیگاند مالاشیت گرین در میکرواستخراج اورانیم.	۳۳
شکل ۵-۲- اثر حجم اتانول.	۳۴
شکل ۶-۲- اثر غلظت سدیم بنزوات.	۳۶
شکل ۷-۲- اثر حجم فاز آلی بر بازده استخراج.	۳۷
شکل ۸-۲- اثر غلظت سدیم استات در استخراج فاز جامد اورانیم.	۳۹
شکل ۹-۲- اثر pH در استخراج فاز جامد اورانیم.	۴۰
شکل ۱۰-۲- اثر غلظت شوینده بر واجذبی اورانیم از جاذب.	۴۲
شکل ۱۱-۲- اثر حجم شوینده بر واجذبی اورانیم از جاذب.	۴۴
شکل ۱۲-۲- اثر سرعت شویش بر واجذبی اورانیم از جاذب.	۴۵
شکل ۱۳-۲- اثر سرعت عبور محلول نمونه.	۴۶
شکل ۱۴-۲- اثر غلظت نمک سدیم کلرید بر بازده استخراج.	۴۸
شکل ۱۵-۲- اثر حجم نمونه بر استخراج فاز جامد اورانیم (VI).	۴۹
شکل ۱۶-۲- نمودار تغییرات جذب بر حسب غلظت اورانیم با ۵۰۰ mL حجم نمونه.	۵۱
شکل ۱۷-۲- نمودار تغییرات جذب بر حسب غلظت اورانیم با ۱۰۰ mL حجم نمونه.	۵۲
شکل ۱۸-۲- بررسی تکرارپذیری روش.	۵۳
شکل ۱-۳- طیف جذبی زوج یون مالاشیت گرین با SDS در ۱-آن دکانول.	۶۶
شکل ۲-۳- اثر ماهیت یون مخالف.	۶۸
شکل ۳-۳- اثر pH بر میکرواستخراج مالاشیت گرین.	۶۹

- شکل ۳-۴- اثر حجم حلال پخش کننده بر میکرواستخراج مالاشیت گرین ۷۰
- شکل ۳-۴- اثر غلظت SDS بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۱
- شکل ۳-۵- اثر غلظت نمک بر میکرواستخراج مالاشیت گرین ۷۲
- شکل ۳-۶- اثر حجم نمونه بر میکرواستخراج مالاشیت گرین. ۷۴
- شکل ۳-۷- اثر حلال های مختلف بر میکرواستخراج مالاشیت گرین ۷۵
- شکل ۳-۸- اثر حجم حلال استخراج کننده بر میکرواستخراج مالاشیت گرین ۷۶
- شکل ۳-۹- منحنی معیارگیری تغییرات جذب بر حسب غلظت مالاشیت گرین ۷۸
- شکل ۳-۱۰- تکرارپذیری روش ۷۹

فصل اول

مروری بر خصوصیات اورانیم و روش‌های جداسازی و اندازه‌گیری آن

۱-۱- مقدمه

۱-۱-۱- اورانیم

کشف عنصر اورانیم توسط مارتین کلاپروت^۱، در سال ۱۷۸۹ در آلمان انجام گرفت، نام این عنصر در رابطه با سیاره اورانوس که هشت سال قبل از آن کشف شده بود انتخاب گردید [۱]. در سال ۱۸۴۱ پلیگوت^۲ فلز خالص اورانیم را از طریق گرم کردن اورانیم تتراکلرید با فلز پتاسیم تهیه نمود. در سال ۱۸۹۶، هانری بکرل^۳ فیزیکدان فرانسوی، مقداری نمک پتاسیم اورانیل سولفات را روی یک فیلم عکاسی که با ورقه سیاهی پوشیده شده بود، قرار داد و پس از چند روز متوجه شد که فیلم‌ها سیاه شده‌اند و به این ترتیب برای اولین بار خاصیت رادیواکتیویته اورانیم مشاهده شد. در آغاز قرن بیستم جستجو برای یافتن معادن رادیواکتیو در ایالات متحده آغاز شد. در سال ۱۹۴۳ فرمی^۴ و گروهی از دانشمندان در شیکاگو اولین رآکتور هسته‌ای را ساختند [۱].

۱-۱-۲- ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی اورانیم

اورانیم از خانواده‌ی آکتینیدها با عدد اتمی ۹۲، دارای ۳ ساختار کریستالوگرافی آلفا، بتا و گاما می‌باشد، به طور طبیعی فلزی است سخت، سنگین، چکش‌خوار، رادیواکتیو و به رنگ سفید مایل به نقره‌ای. این فلز کمی نرم‌تر از فولاد بوده و تقریباً قابل انعطاف است. اورانیم یکی از چگال‌ترین فلزات پرتوزایی است که در طبیعت یافت می‌شود. چگالی آن ۶۵٪ بیشتر از سرب و کمی کمتر از طلا می‌باشد. این عنصر در حالت فلزی یافت نمی‌شود بلکه به طور کلی در معادن به صورت کارنوتیت^۵ $K_2[(UO_2)_2/V_2O_8].3H_2O$ ، اورانینیت^۶ و پیچبلند وجود دارد. اورانیم به طور طبیعی دارای حالات اکسایش مختلفی از جمله +۲، +۳، +۴، +۵ و +۶ می‌باشد، اما پایدارترین حالت اکسایش آن +۶ می‌باشد [۲]، که بسته به pH محلول، کاتیون اورانیل و آنیون دی‌اورانات را تشکیل

¹ Klaproth

² Peligot

³ Henri Becquerel

⁴ Fermi

⁵ Carnotite

⁶ Uraninite

می‌دهد. کاتیون اورانیل، UO_2^{2+} در محلول‌های اسیدی و آنیون دی‌اورانات $U_2O_7^{2-}$ در محیط بازی پایدار می‌باشد.

۱-۱-۳- ایزوتوپ‌های اورانیم

اورانیم دارای ۱۶ ایزوتوپ می‌باشد که همگی رادیواکتیو هستند. اورانیم طبیعی از سه ایزوتوپ، ^{238}U ، ^{235}U و ^{234}U تشکیل شده است و بقیه ایزوتوپ‌های آن به صورت سنتزی تهیه می‌شود [۲]. ^{238}U با فراوانی حدود ۹۹/۳٪ و نیمه عمر 4.5×10^9 سال فراوان‌ترین ایزوتوپ این عنصر می‌باشد. واپاشی ^{238}U بسیار کند است و پایدارترین ایزوتوپ اورانیم می‌باشد. ^{235}U با فراوانی طبیعی ۰/۷۱۱٪ و نیمه عمر 7×10^8 سال، دارای اهمیت زیادی می‌باشد. زیرا این ایزوتوپ، تنها ایزوتوپ موجود در طبیعت می‌باشد که می‌تواند توسط نوترون‌های حرارتی شکافته شود. فراوانی ^{234}U برابر ۰/۰۵۴٪ و نیمه عمر آن حدود 2.5×10^5 سال می‌باشد [۳]. ایزوتوپ مصنوعی ^{233}U نیز شکافته شده و توسط بمباران نوترونی ^{232}Th به وجود می‌آید.

۱-۱-۴- ترکیبات اورانیم

سنگ معدن اورانیوم بعد از استخراج از معدن، در آسیاب خرد و ریز شده و به پودر بسیار ریزی تبدیل می‌شود. پس از آن طی فرآیندهای شیمیایی خالص‌سازی شده و به صورت یک حالت جامد به هم پیوسته که «کیک زرد» نامیده می‌شود، درمی‌آید. کیک زرد، اورانیوم غلیظ شده حاوی ۷۰ تا ۹۰٪، U_3O_8 می‌باشد، که به دلیل رنگ و شکلش این نام را به آن داده‌اند. اورانیم تترافلوئورید UF_4 به نمک سبز معروف است و در اثر فلئوئوردار کردن اورانیم به اورانیم هگزاfluئورید تبدیل می‌شود. اورانیوم هگزاfluئورید UF_6 جامد است و در دمای بالای ۵۶ درجه سانتیگراد بخار می‌شود. UF_6 ترکیبی از اورانیم است که در فرآیند غنی‌سازی از آن استفاده می‌شود و در صنعت با نام ساده هکس^۱ خوانده می‌شود.

^۱ Hex

۱-۱-۵- تأثیرات زیست محیطی اورانیم

تمام ترکیبات اورانیوم سمی و رادیواکتیو هستند. این عنصر در مقادیر بسیار کم به علت سمی بودن به کلیه آسیب می‌رساند. اورانیم ممکن است از طریق تنفس یا بلعیدن و در موارد استثنایی از طریق منافذ پوست وارد بدن شود. این عنصر توسط پوست جذب نمی‌شود و ذرات آلفای ساطع شده از این عنصر نمی‌تواند به اندازه اورانیم داخل بدن مضر و خطرناک باشد. اگر اورانیم به بدن وارد شود ممکن است موجب سرطان شده و یا همان طور که گفته شد به کلیه‌ها آسیب برساند. جذب روزانه اورانیم در بدن از طریق غذا و آب 0.07 تا $1/1$ میکروگرم می‌باشد [۴]. مقدار اورانیم در هوا معمولاً بسیار ناچیز است.

۱-۱-۶- کاربرد اورانیم

فلز اورانیم بسیار سنگین و چگال می‌باشد، به همین دلیل توسط بعضی از کشورها در ساخت محافظ تانک‌ها و ساخت قسمت‌هایی از موشک‌ها و وسایل جنگی استفاده می‌شود. از اورانیم غنی شده همچنین برای سوخت ناوگان، زیردریایی‌ها و سلاح‌های هسته‌ای استفاده می‌شود. سوخت استفاده شده در رآکتورهای ناوگان ایالات متحده معمولاً ^{235}U غنی شده می‌باشد. اورانیوم موجود در سلاح‌های هسته‌ای به شدت نسبت به ^{235}U غنی شده‌اند [۵]. ^{235}U در رآکتورهای هسته‌ای به پلوتونیم تبدیل شده که پلوتونیم نیز در ساخت بمب‌های هیدروژنی مورد استفاده قرار می‌گیرد.

مهمترین کاربرد اورانیوم در بخش غیر نظامی تامین سوخت دستگاه‌های تولید انرژی هسته‌ای است که در آن‌ها سوخت به میزان ۲ تا ۳٪ نسبت به ^{235}U غنی می‌شود. از سوخت‌های هسته‌ای همچنین در تولید رادیوایزوتوپ‌ها استفاده می‌شود که کاربردهای مهمی در پزشکی، داروسازی، تهیه مواد غذایی و صنعت دارد. نیمه عمر طولانی ایزوتوپ ^{238}U آن را برای تخمین سن سنگ‌های آتشفشانی مناسب می‌سازد.

۲-۱- روش‌های دستگاهی اندازه‌گیری اورانیم

روش‌های بسیار متنوعی برای اندازه‌گیری اورانیم به کار رفته است که می‌توان از میان آن‌ها به فلورسانس اشعه X^۱ [۶]، اسپکترومتری آلفا^۲ [۷]، فعال‌سازی نوترونی^۳ (NAA) [۸]، پلاسما جفت شده القایی-طیف‌سنجی جرمی^۴ ICP-MS [۹ و ۱۰] و اسپکتروفوتومتری^۵ [۱۱-۱۴] اشاره کرد.

۱-۲-۱- روش فلورسانس اشعه ایکس (XRF)

با استفاده از ناحیه اشعه X می‌توان اطلاعاتی در خصوص ساختمان، جنس ماده و نیز تعیین مقادیر عناصر به دست آورد. با مقایسه خطوط نشری می‌توان به‌طور کیفی نوع اتم‌ها را تعیین کرد و با اندازه‌گیری شدت خطوط طیفی تجزیه کمی عناصر امکان‌پذیر می‌باشد. این روش نسبتاً ساده و حساس است و یک روش غیرتخریبی محسوب می‌شود، نمونه در اندازه‌گیری بدون تغییر باقی می‌ماند، به همین دلیل از این روش در مورد اندازه‌گیری اشیاء گران‌قیمت و کمیاب استفاده می‌شود.

کاروالهوه^۶ و همکاران، برای اندازه‌گیری اورانیم در نمونه‌های آب با روش فلورسانس اشعه ایکس، ابتدا آن را با استخراج فاز جامد، به صورت کمپلکس سالیسیلات در pH=۴ بر روی پودر فوم پلی‌اورتان جذب کردند. سپس پودر فوم پلی‌اورتان بر روی کاغذ نگهداری شد و نمونه با روش فلورسانس اشعه ایکس اندازه‌گیری شد. انحراف استاندارد نسبی روش برای ۵ بار اندازه‌گیری در سطح غلظتی ۵۰ mg L⁻¹ اورانیم، ۰.۵٪ و حد تشخیص آن ۵/۵ mg L⁻¹ گزارش شده است [۱۵].

¹ X-ray fluorescence

² Gamma spectrometry

³ Neutron activation

⁴ Mass spectrometry

⁵ Spectrophotometry

⁶ Carvalho

۱-۲-۲- طیف‌سنجی گاما

فروپاشی آلفای بسیاری از ایزوتوپ‌های طبیعی و دختران اورانیم با نشر اشعه گاما همراه می‌باشد. هسته‌های برانگیخته‌ای که تشکیل می‌شوند، با نشر گاما انرژی اضافی خود را از دست می‌دهند و به حالت پایه بر می‌گردند. از این نشر در اندازه‌گیری با طیف‌سنجی اشعه گاما استفاده می‌شود. برای اندازه‌گیری ایزوتوپ ^{238}U با طیف‌سنجی گاما پیک‌های با انرژی ۶۳ و ۹۳ keV استفاده می‌شود. در حالی که برای اندازه‌گیری ^{235}U ، پیک‌های با انرژی ۱۸۵/۷، ۱۴۴، ۱۶۴ و ۲۰۵ keV مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱۶]. آشکارسازهای مورد استفاده در این روش، آشکارساز سوسوزن NaI و آشکارساز نیمه‌هادی Ge (Li) و آشکارساز ژرمانیم خالص (Ge) می‌باشند.

۱-۲-۳- تلفیق طیف‌سنجی گاما و اشعه X

در روش تلفیقی اندازه‌گیری اشعه X و گاما، از تلفیق پیک‌های اشعه X و گاما برای تعیین ایزوتوپ‌های اورانیم استفاده می‌شود. این روش بیشتر در تعیین میزان غنی‌سازی اورانیم کاربرد دارد. به عنوان مثال در سال ۱۹۸۲، هاگور^۱ برای تعیین غیرتخریبی اورانیم از یک روش تلفیقی اشعه X و گاما با انرژی پایین استفاده کرد. در این روش از روی نسبت شدت پیک ۸۹/۹ keV اشعه X توریم حاصل از فروپاشی ^{235}U به شدت پیک اشعه گاما ۹۲ keV حاصل از ^{234}Th و دختر ^{238}U میزان غنی‌سازی اورانیم به طور صحیح محاسبه شد. آشکارساز مورد استفاده در این کار آشکارساز نیمه‌هادی ژرمانیم بوده است [۱۷].

۱-۲-۴- ثبت رد شکافت (FTR)^۲

در سال ۱۹۵۸ یانگ^۳ برای نخستین بار رد شکافت هسته‌ای در بلورها را مشاهده کرد. وی بلورهای لیتیم فلوئورید را با نوترون‌های حرارتی پرتودهی کرد و توانست پس از شستشوی بلورها با اسید و مواد مختلف شیمیایی، رد شکافت هسته‌ای را آشکار کند.

^۱ Hageauer

^۲ Fission track registration

^۳ Young

ابتدا تعداد ردهایی که از طریق شکافت خود به خود ^{238}U طی زمان در نمونه ایجاد شده‌اند شمارش می‌شود سپس باید نمونه را به طور مصنوعی در یک راکتور هسته‌ای به وسیله ی نوترون‌ها پرتودهی و چگالی ردهای مصنوعی ایجاد شده توسط نوترون‌ها را اندازه‌گیری کرد. برای اندازه‌گیری می‌توان دو قسمت از نمونه را با ابعاد یکسان مورد استفاده قرار داد. اگر احتمال ناهمگن بودن پراکندگی اورانیم در نمونه وجود داشته باشد می‌توان قسمتی از نمونه را که رد شکافت خود به خود ^{238}U در آن شمارش شده است حرارت داد و با محو کردن ردها از همان محل برای تهیه‌ی نمونه شاهد و تعیین غلظت اورانیم استفاده کرد.

با استفاده از تکنیک ثبت رد شکافت و با استفاده از آشکارسازهای میکا و پلی‌کربنات می‌توان مقادیر ناچیز اورانیم را اندازه‌گیری کرد [۱۸]. همچنین مقادیر ^{235}U موجود در اورانیم اکسید نیز با استفاده از این تکنیک اندازه‌گیری شده است [۱۹].

۱-۲-۵- طیف‌سنجی آلفا

این روش، برای اندازه‌گیری مقادیر کم اورانیم دقت بسیار بالایی دارد. طیف‌سنجی آلفا همانند روش گاما توانایی تعیین ایزوتوپ‌ها را دارد، اما دارای معایبی چون وقت‌گیر بودن و مشکلات آماده‌سازی نمونه می‌باشد. اورانیم موجود در محلول را می‌توان با الکترولیز در شرایط مناسب و در سلول مخصوص روی یک صفحه فولاد ضد زنگ نشانند و سپس این صفحه را برای اندازه‌گیری در دستگاه طیف‌سنج آلفا قرارداد [۲۰].

۱-۲-۶- فلوریمتری

فلوریمتری روشی حساس برای اندازه‌گیری اورانیم می‌باشد. در این روش، مقدار کمی محلول اورانیم که از عناصر مزاحم جداسازی شده است را در ظرف پلاتینی مخصوص می‌ریزند و پس از خشک کردن توسط تابش IR، به آن قرصی که حدود ۰/۲ گرم سدیم فلئورید و ترکیب

درصد خاصی از سدیم کربنات و پتاسیم کربنات دارد، می‌افزایند و حرارت می‌دهند تا قرص ذوب شود و اورانیم به‌طور یکنواخت پخش شود. سپس ظرف را سرد می‌کنند و آن را در دستگاه فلوریمتر با تابش ماوراءبنفش برانگیخته می‌کنند و از مقایسه شدت فلورسانس مجهول با شدت فلورسانس نمونه استاندارد، مقدار اورانیم را در نمونه تعیین می‌کنند. با استفاده از لیزر پالسی و استفاده از معرف افزایش‌دهنده فلورسانس سدیم پیروفسفات مقدار $0/005 \text{ ng}$ اورانیم قابل تشخیص می‌باشد [۲۱].

۱-۲-۷- اسپکتروفوتومتری

روش‌های اسپکتروفوتومتری، به دلیل سادگی و در دسترس بودن جز پرکاربردترین روش‌ها محسوب می‌شوند. این روش، با استفاده از معرف‌های مختلفی قابل انجام می‌باشد که عبارتند از: (پارا-کربوکسی کلروفسفونازو)^۱ [۲۲]، رودامین B^۲ [۲۳]، ۴-۲-پیریدیل آزو)رزورسینول^۳ [۱۱]، دی‌بنزوئیل متان^۴ [۲۴]، پیروکتکول^۵ [۲۵]، متیلن بلو^۶ [۲۶]، مالاویت گرین^۷ [۲۷] و آرسنازو III^۸ [۲۸].

۱-۳-۱- مروری بر روش‌های تغلیظ، جداسازی و اندازه‌گیری اورانیم

۱-۳-۱-۱- استخراج مایع-مایع^۹

از مواد مختلفی نظیر تری-n-اکتیل فسفین اکسید^۱ [۳۰ و ۲۹]، تری-n-بوتیل فسفات^۲ [۳۱ و ۳۲]، کراون اترها^۳ [۳۳ و ۳۴] و تری-n-اکتیل آمین^۴ [۳۵] در استخراج مایع-مایع اورانیم

^۱ P-carboxychlorophosphonazo

^۲ Rhodamin B

^۳ 4-(2-Pyridylazo)resorcinol

^۴ Dibenzoyl methane

^۵ Pyrocatechol

^۶ Metylen blue

^۷ Malachite green

^۸ Arsenazo III

^۹ Liquid-Liquid extraction

استفاده شده است. استخراج مایع-مایع (LLE) یکی از تکنیک‌های قدیمی و ساده آماده‌سازی نمونه است، که در بسیاری از روش‌های تجزیه‌ای به کار برده شده است. این روش معایبی از جمله نیاز به مقدار زیاد حلال آلی سمی و گران، وقت‌گیر بودن و چند مرحله‌ای بودن را دارد [۳۶]. هم‌چنین مشکل تشکیل امولسیون در مرحله جداسازی فازها مانع از خودکارسازی روش می‌شود.

در سال ۱۹۹۴، فوجینو^۵ و همکاران، اورانیم موجود در کانی‌های آپاتیت^۶ را به کمک استخراج حلال و طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت‌شده‌ی القایی تعیین کردند. در این مطالعه از ۳-فنیل-۴-بنزوئیل-۵-ایزوکسازولون^۷ به عنوان یک عامل استخراج‌کننده بسیار اسیدی و حلال استخراج‌کننده دی‌ایزوبوتیل‌کتون استفاده کردند. حد تشخیص در این مطالعه 0.2 mg L^{-1} گزارش شد [۳۷].

در سال ۱۹۹۵، خوهاوار^۸ و همکار، اورانیم را با استفاده از استخراج حلال و HPLC اندازه‌گیری کردند. در این مطالعه اورانیم (UO_2^{+2}) در محلول آبی با $\text{pH} = 6$ و با عامل کمپلکس دهنده بیس‌سالیسیل‌آلدهیدتترامتیل‌اتیلن‌دی‌ایمین^۹ کمپلکس تشکیل داده و کمپلکس تشکیل شده در کلروفرم استخراج شد [۳۸].

در سال ۱۹۹۶، خوهاوار و همکاران، اورانیم، آهن، نیکل و مس را به طور همزمان و با کمک استخراج حلال از نمونه‌های سنگ معدن استخراج و با HPLC اندازه‌گیری کردند. در این مطالعه از N,N' -اتیلن‌بیس(سالیسیلال‌دی‌ایمین)^{۱۰} به عنوان عامل کمپلکس‌دهنده و از کلروفرم به عنوان حلال استخراج‌کننده استفاده شد. حد تشخیص برای هر عنصر در هر تزریق 12 ng گزارش شد [۳۹].

¹ Tri-n-octyl phosphine oxide

² Tri-n-butyl phosphate

³ Crown ethers

⁴ Tri-n-octylamine

⁵ Fujino

⁶ Apatite

⁷ 3-Phenyl-4-benzoyl-5-isoxazolone

⁸ Khuhawar

⁹ Bis(salicylaldehyde) tetramethylethylenediimine

¹⁰ N,N'-ethylenebis(salicylaldehyde)

در سال ۱۹۹۷، اوگواگبو^۱ و همکاران، اورانیم و نیکل را با استخراج مایع-مایع و با استفاده از ۳-متیل-۴-(پارانیتروبنزوئیل)-۵-اکسو-فنیل پیرازول (HNP)^۲ حل شده در بنزن استخراج کردند [۴۰].

در سال ۱۹۹۹، تاکاهاشی^۳ و همکاران، اورانیم را به صورت زوج یون با استفاده از استخراج مایع-مایع همگن از نمونه‌های آبی استات استخراج کردند. در این روش از پرفلوئوروآکتان^۴ (PFOA⁻) و تترا بوتیل آمونیوم^۵ (TBA⁺) به ترتیب به عنوان عامل کمپلکس‌دهنده و یون مخالف و از اتیل استات به عنوان حلال استخراج‌کننده استفاده شد. اورانیم استخراج شده با کمک معرف آرسنازو و روش اسپکتروفتومتری اندازه‌گیری شد. گستره خطی منحنی معیارگیری $2/7 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ - $3/3 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ و حد تشخیص $6 \times 10^{-10} \text{ mol L}^{-1}$ گزارش شد [۴۱].

در سال ۲۰۰۰، آگراوال^۶ و همکاران، اورانیم را با استفاده از کراون اتر و استخراج مایع-مایع، جداسازی کردند. در این مطالعه از یک کراون جدید به نام هیدروکسامیک اسید ۵ و N-۱۴ و N'-۱۴ - هیدروکسی فنیل-۴ و ۱۵-دی‌اکسو-۱ و ۵ و ۱۴ و ۱۸-تتراآزاهگزاکوسان NHDTAHA^۷ و از کلروفرم به ترتیب به عنوان عامل کمپلکس‌دهنده و حلال استخراج‌کننده استفاده شد. فاکتور تغلیظ ۵۰، حد تشخیص $0/01 \text{ mg L}^{-1}$ و گستره خطی $2-30 \text{ mg L}^{-1}$ گزارش شد [۴۲].

در سال ۲۰۰۲، تورگاو^۸ و همکاران، اورانیم را با استخراج مایع-مایع و با استفاده از عامل استخراج‌کننده تری‌اکتیل فسفین اکسید^۹ (TOPO) و حلال استخراج‌کننده تولوئن استخراج و سپس با روش طیف‌سنجی جرمی-پلازما جفت‌شده القایی (ICP-MS) اندازه‌گیری کردند. فاکتور تغلیظ ۱۰ و حد تشخیص $0/3 \text{ ng L}^{-1}$ گزارش شد [۴۳].

¹ Ogwuegbu

² 3-methyl-4-(p-nitrobenzoyl)-5-oxo- phenylprazole(HNP)

³ Takahashi

⁴ Perfluorooctane

⁵ Tetrabutyl ammonium

⁶ Agrawal

⁷ Hydroxamic acid 5, 14-N, N'-hydroxyphenyl-4, 15-dioxo-1,5,14,18-tetraaza hexacosane

⁸ Torgov

⁹ Calix[4]resorcinarene-hydroxamic acid [C4RAHA]

در سال ۲۰۰۵، جین^۱ و همکاران، با استفاده از استخراج مایع-مایع و طیف‌سنجی جذب اتمی الکتروترمال (ETAAS) اورانیم را تغلیظ و اندازه‌گیری کردند. در این مطالعه از کالیکس(۴) رزورسینارن-هیدروکسامیک اسید^۲ (C4RAHA) به عنوان عامل کمپلکس‌دهنده و از اتیل استات به عنوان حلال استخراج‌کننده استفاده شد. فاکتور تغلیظ ۱۴۲ و حد تشخیص $2/87 \mu\text{g L}^{-1}$ گزارش شد [۴۴].

در سال ۲۰۰۵، بوفاتیت^۳ و همکاران، اورانیم را با استخراج مایع-مایع جداسازی و با روش فلورسانس اشعه X اندازه‌گیری کردند. در این مطالعه از پلی‌متیلن بیس(آسیل‌پیرازول)^۴ به عنوان عامل استخراج‌کننده و از کلروفرم به عنوان حلال استخراج‌کننده استفاده شد. گستره منحنی معیارگیری $4 \times 10^{-2} - 0.5 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ و حد تشخیص $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ گزارش شد [۴۵].

در سال ۲۰۰۶، آگراوال و همکاران، با استخراج مایع-مایع و با استفاده از N-فنیل‌بنزو-۱۸-کراون-۶-هیدروکسامیک اسید^۵ (PBCHA) به عنوان عامل کمپلکس‌دهنده و دی‌کلرومتان به عنوان حلال استخراج‌کننده، اورانیم را جداسازی و تغلیظ کردند. در این مطالعه از طیف‌سنجی نشر نوری-پلازما جفت‌شده القایی (ICP-OES) برای اندازه‌گیری اورانیم استفاده شد. فاکتور تغلیظ ۱۱۰ و حد تشخیص $0.5 \mu\text{g L}^{-1}$ گزارش شد [۴۶].

در سال ۲۰۰۸، استاس^۶ و همکاران، اورانیم را با استخراج مایع-مایع، و با استفاده از عوامل استخراج‌کننده دی-(۲-اتیل‌هگزیل) فسفریک اسید^۷ و تری‌اکتیل‌فسفین اکسید استخراج کردند. از کروسن به عنوان حلال استخراج‌کننده و از روش فلورسانس اشعه X برای اندازه‌گیری اورانیم استفاده شد. حد تشخیص 0.15 mg L^{-1} و گستره نمودار معیارگیری $0-5 \text{ mg L}^{-1}$ گزارش شد [۴۷].

¹ Jain

² Terioctyl phosphin oxide

³ Boufatit

⁴ Polymethylene bis-(acylpyrazolols)

⁵ N-phenyl benzo-18-crown-6-hydroxamic acid

⁶ Stas

⁷ Di-(2-ethyl hexyl) phosphoric acid

در سال ۲۰۰۹، سینگ^۱ و همکاران، اورانیوم را با استخراج مایع-مایع و فلورسانس اشعه X جداسازی و اندازه‌گیری کردند. در این مطالعه مخلوطی از عوامل استخراج‌کننده (۲-اتیل‌هگزیل فسفونیک اسید^۲، مونو-۲-اتیل‌هگزیل استر^۳، تری-n بوتیل فسفات) و زایلن به عنوان حلال استخراج‌کننده استفاده شد. حد تشخیص 0.5 mg L^{-1} گزارش شد [۴۸].

در سال ۲۰۱۱، شن^۴ و همکاران، یون‌های اورانیوم را از فاز آبی به مایع یونی ۱-آلکیل-۳-متیل‌ایمیدازولیوم‌هگزافلوروفسفات^۵ با استفاده از عامل استخراج‌کننده دی‌گلی‌کلامید^۶ استخراج کردند. کمپلکس کاتیونی تشکیل شده با نسبت ۲:۱ از یون اورانیل و عامل استخراج‌کننده با داده‌های حاصل از طیف IR تأیید شد [۴۹].

در سال ۲۰۱۲، بیسواس^۷ و همکاران، اورانیوم را با استفاده از مخلوط ۲-اتیل‌هگزیل فسفونیک اسید، مونو-۲-اتیل‌هگزیل استر و تری-n-اکتیل فسفین اکسید به عنوان عوامل کمپلکس‌دهنده و سیکلوهگزان به عنوان حلال استخراج‌کننده جداسازی کردند. اندازه‌گیری با روش اسپکتروفوتومتری و با معرف رنگی ۲-(۵-برمو-۲-پیریدیل آزو)-۵-دی‌اتیل آمینوفنول^۸ انجام شد. گستره خطی منحنی کالیبراسیون $250-2/5 \text{ mg L}^{-1}$ و حد تشخیص $1/1 \text{ mg L}^{-1}$ گزارش شد [۵۰].

۱-۳-۲- استخراج فاز جامد

در استخراج فاز جامد، گونه مورد نظر از فاز مایع به فاز جامد استخراج می‌شود. فاز جامد حاوی ذرات کوچک و متخلخل ماده جاذب می‌باشد. در این استخراج ممکن است جاذب به محلول نمونه اضافه و سپس هم‌زده شود و یا ممکن است محلول نمونه از روی ستون و یا دیسک حاوی جاذب عبور داده شود تا گونه مورد نظر توسط جاذب بازداري شود. مواد مورد نظر جذب شده بر

¹ Singh

² 2-Ethyl hexyl phosphonic acid

³ Mono-2-ethyl hexyl ester

⁴ Shen

⁵ 1-alkyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate

⁶ Diglycolamide

⁷ Biswas

⁸ 2-(5-Bromo-2-pyridylozo)-5-diethyl aminophenol