

EJ

中华人民共和国核工业标准

EJ 427-89

六氟化铀中烃、含氯烃 和部分取代卤代烃的测定

1989-10-24 发布

1990-05-01 实施

中国核工业总公司 发布

六氟化铀中烃、含氟烃 和部分取代卤代烃的测定

1 主题内容与适用范围

本标准规定了六氟化铀中烃、含氟烃和部分取代卤代烃(以下统称卤代烃)含量的测定方法。本测定方法是半定量的。

本标准适用于检验六氟化铀中卤代烃含量小于0.01%(mol)的测定。

2 方法提要

通过气体进样装置,将六氟化铀导入质谱计并扫描记录质谱图。从质谱图上测量卤代烃杂质的八个特征峰相对于 UF_5^+ 峰的强度,扣除同样条件下测得的纯六氟化铀标准的相应本底峰强度,求得各特征峰的净强度。如果每个特征峰的相对净强度都小于 $2 \times 10^{-4}\%$,测报出待测样品的卤代烃含量不大于0.01%(mol)。

3 仪器和设备

使用带有气体离子源的质谱计,质谱计的分辨本领应大于200(10%谷定义)。仪器进样系统的真空要求能抽到0.13Pa以下,且配有可调漏道阀。离子源及进样系统经仔细清洗,加热除气,可间断通入纯六氟化铀样品或氟气钝化处理,以降低仪器本底对测量的干扰。仪器的测量系统应足够灵敏,量程应足够宽,以便能检测到 $2 \times 10^{-4}\%$ 的杂质峰强度。

4 取样

取样器用蒙乃尔合金或镍制造,容积为0.3~1L。取样器使用前应仔细清洁、烘干、真空试验合格。为了降低取样器中残余气体对测量的干扰,可将取样器加热到90℃左右并抽真空,然后用六氟化铀气体钝化处理,以加速排除取样器中的残余杂质气体,并进行本底扫描。

取样操作按六氟化铀液化分样规程进行见附录A(参考件)。取样前先用待测样品气体冲洗管道及取样器2~3次,然后再正式取气态样品。所取样品的压强在室温下约为10KPa。整个取样过程应注意保持样品的代表性和均匀性。

5 分析步骤

5.1 纯六氟化铀标准的测量

本方法中的纯六氟化铀标准，是指经反复闪蒸净化、去掉了一切卤代烃杂质的六氟化铀样品。通常，核燃料生产中的合格六氟化铀产品或铀同位素标准样品经过进一步净化后适用于作这种标准。

按仪器操作手册启动设备，做好分析准备工作。导入少量纯六氟化铀样品，找到荷质比为333的铀峰($^{238}\text{UF}_5^+$)。调节仪器参数、选择分析条件，使仪器处于最佳工作状态。逐步增加样品导入量，使333峰增长到所用灵敏刻度的 8×10^5 倍左右。待信号稳定后，改用灵敏量程档扫描记录12~150荷质比范围的质谱图。在产品检验和质量控制分析中，可重点扫描记录八个特征峰的质谱图，然后用原用量程扫描并测量333峰的强度，记为 I_{b0} ，抽去样品。从质谱图上测量荷质比为15，26，27，31，43，47，49和69八个离子峰的强度，记录 I_{0i} 。

5.2 待测六氟化铀样品的测量

按照5.1条的同样条件和步骤，扫描记录待测样品的质谱图。测量中控制待测样品和标准样品的铀峰强度基本一致，其差异或变化应小于10%。从待测样品的质谱图上测量 UF_5^+ 峰强度，记为 I_{bx} 。测量卤代烃的八个特征峰强度，记为 I_{xi} 。

抽去离子源及进样管线中的样品，等待铀峰信号为零时重新进样测量。共测量三次，求出各特征峰的平均强度 \bar{I}_{xi} 。

5.3 重复5.1条操作步骤，测量待测样品进样后的六氟化铀标准的本底。如果仪器本底信号低，测量数据变化不大，可省去此步操作。否则，应根据前后两次测量求出平均本底峰强度 \bar{I}_{0i} 。若测量结果的相对偏差大于 $\pm 30\%$ ，则应重新调整仪器，增加测量次数，直至数据稳定可靠为止。

6 分析结果的计算

6.1 本方法检测下述荷质比的碎片离子峰强度，

荷质比	正电荷碎片离子
15	CH_3^+
26	C_2H_2^+
27	C_2H_3^+
31	CF^+
43	C_3F_7^+
47	C^{35}Cl^+
49	C^{37}Cl^+
69	CF_3^+

6.2 按下式计算各特征峰的相对强度 I_i ：