

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ 727—92

六氟化铀中铀-232 的 测定方法

1992-12-07 发布

1993-06-01 实施

中国核工业总公司 发布

1 主题内容与适用范围

本标准规定了六氟化铀中²³²U的α能谱分析方法。

本标准适用于六氟化铀水解液中²³²U相对含量的测定。方法探测限为 $2 \times 10^{-5} \mu\text{g/g}$ 铀(²³²U/U_g)。

2 方法提要

将六氟化铀水解液(含铀0.3g)转化为U₃O₈,用硝酸溶解,取少量溶液进行电沉积。用α能谱仪测定电沉积源上²³²U能量为5.28和5.32MeV的α放射性活度。同时测定²²⁸Th能量为5.34和5.42MeV的α放射性活度,对未分开的²²⁸Th的5.34MeV干扰能峰进行校正,以²³²U对总铀的相对含量给出测定结果。

3 试剂、仪器与标准源

3.1 试剂

3.1.1 浓硝酸

3.1.2 草酸铵溶液(0.35~0.4mol/L)

3.1.3 铀试剂Ⅲ(0.002%)

称取0.2000g铀试剂Ⅲ,用pH=2(用稀硝酸调节)的水溶解,移入100mL容量瓶中,准确吸取5.00mL置于500mL容量瓶中,用pH=2的水稀释至刻度。

3.1.4 铀标准溶液

准确称取标准物质U₃O₈, $0.1180 \pm 0.0001\text{g}$ 于小烧杯内,加入少量水和浓硝酸(5mL),在电炉上加热溶解,转入1000mL容量瓶内,加水稀释至刻度,摇匀。吸取上述溶液 $10.00 \pm 0.01\text{mL}$ 于100mL容量瓶内,用pH=2水稀释至刻度,即得 $10\mu\text{g/mL}$ 铀标准溶液。

3.2 仪器

3.2.1 α多道能谱仪

金硅面垒型探测器,能量分辨率优于30keV,道数在1000道以上,相应道址的本底 $\leq 2\text{CPh}$;道漂移 $20\text{h} < 2$ 道。

3.2.2 直流稳压电源(30V,3A)

3.2.3 电沉积装置(见附录A参考件)

- 3.2.4 分光光度计
- 3.2.5 铂皿(50~100mL)
- 3.2.6 电沉积托盘(不锈钢)
- 3.3 α 标准板源
- 3.3.1 ^{239}Pu 标准源
- 3.3.2 ^{237}Np 标准源

标准源活度的不确定度不大于 $\pm 2\%$ 。

4 操作步骤

4.1 电沉积计数源的制备

- 4.1.1 取六氟化铀水解液(含铀约 0.3g)于铂皿中蒸干,放入马福炉内在 850°C 灼烧 30min,制成 U_3O_8 ,待试样完全冷却放入干燥器中,恒重。
- 4.1.2 称取 $0.295 \pm 0.001\text{g U}_3\text{O}_8$ 放于铂皿中,加入少量水润湿,再加入浓硝酸 5mL,在电炉上加热、溶解、蒸干。加入少量水和浓硝酸(约 0.5mL)溶解残渣,定量转入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。吸取该溶液 5.00mL 于另一只 50mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度,即配制成 $500\mu\text{g/mL}$ 的铀溶液。
- 4.1.3 将抛光的电沉积托盘仔细除油处理,安装入电沉积槽中,装水进行 24h 检漏检验。
- 4.1.4 向槽内加入草酸铵溶液(3.1.2)10mL,然后加入 4.1.2 所制备的铀溶液(含铀 $120 \sim 140\mu\text{g}$)。用硝酸调整电沉积体系中的 pH 值为 $5 \sim 7$ 为宜。
- 4.1.5 将电沉积槽放入恒温水浴中($75 \sim 80^{\circ}\text{C}$),插放铂阳极,调整极距约 10mm。
- 4.1.6 将阴极和阳极分别接于直流电源的负极和正极,采用恒电流密度(350mA/cm^2)电沉积约 25min,电沉积结束前向电沉积槽内加入 1mL 浓氨水,迅速切断电源。取出电沉积源。将电解残余液转入 25mL 容量瓶中,用少量水和稀硝酸洗涤槽筒 2~3 次,洗涤液一并转入容量瓶中,再用水稀释至刻度,以备测定残余液中铀量。
- 4.1.7 电沉积计数源用少量乙醇漂洗凉干,在电炉上灼烧 2~5min,冷却以备测量。

4.2 电沉积计数源中铀质量的测定

4.2.1 工作曲线的绘制

在 50mL 小烧杯内加入 0.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μg 的铀,再加入草酸铵溶液(3.1.2)5mL 和浓硝酸 2mL,置于电炉上加热蒸干,至白烟冒尽为止。取下冷却至室温,加入铀试剂 III (3.1.3)10mL,摇匀,显色 15min。在分光光度计上于波长 650nm 处,用 3cm 比色皿相对试剂空白测定其吸光度,绘制出工作曲线。

4.2.2 电沉积残余液铀含量的测定

准确吸取残余液 $2.50 \pm 0.01\text{mL}$ 于 50mL 小烧杯内,加入浓硝酸 2mL 置于电炉上蒸干至白烟冒尽为止。以下操作同工作曲线的制作。根据测定之吸光度计算出残余液中铀含量。

4.2.3 电沉积计数源铀质量的确定

从加入电沉积槽中的总铀量(4.1.4)中减去残余液中铀含量(4.2.2),求得电沉积计数源上的铀质量。