



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14501.6—94

---

## 六氟化铀中铀的测定

Determination of uranium in  
uranium hexafluoride

1994-09-24 发布

1995-08-01 实施

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 六氟化铀中铀的测定

GB/T 14501.6—94

Determination of uranium in  
uranium hexafluoride

代替 GB/T 10270—88

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了六氟化铀中铀的测定方法的主要操作条件和步骤。

本标准适用于六氟化铀中铀的测定,也适用于基准和高纯的铀化合物中的铀的精密测定。

### 第一篇 铀的称量法分析

### 2 方法提要

将液化分样取得的六氟化铀样品(8~12 g),用液氮冷冻后,水解,蒸干水解液(氟化铀酰溶液)。然后通过高温水解转化为八氧化三铀。由获得的八氧化三铀质量和用电位滴定法测得的质量因子,计算六氟化铀中铀含量。需要时,对给出的非挥发性杂质含量进行校正。

### 3 试剂和仪器

3.1 去离子水。

3.2 硝酸溶液(1+1)。

3.3 高温水解炉,3 kW 马弗炉,内衬 2 mm 镍片(200 mm×115 mm×75 mm),并与蒸汽发生器和冷凝器相连。

3.4 带铂盖的铂舟,100 mL。

3.5 铂包头钳。

3.6 聚四氟乙烯棒。

3.7 镊子,长 100 mm,氟塑料包头。

3.8 红外灯。

3.9 分析天平,最大载量 200 g,感量 0.1 mg。

3.10 扳手(开样品管盖子用)。

3.11 杜瓦瓶。

3.12 台钳,用以固定样品管,以使用扳手打开样品管。

### 4 操作步骤

#### 4.1 铂舟的准备

4.1.1 将铂舟(3.4)放入硝酸溶液(3.2)中煮沸 10 min,然后用去离子水(3.1)冲洗干净。

4.1.2 将铂舟放入高温水解炉(3.3)中在 900℃下灼烧 20 min。

4.1.3 灼烧后的铂舟在干燥器中冷却 40 min 后称量(准确至 0.1 mg)。

国家技术监督局 1994-09-24 批准

1995-08-01 实施

4.1.4 5 min 后再称重,如果相邻两次称量结果相差小于 0.2 mg,记录第二次结果。否则重复称量,直至相邻两次称量结果差小于 0.2 mg。

4.2 样品的水解、蒸干和灼烧

4.2.1 检查六氟化铀样品,若样品呈黄色,则表示样品受潮,不可使用。

4.2.2 将装有六氟化铀的样品管,放入通风柜内静置,用纱布擦去表面的湿气及附着物,置干燥器中过夜。

4.2.3 称量样品管,准确至 0.1 mg,每隔 30 min 称一次,直至相邻两次称量结果相差小于 0.2 mg。

4.2.4 样品管在液氮中冷冻 10 min。

4.2.5 快速将冷冻过的样品管于台钳上(3.12)用扳手(3.10)旋松螺帽。

4.2.6 卸下螺帽和压盖,将样品管连同垫片迅速侧放入已恒重的铂舟内。

4.2.7 立即注入约 75 mL 冷却至 4℃ 左右的去离子水,覆没样品管。

4.2.8 用镊子(3.7)拨脱垫片,使水进入管内,用去离子水冲洗镊子,溶液收集到铂舟中。

4.2.9 水解反应完成后,用聚四氟乙烯棒(3.6)或镊子(3.7)小心取出样品管和垫片,用去离子水冲洗,洗液一并收集到铂舟内。操作过程要避免溶液外溅。

4.2.10 将清洗后的样品管和垫片放入烘箱内,在 110℃ 下至少烘 2 h。

4.2.11 取出后连同螺帽、压盖一并放入干燥器内,2 h 后取出称量,准确至 0.1 mg,得样品管的皮重。

4.2.12 在红外灯(3.8)下把铂舟中的氟化铀酰溶液蒸干。特别在后期应严格控制温度,以防溶液溅失。

4.2.13 铂舟盖上铂盖(应稍留空隙),放入高温水解炉中(3.3)灼烧,使氟化铀酰转化为八氧化三铀。炉内通入水蒸气量为 1 L/h,在 900℃ 下灼烧 30 min,停止通气后再灼烧 15 min。

4.2.14 取出铂舟,放入干燥器中冷却 40 min 后称量,准确至 0.1 mg。每隔 5 min 再称一次,直至相邻两次的称量结果差在 0.3 mg 以内。

4.2.15 取一份八氧化三铀于小玻璃瓶中作杂质分析,供杂质校正时用。

5 结果表示

5.1 按式(1)计算六氟化铀中铀的百分含量。

$$\text{铀的百分含量}(\%) = \frac{A \times m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: A——质量因子,即每克称量八氧化三铀中所含的铀的克数。其值随同位素组成变化而变化。其化学计量值的计算见 5.2 条。一般计算值略高于实测值,精确测定时应由电位滴定法实测(见第二篇);

$m_2$ ——经杂质校正后的八氧化三铀实际质量,g。若测定质量因子时,采用同一八氧化三铀(未经杂质校正),则不需作杂质校正。杂质的质量转换因子见附录 A(补充件);

$m_1$ ——六氟化铀取样量,g。

5.2 质量因子 A 的计算值

$$A = \frac{3Ar(U)}{3Ar(U) + 8Ar(O)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: Ar(O)——15.9994(氧的相对原子量);

Ar(U)——铀的平均相对原子量,由式(3)或式(4)计算。

$$Ar(U) = \frac{1}{\frac{m_{234}}{234.0409} + \frac{m_{235}}{235.0439} + \frac{m_{236}}{236.0456} + \frac{m_{238}}{238.0508}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $m_{234}$ 、 $m_{235}$ 、 $m_{236}$ 、 $m_{238}$  分别为各种铀同位素的质量分数。