

中華民國國家標準	<b>核能級硝酸鈾溶液之化學、質譜、分光 化學、核子及放射化學分析法</b>	總號	8 4 1 3
<b>CNS</b>		類號	J 2 0 3 4

Methods of test for chemical, mass spectrometric, spectrochemical, nuclear,  
and radiochemical analysis of nuclear-grade plutonium nitrate solutions

1. 適用範圍

1.1 本標準規定核能級硝酸鈾溶液之化學、質譜、分光化學、核子、及放射化學等分析程序，以決定其是否符合規範之需求。

1.2 本標準所涵蓋之分析程序分述於以下各節：

鈾之控制電位電量計分析法	第 6 節
鈾之亞鐵離子滴定安培計分析法	第 7 節
鈾之二極體組分光光度計測定法	第 8 節
游離酸之草酸溶液滴定分析法	第 9 節
游離酸之碘酸鹽沉澱與電位滴定分析法	第 10 節
鈾之 Arsenazo I 分光光度計測定法	第 11 節
鈾之 Thorin 分光光度計測定法	第 12 節
鐵之啡囉啉(1, 10-phenanthroline)分光光度計測定法	第 13 節
氯離子之硫氰酸鹽分光光度計測定法	第 14 節
氟離子之蒸餾與分光光度計測定法	第 15 節
硫酸鹽之硫酸鋇濁度測定法	第 16 節
同位素組成之質譜測定法	第 17 節
鈾-241 之萃取與加馬計數測定法	第 18 節
鈾-241 之加馬計數測定法	第 19 節
放射加馬之分裂產物、及鈾、鈾之加馬射線能譜法	第 20 節
稀土元素之銅火花分光化學測定法	第 21 節
鎢、鈮、及鉭之分光化學測定法	第 22 節
一般雜質光譜分析測定法之樣品準備	第 23 節

1.3 本標準不涉及與硝酸鈾之使用相關的安全考量，凡欲應用本標準者應先確知相關法規之管制規定，同時建立適當的程序，以保障人員之健康與安全。有關核子保防與安全危害詳見以下（第 2 及 3 節）之說明。

2. 核子保防相關事項

2.1 本標準所涉及之硝酸鈾的擁有與使用為核子保防管制之項目。以下幾種分析程序所得之量測數據可供核子料帳登錄之依據：鈾之控制電位電量計分析法、鈾之亞鐵離子滴定安培計分析法、鈾之二極體組分光光度計測定法，與同位素組成之質譜測定法。

(共 40 頁)

公 布 日 期  
71 年 1 月 28 日

經濟部標準檢驗局印行

修 訂 公 布 日 期  
91 年 6 月 6 日

2.2 上述分析程序若併用標準參考樣品時，則本標準可追溯到國家級量測基準，但對於應用於核子保防的量測是否合法規之要求，則無法保證。凡欲將本標準應用於核子保防業務者，事先須向管制之主管機關提出申請並獲同意。

### 3. 安全危害事項

3.1 由於含銻之物料具放射性及毒性，因此，須有完善的實驗室設施，手套箱，煙櫃等，及安全的操作技術，以處理此等樣品。本標準不詳述各項安全注意要點，惟此等物料之操作者應對有關手套箱之操作程序非常瞭解並確實遵守。

### 4. 試藥

4.1 試藥之純度－本標準中所有程序所使用之化學藥品均為試藥級，除另有規定外，皆應符合相關國家標準之規格要求。其他等級之試藥亦可使用，但須先確定其有足夠高之純度，而不會降低測定之準確度。

4.2 水之純度－除非特別說明，本標準所用之水均應合於 CNS 3699 [化學分析用水] 之規定。

### 5. 取樣

5.1 盛裝各批次代表性樣品的容器，其材質應極穩定，對於腐蝕作用、化學變化、放射分解之產物，及盛裝或容器密封的方式等皆不會干擾樣品的化學或物理特性。以火焰燒封足以承受因放射分解所增加之壓力之石英玻璃管，為公認可接受之容器。

5.2 代表性樣品量應足以完成以下之分析

5.2.1 於賣方廠址所執行之評估與接收檢驗。

5.2.2 於買方實驗室所執行之評估與接收檢驗。

5.2.3 必要時之仲裁檢驗。

5.3 所有樣品皆須標示清楚，包括賣方之樣品批號

5.3.1 批次之定義為均勻混合之硝酸銻溶液，其任何分量皆具有均勻之同位素、化學、及物理特性。

5.3.2 若以數個容器盛裝同一批次之樣品時，容器外應明確標示內容物屬同一均勻之溶液。

### 6. 銻之控制電位電量計分析法

#### 6.1 適用範圍

6.1.1 本標準規定於未照射之鈾銻混合氧化物（其鈾/銻比為 0.1 至 10）中毫克銻之測定法。本分析法亦可用於銻金屬、氧化銻、鈾銻之混合碳化物、含銻之氟化物、氯化物及銻溶液。

6.1.2 本分析法適用之範圍為分量溶液中銻之含量約 5 至 10 毫克。

#### 6.2 方法摘要

6.2.1 銻於控制電位電量計中於反應電極發生反應至背景電流建立，以法拉第定律計算銻之含量。

6.2.2 於 0.5 M 硫酸電解液中，控制白金工作電極之電位相對於另一飽和甘汞電極為 +0.310 V，先將銻及其他雜質元素之離子還原後，再調整電位至 +0.670 V

以使銻氧化成四價之銻離子。利用法拉第定律，由氧化所需之電量（庫侖數）計算銻之含量。

$$Q = \int_0^t i dt = nW F/M$$

由上式得  $W = MQ/nF$

式中，

W：氧化成四價之三價銻的重量，克；

M：依同位素組成校正後之銻的克分子量，克/當量；

Q：將三價銻氧化成四價銻之電量，庫侖；

n：銻(III)氧化成銻(IV)之電子數的變化，此處為 1；

F：法拉第常數，庫侖/當量。

### 6.3 干擾

6.3.1 會造成干擾之因素包括在銻(III)離子氧化成銻(IV)離子之電位(+0.670 V)時，會發生氧化或還原之金屬離子，有機質、與銻形成錯化合物之陰離子，及氧等。

6.3.2 鐵離子為最主要的干擾元素，為精確量化其影響，應使用最精準的分析方法測量鐵的含量。若其含量小於分光光度計測定法之量測低限時， $< 20 \mu\text{g/g}$ ，則可忽略不計。

6.3.3 試藥中可能含有機質之雜質，而硫酸電解液可以將大部分的有機雜質氯化揮發。

6.3.4 硫酸亦可氯化溶解試藥之混合酸中所含有的雜質，即硝酸鹽、亞硝酸鹽、氟化物及氯化物等。

6.3.5 電解前及分析過程中須以不含氧之惰性氣體沖灌溶液及反應槽內之空間，以趕除會形成干擾之氧氣。

註<sup>(1)</sup>：惰性氣體之吹送管由反應槽上方插入，其出口距溶液液面約 1 公分。

惰性氣體之流量應控制至使液面產生凹渦，而無溶液濺起之程度。

### 6.4 儀器

6.4.1 可控制電位之庫侖計一具備於 200 mA，20 V 時可穩定控制電位之電位計，及一積分儀具有 0.05% 再現性，與 0.1% 之線性關係。

註<sup>(2)</sup>：參考溶液與試樣之分量溶液中應含等量之銻，以求量測之精準。

6.4.2 反應槽一圖 1 之設計可供參考，其中之滴定槽切取自 50 mL 之燒杯。

6.4.3 計時器或馬錶一可讀至秒值，用以量測電解之時間。

### 6.5 試藥

6.5.1 氫氣（99.99%），不含氧—氮氣、氮氣或其他純惰性氣體亦可代用。

6.5.2 氫氟酸（6 M）—加 500 mL 之濃氫氟酸（比重 1.19）於少於 500 mL 之水中，再以水稀釋至 1 升。

6.5.3 硫酸（比重 1.84）—濃硫酸。

6.5.4 硫酸（3 M）—於適量水中加入 168 mL 之濃硫酸，攪拌並以水稀釋至 1 升。

6.5.5 硫酸（0.5 M）—於適量水中加入 28 mL 之濃硫酸，攪拌並以水稀釋至 1 升。