

中華民國國家標準	<b>礦砂中鈾定量法</b>	總號	11840
<b>CNS</b>		類號	M3189

## Method of Determination for Thorium in Ores

1. 適用範圍：本標準規定礦砂中之鈾定量方法。
2. 試樣採取法及處理法
  - 2.1 試樣採取法依照 CNS 7280 [銅、鉛、鋅、錫、金、銀等礦砂之採樣法] 之錫礦施行之。
  - 2.2 試樣以化學天平稱量之。
  - 2.3 試樣經粉碎，通過 106  $\mu\text{m}$  CNS 386 [試驗篩]，乾燥後，保存於玻璃乾燥器中。
3. 分析操作上應注意事項
  - 3.1 對於同一試樣須施行 2 次以上之分析。
  - 3.2 分析時，對於整個操作實施空白試驗，以校正含量。
  - 3.3 試藥須使用品質優良者，若無特別規定，使用中國國家標準所規定者。
  - 3.4 分析用玻璃器具及陶瓷器類，若未特別規定，使用中國國家標準所規定者。
4. 分析值之修整法：分析結果以氧化鈾之含量百分率表示，依 CNS 2925 [規定極限值之有效位數指示法] 修整至小數點以下第 2 位。
5. 定量方法
  - 5.1 方法之種類：礦砂中之鈾定量，依下列方法中之一種。
    - (1) 重量法
    - (2) 滴定法
  - 5.2 重量法
    - 5.2.1 方法概要：以氟化氫鉀溶解試樣，以硫酸處理氟化物之沉澱物，使變成硫酸鹽溶液。使此溶液通過陰離子交換樹脂柱而將鈾吸附，然後以氫氯酸洗提 (elution) 之，加草酸於所得溶液，使草酸鈾沉澱，灼熱後稱其質量。
    - 5.2.2 操作
      - (1) 稱取試樣<sup>(1)</sup> 0.5 g，移至白金皿 (100 ml)，加氟化氫鉀 ( $\text{KHF}_2$ ) 5 g，在砂盤上緩慢加熱而充分逐出揮發分後，加以灼熱溶解至得到透明之熔化物。
      - (2) 放冷後加氫氟酸 (46%) 約 5 ml 及水 70 ml，邊以白金棒 (或塑膠棒) 撞碎熔塊，邊在水浴上加溫約 20 分鐘。使用濾紙 (II G) (CNS 5038 [化學分析用濾紙]) 過濾不溶性殘渣，以氫氟酸 (2+100) 洗淨之。
      - (3) 以少量水儘可能將沉澱物洗回原來之白金皿，加硫酸 (1+1) 3 ml，加熱至發生硫酸白煙，放冷後加水約 50 ml 加以溶解，移至燒杯 (300 ml)。
      - (4) 將附著在濾紙上之沉澱物連濾紙一併移至燒杯 (100 ml)，加硝酸 15 ml 及硫酸 5 ml，加蓋後加熱至發生白煙<sup>(2)</sup>。
      - (5) 放冷後加水約 10 ml 加以溶解，併入主液，稀釋至約 150 ml，加氫氧化鈉 20 g 煮沸約 5 分鐘，以水稀釋至全量為約 200 ml 後，過濾以溫水洗淨之。
      - (6) 將硫酸 (1+9) 10 ml 加溫<sup>(3)</sup> 後，以每次注加少量之方式，分多次注加於濾紙上，以溶解沉澱物，使用原來之燒杯收集溶液。再將此溶液倒至濾紙上，以水洗淨，使用燒杯 (100 ml) 收集之。加亞硫酸鈉溶液 [10% (W/V)] 0.5 ml 將銻還原後，加氫氧化銨調節 pH 為 2.0~2.3<sup>(4)</sup>。
      - (7) 以每分鐘 1~2 ml 之流量使此溶液通過陰離子交換樹脂柱<sup>(5)</sup>，每次以硫酸 (1+3600) 5 ml 洗滌燒杯 5~6 次而將洗液倒至樹脂柱。再使硫酸 (1+3600) 150 ml 通過之<sup>(6)</sup>。以每分鐘 2~3 ml 之流量使氫氯酸 (1+1) 30 ml 通過樹脂柱，再使氫氯酸 (1+10) 100 ml 通過之。使用燒杯 (300 ml) 收集溶出液。
      - (8) 加氫氧化銨於此溶液至變為微鹼性，煮沸 2~3 分鐘。過濾沉澱物，以溫氫氧化銨洗淨之。
      - (9) 加氫氯酸 (1+2) 30 ml 於原來之燒杯，加溫後倒至濾紙上以溶解沉澱物，以溫水洗淨之。使用燒杯 (200 ml) 收集溶液，以水稀釋至約 80 ml，加草酸 5 g 加溫 1~2 小時，放置 1 夜後，使用濾紙 (II G) 過濾，以氫氯酸酸性草酸溶液<sup>(7)</sup> 洗滌數次。將沉澱物連濾紙移至坩堝，加熱使灰化後，灼熱約 1 小時，放冷後稱其質量。

(共 3 頁)

公 布 日 期 76 年 2 月 17 日	經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行	修 訂 日 期 年 月 日
--------------------------	---------------------	------------------