

TN852-82-10

本資料は 年 月 日付で登録区分  
変更する。2001. 6. 20

[技術情報室]

## 六フッ化ウランの標準分析法（Ⅱ）

Standard Methods of Analysis for Uranium  
Hexafluoride (Ⅱ)

1982年4月

動力炉・核燃料開発事業団  
東 海 事 業 所

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49  
核燃料サイクル開発機構  
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:  
Technical Cooperation Section,  
Technology Management Division,  
Japan Nuclear Cycle Development Institute  
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184  
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)  
2001

1982年4月23日



## 六フッ化ウランの標準分析法(II)

Standard Methods of Analysis for  
Uranium Hexafluoride (II)

実施責任者 大西紘一※  
 報告者 大内義房※  
 曽根徹※  
 加藤木賢※  
 田山敏光※

期間 1980年4月～1982年3月

目的 六フッ化ウラン中の不純物元素の標準分析法を確立する。

要旨 濃縮パイロットプラントおよびUF<sub>6</sub>転換パイロットプラントにおいて受入分析および品質検査分析が必要であり、六フッ化ウラン標準分析法(I)に引きつづき第2報として、ストロンチウム等6元素の分析法を確立したので標準分析法(II)として集録した。分析方法は各元素に応じて吸光光度法、原子吸光法、赤外線分析法および重量分析法より検討し、良好に適用できる分析法が得られた。

## 目 次

1. カルシウム (Ca)	
1 - 1 (陰イオン交換分離-原子吸光法) .....	1
2. フッ化水素酸 (HF)	
2 - 1 (赤外線分析法) .....	5
3. ニオブ (Nb)	
3 - 1 (BPA抽出-スルホクロロフェノールS抽出吸光光度法) .....	9
4. アンチモン (Sb)	
4 - 1 (陰イオン交換分離-フレームレス原子吸光法) .....	13
5. ストロンチウム (Sr)	
5 - 1 (陰イオン交換分離-フレームレス原子吸光法) .....	16
6. ウラン (U)	
6 - 1 (酸化重量法) .....	19
7. 結語 .....	27
8. UF <sub>6</sub> の規格 .....	28
9. 参考文献 .....	29

## 1. カルシウム (Ca)

### 1-1 (陰イオン交換分離-原子吸光法)

#### 1. 要旨

試料に硝酸と過塩素酸を加えて加熱、蒸発乾固し、ふつ素を除去する。塩酸(2+1)を加えて溶解し、この溶液を陰イオン交換樹脂カラムに流し入れ、ウランを吸着させる。流出液を加熱、乾固する。これをHCl(1+24)で溶解し、一定量にしたのち、原子吸光装置で吸光度を測定する。

#### 2. 適用範囲

本法はカルシウムの含有率25~50PPM(ウランベース)の試料に適用する。

#### 3. 試薬および装置

- 1) 塩酸(2+1), 塩酸(1+24), 塩酸(1+100) : 特級
- 2) 硝酸 : 特級
- 3) 過塩素酸 : 特級
- 4) 標準カルシウム溶液( $10\mu g/ml$ ) : 原子吸光用標準液( $1mg/ml$ )より、 $2ml$ をメスフラスコに分取し、水を加えて $200ml$ とする。
- 5) 陰イオン交換樹脂 : Dowex 1×8 (100~200メッシュ, Cl型), 陰イオン交換樹脂 $500ml$ を $3l$ のビーカーにとり、水で数回洗浄後、水酸化ナトリウム( $120g/l$ ) $1l$ を入れ、混合しOH型とする。上澄液を捨て、水で2回洗浄後、塩酸(1+1) $2l$ を加え混合し、約10分間放置し、上澄液を捨て、水で十分洗浄して、ポリエチレン製試薬瓶に保存する。
- 6) 原子吸光分析装置 : パーキンエルマー403型

#### 4. 操作

手順および操作	備考
<u>1. 試料はかりとり</u> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) 試料をポリエチレン製ピペットを用いて、テフロンビーカー(<math>100ml</math>)に、はかりとる。</li> </ol>	<u>1) 分析試料は、あらかじめ、</u> $UF_6$ を加水分解して $UO_2F_2$ にしたもので、ウランとして、約 $1\%$ を正しくはかりとる。
<u>2. ふつ素の除去</u> <ol style="list-style-type: none"> <li>2) 硝酸<math>5ml</math>と過塩素酸<math>3ml</math>を加え、砂浴上で加熱し、蒸発乾固する。</li> <li>3) ビーカーの内壁を、塩酸(2+1)<math>5ml</math>で洗って、再乾固する。</li> </ol>	

手 順 お よ び 操 作	備 考										
<b>3. 溶 解</b>											
4) 塩酸 (2+1) 5mlを加えて、溶解する。	4) 加温すると溶けやすい。										
<b>4. イオン交換分離</b>											
5) あらかじめ塩酸 (2+1) 50mlを流して調整してある、陰イオン交換カラム (U型) に試料溶液を流して、ウランを吸着させる。流出液は別のビーカー (100ml) に受ける。	5) 溶液の流出速度は、1.0～1.5ml/minにする。最初、カラム中の塩酸 (2+1) は樹脂上面より約 5mm満たしておく。										
6) ビーカーは、塩酸 (2+1) 10mlを、数回に分け、洗浄しながら交換カラムに流し入れる。	6)～7)は、樹脂上面より、約 5mm液が残っているときに、洗浄液を加える。										
7) 6)を更に繰り返す。	8)～9)は、樹脂上面に液が残っていない状態のときに、洗浄液を加える。										
8) 塩酸 (2+1) 10mlを交換カラムに流し入れ、洗浄する。											
9) 8)を更に繰り返す。											
<b>5. 溶液の処理</b>											
10) イオン交換樹脂カラムより流出した液に、硝酸 1ml、過塩素酸 1mlを加えて加熱し、乾固する。	10) 過塩素酸が残っていると吸光度が低値を示すので、完全に除去する。										
11) ビーカーの内壁を少量の水で洗って、再乾固する。	12) 内壁を洗うように加える。加温すると溶けやすい。										
12) 塩酸 (1+24) 5mlで塩類を溶解する。											
13) 塩酸 (1+24) 10mlでビーカー壁を洗い メスフラスコ (20ml) へ移す。											
14) 塩酸 (1+24) で全量を正しく 20mlにし、良く振り混ぜる。											
<b>6. 測 定</b>											
15) 溶液は、原子吸光分析装置で、アセチレン空気フレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。尚、並行操作した標準溶液も、同時に吸光度を測定する。	15) 測定条件										
<b>7. 計 算</b>											
16) 検量線より、溶液中のカルシウム含有量を求め、次式	<table border="1"> <thead> <tr> <th>元素 条件</th> <th>カルシウム</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> 流量</td> <td>37.5</td> </tr> <tr> <td>Air 流量</td> <td>59.0</td> </tr> <tr> <td>スリット巾</td> <td>4</td> </tr> <tr> <td>波長 (nm)</td> <td>422.7</td> </tr> </tbody> </table>	元素 条件	カルシウム	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> 流量	37.5	Air 流量	59.0	スリット巾	4	波長 (nm)	422.7
元素 条件	カルシウム										
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> 流量	37.5										
Air 流量	59.0										
スリット巾	4										
波長 (nm)	422.7										

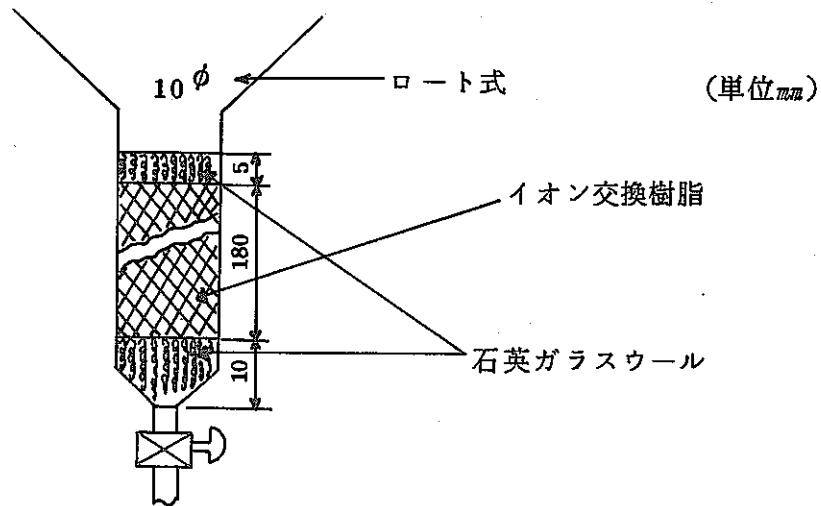
手 順 お よ び 操 作	備 考
<p>により、カルシウムの含有率を算出する。</p> $\text{カルシウム (PPM)} = \frac{A}{W}$ <p>A : 試料溶液の含有量 (<math>\mu\text{g}</math>)</p> <p>W : 試料中のウラン含有量 (%)</p>	

### 5. 検量線の作り方

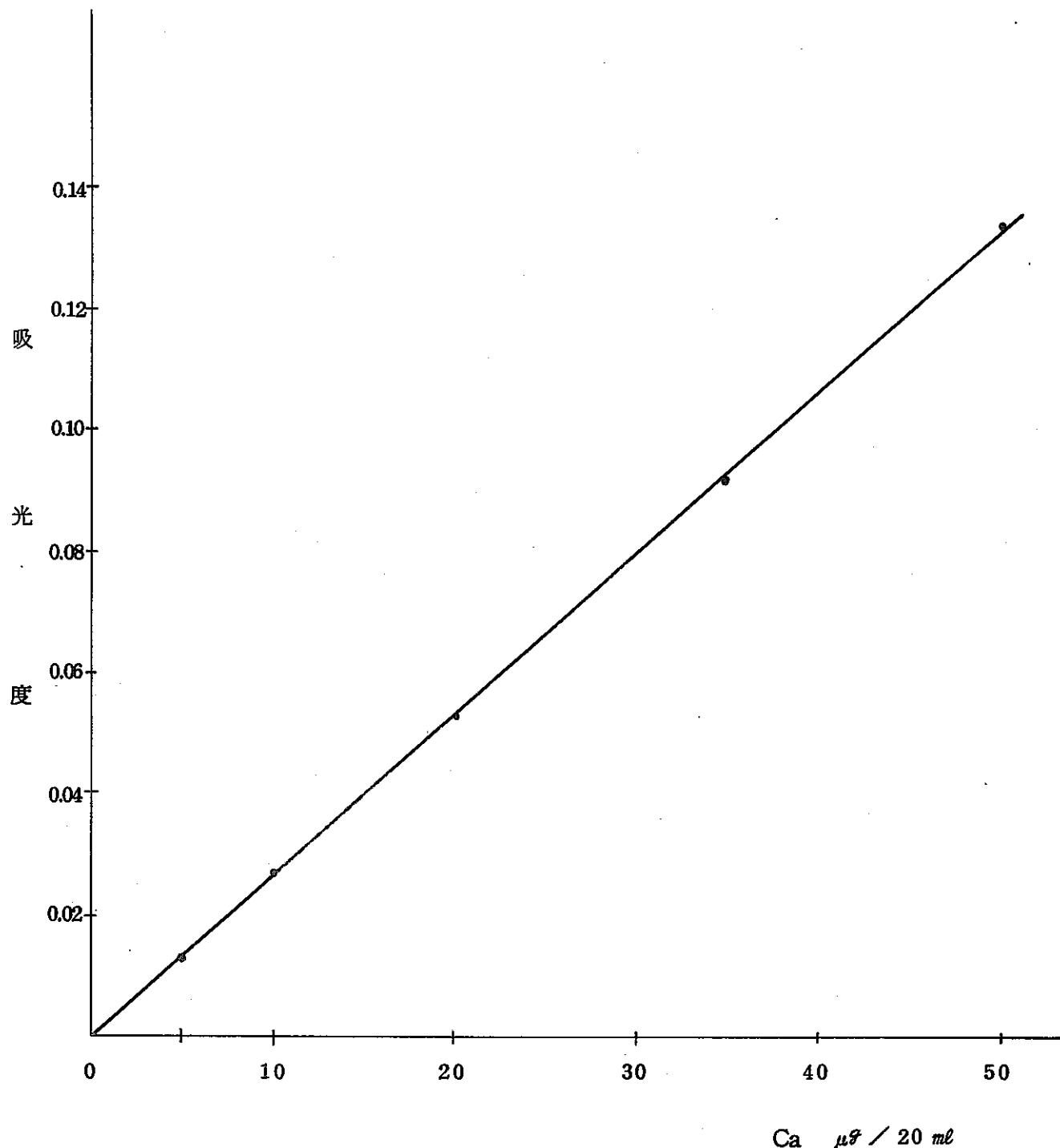
標準溶液より、カルシウムとして、0, 5, 10, 20, 30  $\mu\text{g}$ をビーカーに採取し、以下4. 操作10以降を行い、カルシウム量と吸光度の関係線を求める。

### 6. 解 説

- 1) 本法は、六フッ化ウラン中のカルシウムを定量することを目標に実験したもので、主として「六フッ化ウランの標準分析法(I)」SN841-80-05(1980年)を参考にした。
- 2) 六フッ化ウラン中のカルシウム等のアルカリ土類元素含有率は、10 PPMを目安とし、検量線も0~30  $\mu\text{g}$ の範囲内にとどめたが、50 PPM程度まで本法を適用できる。
- 3) 共存元素の影響については、ウラン、鉄、錫、アンチモンなどは、樹脂中に吸着分離される。その他微量元素(アルカリ金属、アルカリ土類元素)については、カルシウムと共に流出されるが、UF<sub>6</sub>中に含まれていると予想される量では原子吸光分析に与える影響は無視できる。
- 4) イオン交換樹脂カラムより流出させる速度は、樹脂の粒度、カラム先端の径などに制約されるが1.0 mlから1.5 ml/mm程度の流出速度でよい。
- 5) イオン交換樹脂の再生には、塩酸(1+100) 50 mlを流し入れウランを完全に溶離したのち、水で十分洗浄する。次に塩酸(2+1) 50 mlを流し入れ、樹脂上面より液が5 mm程度残ったところでとめ、再び試料を流し入れる。再生可能回数は5回程度とする。
- 6) イオン交換樹脂カラムの略図を次に示す。



7) 検量線の一例を次図に示す。



## 2 フッ化水素酸(HF)

## 2 - 1 赤外線分析法

## 1. 要 索

試料の入った容器をHF試料調整装置に接続する。バルブを開けて試料を赤外吸収セルに充填し、全圧を測定する。つづいて赤外吸収セルを装置より取りはずし、赤外分光装置でHF分圧を計り、濃度を算出する。

## 2 適用範圍

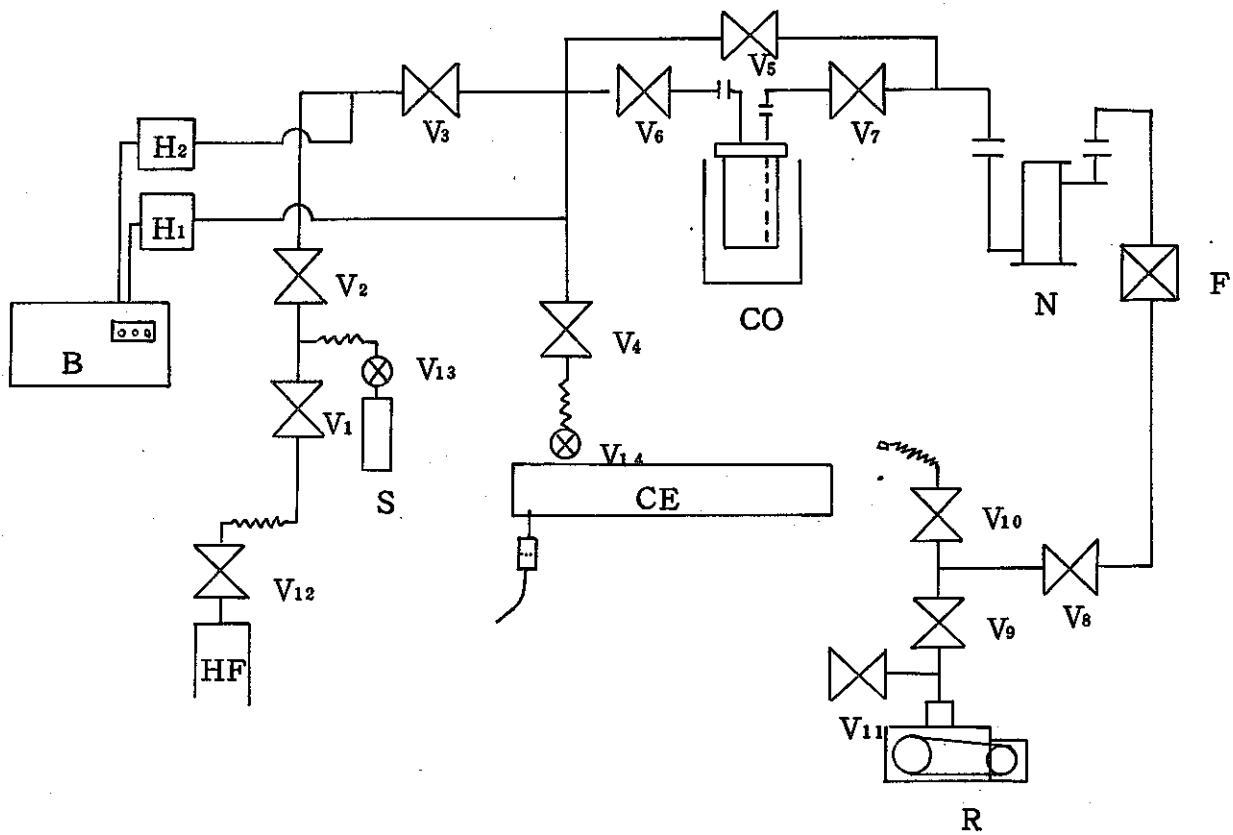
本法は  $\text{UF}_6$  中の HF 壓力が 0.3 Torr 以上の試料に適用する。

### 3. 試験および装置

### 1) 液体窒素

## 2) HF 試料調整装置

本装置は前面開閉型フード（高さ 2 m, 幅 1.5 m, 奥ゆき 0.6 m）内に、図 1 に示すように上下段に分れて組み込まれている。赤外吸収セル（以下セルという）の加熱は、赤外分光装置から配線し、アダプターをもうけて取りはずしのきくようにしてある。又  $V_{12}$  から  $\text{NaF}$  トランプまでの系はリボンヒーターで常時 30 ~ 40 ℃に加熱している。



S : UF <sub>6</sub> サンプル	V <sub>1~14</sub> : バルブ
CO : コールドトラップ	N : NaF トランプ
CE : 赤外吸収セル (40°C 保持)	F : 粉じんろ過器
H <sub>2</sub> : バラトロン真空計ヘッド (H <sub>1</sub> : 100Torr用 H <sub>2</sub> : 10,000Torr用)	R : ロータリーポンプ
B : バラトロン真空計	HF : HF ボンベ

ロータリーポンプ：アルカテル直結型（排気速度 50 l/min）

真 空 計 : 隔膜型バラトロン真空計 (100Torr用, 10,000Torr用)

バ ル ブ : NUPRO社製, Hoke 社製

導 管 : SUS-316  $\frac{1}{2}$  or  $\frac{1}{4}$  インチ

HF ガス : Matheson 社製 99.9 %

赤外吸収セル : SUS-316 製, 内面テフロンコートィング 窓板 : CaF<sub>2</sub>,  
径 : 10 cm, 長さ : 50 cm, 容積 : 約 4 l

### 3) 赤外分光装置

本装置は Sampling した HF を測定するものであり, 次の装置から成立っている。

赤外分光器 : 日本分光器製 IRA-2B 改良型

増幅器 : 日本分光器製

記録計 : 日立レコーダー 056

赤外分光器には, 温度調節ができる加熱装置が付いており常時セルを加熱している。又 Reference 側も同様に加熱し, 測定を開始する 2 時間前には真空ポンプで真空 ( $10^{-3}$  Torr 以下) に引いておく。

### 4) 操作

手 順 お よ び 操 作	備 考
<p><u>1. 装置の調整</u></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) HF 試料調整装置のバルブは V<sub>10~13</sub>, V<sub>4</sub> を除いて開放し, <math>10^{-3}</math> Torr 以下に真空引きする。</li> <li>2) 液体窒素をコールドトラップに充填する。赤外吸収セルを V<sub>6</sub> に取り付けた後, V<sub>4</sub>, V<sub>14</sub> を開けて赤外吸収セル内を真空引きする。</li> </ol>	<p>1) 一番真空が良くなった所で真空計の目盛を 0 に合せる。</p>
<p><u>2 試料はかりとり</u></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>3) V<sub>1</sub>, V<sub>2</sub> を閉じ, 試料の入った容器を取付けたのち, V<sub>2</sub> を開けて導管内を真空引きする。</li> </ol>	

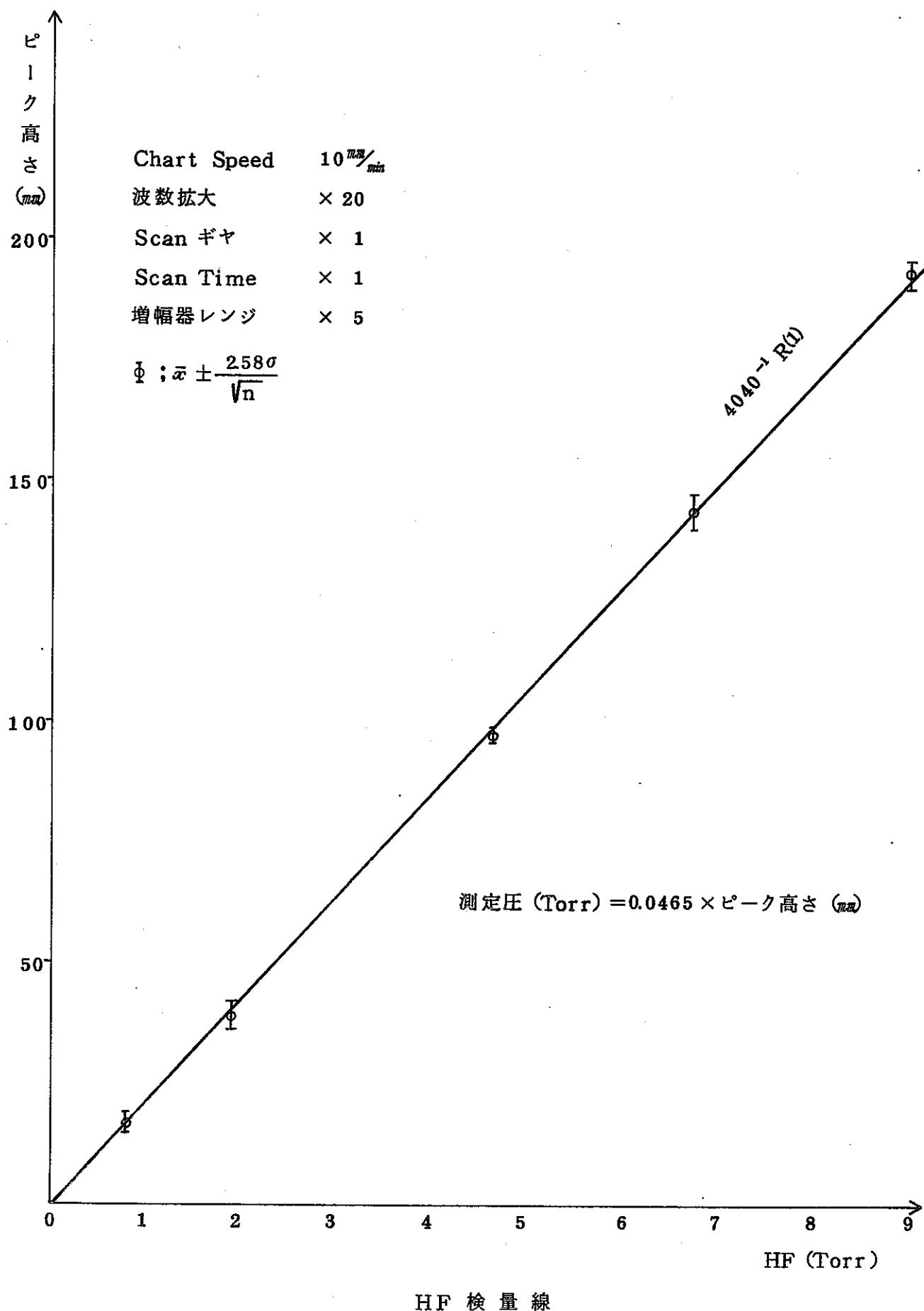
手 順 お よ び 操 作	備 考					
4) $V_6 \sim V_7$ および $V_1, V_5$ を閉じたのち、試料容器の $V_{13}$ バルブを開けて、 $UF_6$ サンプルを赤外吸収セル内に充填する。	4) この時の圧力は 100 Torr 以下となるようとする。					
5) 20~30分放置後、真空計の圧力 (Torr) を読みとり、 $V_{14}$ と $V_8$ を閉じてから $V_6$ を開けて導管内の $UF_6$ を コールドトラップ内に補集する。 $V_7$ を開けて HF を $NaF$ トラップに吸収させ、 $V_8$ を徐々に開けて完全に導管内の $UF_6$ および HF を取除く。	5) Sampling をしている間 $V_7$ を開けてコールドトラップ内を引いておくとよい。この時の圧力を $T_2$ とする。					
6) $V_4$ を閉じて赤外吸収セルを装置から取りはずし、 $V_2$ を閉じて試料容器を取りはずす。						
<b>3. 測 定</b>						
7) 赤外吸収セルを赤外分光装置にセットし、波長 $4100cm^{-1}$ ~ $4000cm^{-1}$ の間を 3 回くり返してピークを測定する。あらかじめ求めた検量線より、試料中の HF 分圧を算出する。	7) 測定条件 <table border="1" style="margin-left: 20px;"> <tr><td>• Chart Speed 10mm/min</td></tr> <tr><td>• 波数拡大 × 20</td></tr> <tr><td>• Scan ギヤ × 1</td></tr> <tr><td>• Scan Time × 1</td></tr> <tr><td>• 増幅器レンジ × 5</td></tr> </table> この時の圧力を $T_1$ とする。	• Chart Speed 10mm/min	• 波数拡大 × 20	• Scan ギヤ × 1	• Scan Time × 1	• 増幅器レンジ × 5
• Chart Speed 10mm/min						
• 波数拡大 × 20						
• Scan ギヤ × 1						
• Scan Time × 1						
• 増幅器レンジ × 5						
<b>4. 計 算</b>						
8) 次の式より HF の含有率を算出する。						
$UF_6$ 中の HF 含有量 (wt%)						
$= \frac{20 T_1}{352 (T_2 - T_1) + 20 T_1} \times 100$						
$T_1$ : HF 分圧						
$T_2$ : 全 圧						
20: HF 分子量						
352: $UF_6$ の分子量						

**5. 検量線の作り方**

- 4-1)~2)を行なったのち、 $V_2$  を閉じ、 $V_{12}$  を開けて標準 HF を取出しすぐ閉める。 $V_5, V_6$  を閉じ、 $V_2$  を開けて必要とする HF を真空計の値を読みながら加える。つづいて 4-5) 以降に従い操作し、段階的な HF 濃度でピークを測定して、検量線を作成する。

**6. 解 説**

- 1) Sampling 時の圧力減少は、放置時間とともに減少し、平衡に達することはない。よってここでは時間を 20~30 分間と一定にして計ることにした。
- 2) 検量線の一例を示す。



### 3. ニオブ (Nb)

#### 3-1 (BPA抽出-スルホクロロフェノールS抽出吸光光度法)

##### 1. 要旨

試料に硫酸を加え、加熱濃縮してフッ素を除去する。塩酸10Nの濃度でBPA-クロロホルム溶液でニオブを抽出し、このニオブ-BPA-クロロホルムを蒸発乾固し、灰化する。次に硫酸、フッ酸、過塩素酸および硫酸アンモニウムなどを加えて加熱濃縮し、酒石酸、チオグリコール酸、塩酸、EDTAなどを加え、スルホクロロフェノールSを加え加温し、ニオブの錯体を生成させる。これにジフェニルグアニジンを加え、n-ブチルアルコールで抽出し、その吸光度を波長650 nmで測定する。

##### 2. 適用範囲

本法はニオブ含有率0.2~4 ppm(ウランベース)の試料に適用する。

##### 3. 試薬および装置

- 1) 硫酸(1+1)
- 2) 塩酸(10N)および塩酸(1+1)
- 3) BPA-クロロホルム溶液(0.5%) : BPA 5%をクロロホルム1lに溶解する。
- 4) 硝酸(5N)
- 5) 硫酸アンモニウム(10%)
- 6) 酒石酸溶液(20%)
- 7) チオグリコール酸溶液(10%)
- 8) EDTA溶液(1%)
- 9) スルホクロロフェノールS溶液(0.05%) : スルホクロロフェノールS 0.10%を適量の水に溶解し、水で200mlとする。この溶液は使用の都度乾燥ロ紙(5種A)を用いて炉過し使用した。
- 10) ジフェニルグアニジン溶液(10%) : 1,3-ジフェニルグアニジン10%を適量の塩酸(1+10)に溶解し、塩酸(1+10)で100mlとする。
- 11) n-ブチルアルコール・エチルアルコール(4+1)
- 12) 標準ニオブ溶液(10 μg/ml) : 五酸化ニオブ(Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 0.1432%を100mlのビーカーにはかりとり、硫酸2mlおよび硫酸アンモニウム1%を加えて加熱し、白煙処理して分解する。冷却したのち、酒石酸溶液(20%) 10mlを加えてふり混ぜ、酒石酸溶液(0.8%)で正確に1lにうすめる。これを水で正確に10倍にうすめる。
- 13) 分光光度計、20mmセル
- 14) 赤外電灯
- 15) シェーカー

## 4. 操作

手順および操作	備考
<u>1. 試料はかりとり</u>	1) 分析試料は、あらかじめ、 UF <sub>6</sub> を加水分解して UO <sub>2</sub> F <sub>2</sub> にしたもので、ウランとして 約 5 ‰を正しくはかりとる。
<u>2. ふつ素の除去</u>	2) 硫酸 (1 + 1) 5 mlを加え、砂浴上で加熱蒸発し、白 煙を発生させて 0.5 mlまで濃縮する。
<u>3. BPA抽出</u>	3) 硫酸は良く冷えてから操作 する。
3) 塩酸 (10N) 約 8 mlを加え、分液漏斗 (100 ml) に移 し入れ、塩酸 (10N) で 25 mlとする。これにBPA-ク ロロホルム (0.5 %) 溶液 20 mlを正確に加え、10分間 ふり混ぜる。有キ層を別の分液漏斗に移し入れ、再び BPA-クロロホルム (0.5 %) 溶液 15 mlを正確に加え て、5分間ふり混ぜる。	
<u>4. 洗浄</u>	4) 有キ層を別の分液漏斗に入れて一緒にし、これに塩酸 (10N) 25 mlを加えて2分間ふり混ぜる。
<u>5. 灰化</u>	5) 有キ層を白金蒸発皿に受け赤外電灯を用い、加熱蒸発 して乾固する。 6) 硝酸 (5 N) 2 mlを加え、ウォーターバス上でゆっくり と乾固する。この操作を2回くり返す。 7) ガスバーナーを用い、約 600°Cで加熱し、完全に灰化 する。
<u>6. 溶解</u>	6) 溶液が飛散しないように充 分気を付ける。 7) 有キ物が残らないように灰 化する。ニオブはNb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> とな る。 8) 試薬ブランクの操作はここ から行なう。
8) フッ酸 1 ml、硫酸 2 ml、過塩素酸 1 ml、および硫酸ア ンモニウム溶液 (10 %) 1 mlを加えて加熱蒸発し、硫酸 白煙を発生させてニオブを溶解する。冷却後、酒石酸溶 液 (20 %) 1 mlを加えて、メスフラスコ (50 ml) に移 し入れる。	

手順および操作	備考
<b>7. マスキング</b>	
9) チオグリコール酸溶液(10%) 1.5mlを加えてふり混ぜ, 5分間放置する。	9) 硝酸, 鉄, モリブデンなどの影響をマスクする。
10) 塩酸(1+1) 15mlを正確に加え, EDTA(1%)5mlを加えて, ふり混ぜる。	10) ジルコニウムがマスクできる。
<b>8. 発色</b>	
11) スルホクロロフェノールS溶液(0.05%) 2mlを正確に加えてふり混ぜ, 水で50mlとする。80℃水浴中に5分間浸し, 完全に発色させたのち, 流水中で冷却する。	11) ニオブ・スルホクロロフェノールS錯塩は1.2~2.4Nの塩酸酸性溶液において定量的に生成される。
<b>9. 抽出</b>	
12) 分液漏斗(100ml)に移し入れ, 水5mlでメスフラスコ内を洗浄する。ジフェニルグアニジン溶液(1%)1mlを正確に加えたのち, n-ブチルアルコール・エチルアルコール(4+1) 20mlを正確に加え, 30秒間振り混ぜる。	
<b>10. 測定</b>	
13) しばらく静置したのち, 水層を捨て, エチルアルコール5mlを正確に加えて, ふり混ぜる。n-ブチルアルコール・エチルアルコール(4+1)を対照に, 20mm吸収セルを用いて, 波長650nmにおける吸光度を測定する。	
<b>11. 計算</b>	
14) あらかじめ作成してある検量線によりニオブ量を求め, 次式によって算出する。	
$\text{ニオブ (ppm)} = \frac{A}{W}$	
A : 試料溶液の含有量 ( $\mu\text{g}$ )	
W : 試料中のウラン含有量 (g)	

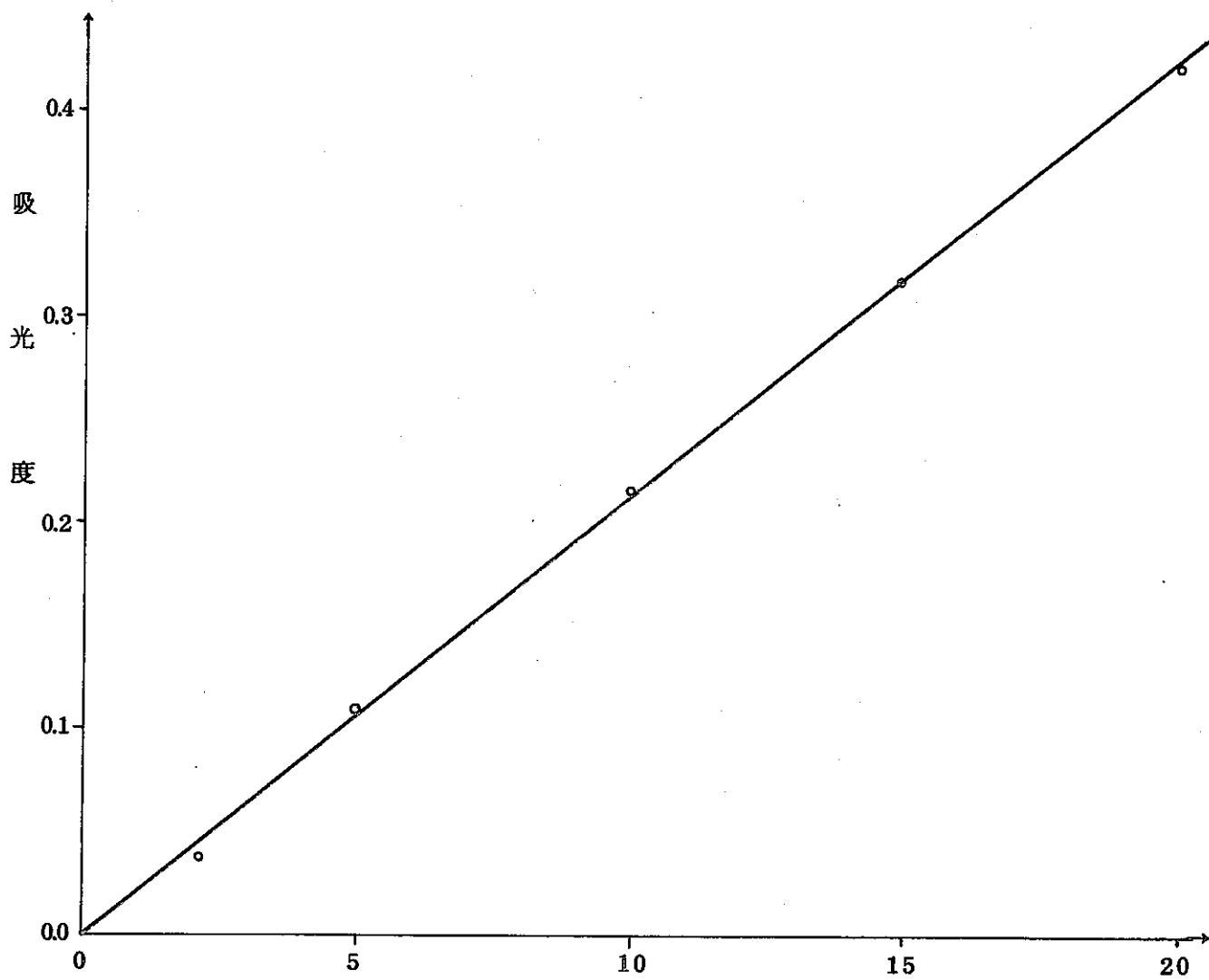
**5. 検量線の作り方**

ニオブ標準溶液を段階的に白金蒸発皿にとり, 以下4操作, 手順および操作2)以降に従つ

て吸光度を測定し、ニオブと吸光度の関係線を作成して検量線とする。

## 6. 解 説

- 1) 本法は日本金属学会誌（1969），抽出吸光度法による鉄鋼中のニオブの定量と，Good year Atomic Corporation O·A Vita : GAT-524 march 18, 1966 の資料をもとに分析方法を作成したものである。
- 2)  $UF_6$  中に存在する元素を，各々の規格値までの共存について検討を行ったが，影響はなかった。
- 3) 本法の分析精度は，ニオブ  $10 \mu g$  のとき，変動係数が 5.7 % であった。
- 4) 検量線の一例を次図に示す。



Nb  $\mu g/25mL$

#### 4. アンチモン (Sb)

##### 4-1 (陰イオン交換分離フレームレス原子吸光法)

###### 1. 要旨

試料に硝酸を加えて加熱、蒸発乾固し、ふつ素を除去する。硝酸を加えて溶解し、原子価調整後、乾固する。この溶液を塩酸で溶解し三塩化チタンで還元し、陰イオン交換樹脂カラムに流し入れ、アンチモンとウランを分離する。溶離液に硫酸を添加して濃縮し、水で一定量にしたのち原子吸光装置で吸光度を測定する。

###### 2. 適用範囲

本法はアンチモン含有率 0.01~0.1 ppm (ウランベース) の試料に適用する。

###### 3. 試薬および装置

- 1) 硝酸
- 2) 塩酸、塩酸 (1+5)
- 3) 溶離液 (0.3M 塩酸 + 1M ふつ酸)
- 4) 三塩化チタン (1%)
- 5) 硫酸
- 6) ビーカー (100mℓ) : テフロン製
- 7) 標準アンチモン溶液 (1 μg/mℓ) : 原子吸光用標準溶液 (1mg/mℓ) より 0.1mℓ をメスフラスコに分取し、水を加えて 100mℓ とする。
- 8) 陰イオン交換樹脂 : Dowex 1 × 8 (100~200 メッシュ, Cl<sup>-</sup>型) 陰イオン交換樹脂 500mℓ を 3 ℥ のビーカーにとり、水で数回洗浄後、水酸化ナトリウム (120g/ℓ) を入れ混合し OH 型とする。上澄液を捨て、水で 2 回洗浄後、塩酸 (1+2) 2 ℥ を加え、混合し、約 10 分間放置したのち、上澄液を捨て、水で十分洗浄し、ポリエチレン試薬瓶に保存する。
- 9) 原子吸光光度計 : パーキンエルマ 370 G 型原子吸光光度計, HGA-2100 型フレームレスアトマイザー。
- 10) 記録計 : 日立 056 型記録計

###### 4. 操作

手順および操作	備考
<b>1. 試料はかりとり</b>	
1) 試料をポリエチレン製ピペットを用いて、テフロンビーカー (100mℓ) にはかりとる。	1) 分析試料は、あらかじめ UF <sub>6</sub> を加水分解して、UO <sub>2</sub> F <sub>2</sub> としたものでウランとして約 2 g を正しくはかりとる。

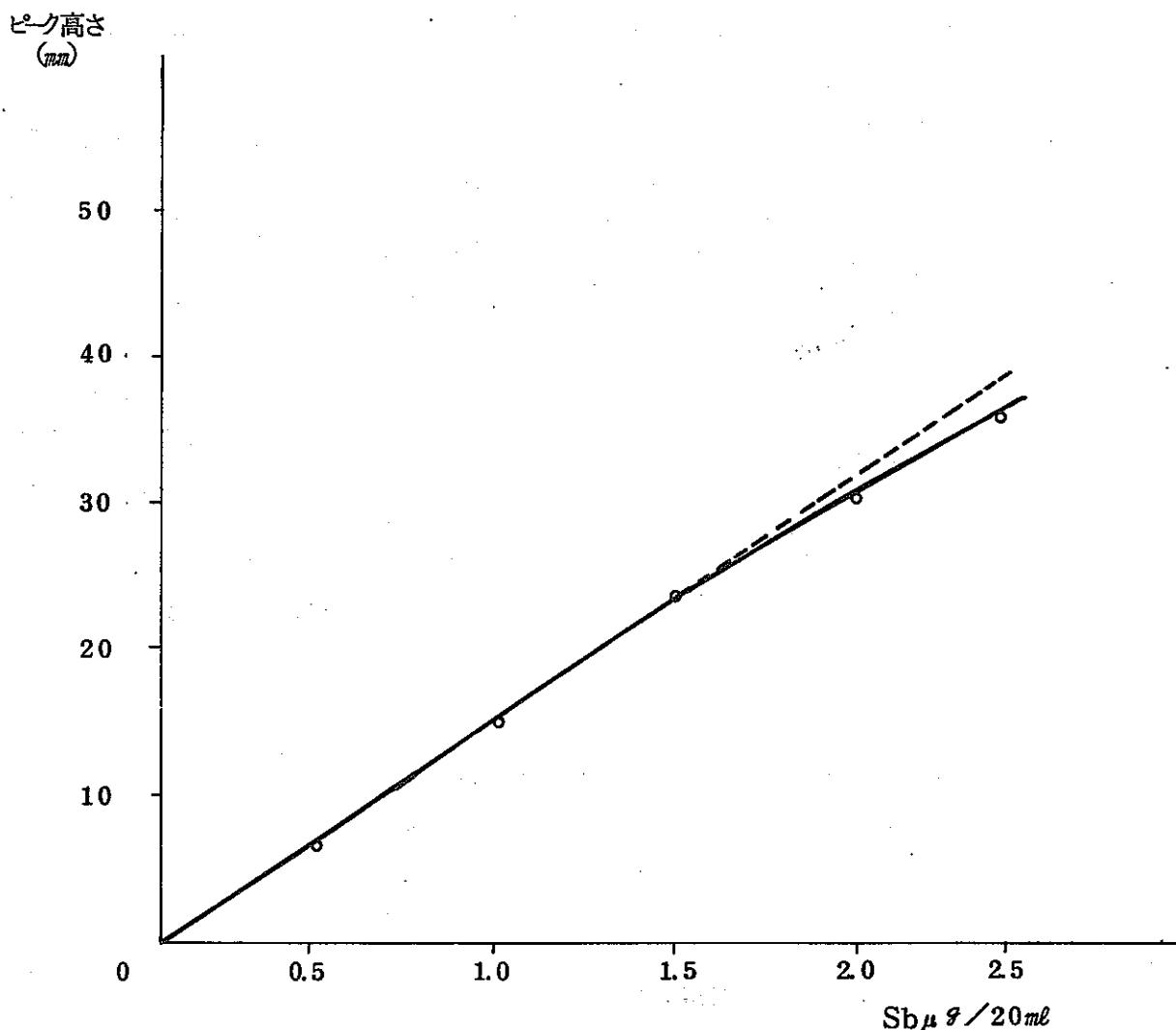
手 順 お よ び 操 作	備 考																					
<u>2. ふつ素の除去</u>																						
2) 硝酸 5 mlを加え、砂浴上で加熱し蒸発乾固する。この操作を2回くりかえす。																						
<u>3. 原子価調整</u>																						
3) 硝酸 5 mlを加え溶解し100℃以下で10分ぐらい加温し原子価調整したのち乾固する。その後塩酸で5 mlで溶解し三塩化チタン(1%) 2 mlを加えて原子価調整する。その後水25 mlを加え酸濃度を調整する。	三塩化チタンでアンチモンを(3価)にウランは(4価)にする																					
<u>4. イオン交換分離</u>																						
4) あらかじめ塩酸(1+5)を流して調整してある、陰イオン交換カラム(Cl型)に試料溶液を流してアンチモンを吸着させ、ウランを流出させる。 塩酸(1+5) 30 mlでビーカーを洗う。 洗浄液は20 mlずつ6回くり返す。流出液は捨てる。	4) ウランは洗浄液150 mlで完全に流れる。																					
5) 溶離液100 mlを陰イオン交換カラムに流し、アンチモンを溶離し、ビーカー(200 ml)に受ける。																						
6) 溶離液に硫酸2 mlを添加してよく攪拌し、加熱して硫酸白煙が発生するまで濃縮する。																						
7) 冷却後メスフラスコ(20 ml)に移し、標線まで水を加えて、よく振りませる。																						
<u>5. 測 定</u>																						
8) この溶液20 μlをグラファイトチューブ原子化装置に注入し、217.6 nmでの吸光度を測定する。	8) 測定条件																					
<u>6. 計 算</u>																						
9) 検量線より、溶液中のカルシウム含有量を求め、次の式より、アンチモンの含有率を算出する。	<table border="1"> <tr> <td>乾燥</td><td>120℃</td><td>40秒</td></tr> <tr> <td>炭化</td><td>800℃</td><td>30秒</td></tr> <tr> <td>原子化</td><td>2700℃</td><td>5秒</td></tr> <tr> <td>分析線</td><td>217.6 nm</td><td></td></tr> <tr> <td>スリット巾</td><td>0.7 nm</td><td></td></tr> <tr> <td>ランプ電流</td><td>10mA</td><td></td></tr> <tr> <td>レコーダーレンジ</td><td>10mV</td><td></td></tr> </table>	乾燥	120℃	40秒	炭化	800℃	30秒	原子化	2700℃	5秒	分析線	217.6 nm		スリット巾	0.7 nm		ランプ電流	10mA		レコーダーレンジ	10mV	
乾燥	120℃	40秒																				
炭化	800℃	30秒																				
原子化	2700℃	5秒																				
分析線	217.6 nm																					
スリット巾	0.7 nm																					
ランプ電流	10mA																					
レコーダーレンジ	10mV																					
アンチモン(ppm) = $\frac{A}{W}$																						
A : 試料溶液の含有量(μg)																						
W : 試料中のウラン含有量(g)																						

## 7. 検量線の作り方

標準溶液より 0.0, 0.50, 1.0, 2.0  $\mu\text{g}$  をメスフラスコ (20ml) にとり硫酸 2mlを入れ水で希釈する。以下 4.操作(8)以降を行ない、アンチモン量と吸光度の関係線を求める。

## 8. 解説

- 1) 本法は陰イオン交換樹脂を用いてアンチモンをウランから分離し、フレームレス原子吸光分析装置で測定する方法である。
- 2) 塩化アンチモン (III) は揮発するおそれがあるので塩酸単独での試料溶解操作等はさける。
- 3) イオン交換操作において、アンチモンとウランの分離には 2M 塩酸溶液の分離が最も良い。2M 塩酸を 150ml 流すことによってウランを完全に除くことができる。アンチモンの溶離は 0.3M 塩酸・1M ふっ酸の混合液で、100ml 流すことによって、回収率が 91% 以上になり、それ以上流すと蒸発濃縮などの操作に時間を要し、好ましくない。
- 4) 共存元素の影響については六ふっ化ウランに含まれている程度のものであれば影響がないがビスマスが 7 ppm 以上共存すると低値を示す。
- 5) 検量線の一例を次の図に示す。1.5  $\mu\text{g}/20\text{ml}$  以上になると少し、わん曲していく。



## 5. ストロンチウム (Sr)

### 5-1 (陰イオン交換分離フレームレス原子吸光法)

#### 1. 要旨

試料に硝酸および過塩素酸を加えて加熱し、蒸発乾固しふっ素を除去する。塩酸(2+1)を加えて溶解し、この溶液を陰イオン交換カラムに流し入れウランを吸着させる。流出液を加熱し乾固する。これを塩酸で溶解後水で一定量にしたのち、原子吸光装置で吸光度を測定し含有率を決定する。

#### 2. 適用範囲

本法はストロンチウム含有率0.5~2.0 ppm(ウランベース)の試料に適用できる。

#### 3. 試薬および装置

- 1) 塩酸(2+1), 塩酸(1+10), 塩酸(1+100)
- 2) 硝酸
- 3) 過塩素酸
- 4) 標準ストロンチウム溶液( $5 \mu\text{g}/\text{ml}$ )：原子吸光分析用ストロンチウム標準( $1.00 \text{mg}/\text{ml}$ )を水で正しく200倍にうすめる。
- 5) 陰イオン交換樹脂:Dowex 1×8 (100~200メッシュC1型)陰イオン交換樹脂500 mlを3 lのビーカーにとり、水で数回洗浄後、水酸化ナトリウム( $120 \text{g}/\text{l}$ )1 lを入れ混合し、OH型にする。上澄みを捨て、水で2回洗浄後塩酸(1+1)2 lを加え混合する。上澄みを捨て水でじゅうぶん洗浄し、ポリエチレン製試薬瓶に保存する。
- 6) 原子吸光分析装置：パーキンエルマー370型

#### 4. 操作

手順および操作	備考
<u>1. 試料はかりとり</u>	
<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 試料をポリエチレン製ピペットを用いて、テフロンビーカー(100 ml)に、はかりとる。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 分析試料は、あらかじめ、<math>\text{UF}_6</math>を加水分解して、<math>\text{UO}_2\text{F}_2</math>にしたものでウランとして約1 gを正しくはかりとる。</li> </ol>
<u>2. ふっ素の除去</u>	
<ol style="list-style-type: none"> <li>2) 硝酸5 mlと過塩素酸3 mlを加え、砂浴上で加熱し蒸発乾固する。放冷後塩酸(2+1)5 mlでビーカーの内壁を洗い、ふたたび乾固する。</li> </ol>	
<u>3. 溶解</u>	
3) 塩酸(2+1)5 mlを加えて溶解する。	

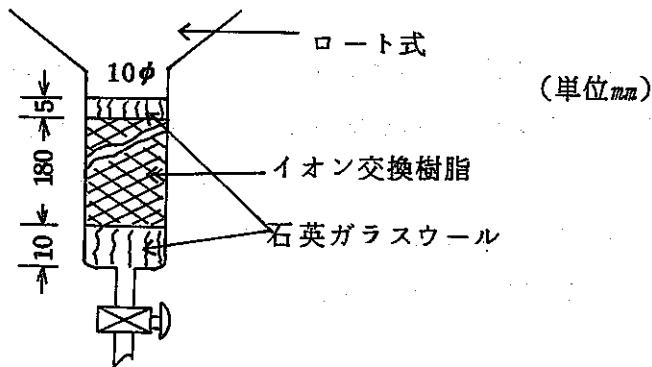
手 順 お よ び 操 作	備 考																					
<u>4. イオン交換分離</u>																						
4) あらかじめ塩酸(2+1) 50mlを流して調製してある陰イオンカラム(C1型)に試料溶液を流してウランを吸着させる。流出液は別のテフロンビーカー(100ml)に受ける。	4)～5)溶液の流出速度は1.0～1.5ml/minにする。最初カラム中の塩酸(2+1)は樹脂上面より約5mm満たしておく。																					
5) ビーカーは塩酸(2+1) 10mlで洗浄し、交換カラムに流し入れる。この操作をさらに2回繰り返す。	試料溶液あるいは洗浄溶液は、たえず樹脂上面より約5mm残っているように流し入れて、樹脂中に気泡が入らないように注意する。																					
6) 塩酸(2+1) 10mlを交換カラムに流し入れて洗浄する。この操作をもう1回繰り返す。																						
<u>5. 溶液の処理</u>																						
7) 流出液および洗浄液に硝酸1mlおよび過塩素酸1mlを加えて加熱して蒸発乾固する。ビーカーの内壁を洗って、ふたたび乾固する。	7) イオン交換樹脂の分解による微量の有機物を過塩素酸で処理する。																					
8) 塩酸(1+10) 10mlを正確に加えて塩類を溶解する。	8) 加温するととけやすい。																					
9) 水10mlを加えて全量を正しく20mlにし、よくふりませる。																						
<u>6. 測 定</u>																						
10) この溶液20mlをグラファイトチューブ原子化装置に入し、その吸光度を測定し、同時に作成した検量線よりストロンチウム量を求める。	10) 測定条件																					
<u>7. 計 算</u>																						
11) 検量線より溶液中の含有量を求め次式によりストロンチウムの含有率を算出する。	<table border="1"> <tr> <td>乾燥</td><td>120°C</td><td>30秒</td></tr> <tr> <td>炭化</td><td>800°C</td><td>20秒</td></tr> <tr> <td>原子化</td><td>2700°C</td><td>10秒</td></tr> <tr> <td>分析線</td><td>460.7 nm</td><td></td></tr> <tr> <td>スリット幅</td><td>0.2 nm</td><td></td></tr> <tr> <td>ランプ電流</td><td>25 mA</td><td></td></tr> <tr> <td>レコーダーレンジ</td><td>5 mV</td><td></td></tr> </table>	乾燥	120°C	30秒	炭化	800°C	20秒	原子化	2700°C	10秒	分析線	460.7 nm		スリット幅	0.2 nm		ランプ電流	25 mA		レコーダーレンジ	5 mV	
乾燥	120°C	30秒																				
炭化	800°C	20秒																				
原子化	2700°C	10秒																				
分析線	460.7 nm																					
スリット幅	0.2 nm																					
ランプ電流	25 mA																					
レコーダーレンジ	5 mV																					
ストロンチウム(ppm) = $\frac{A}{W}$																						
A: 試料溶液の含有量(μg)																						
W: 試料中のウラン含有量(g)																						

5. 検量線の作り方

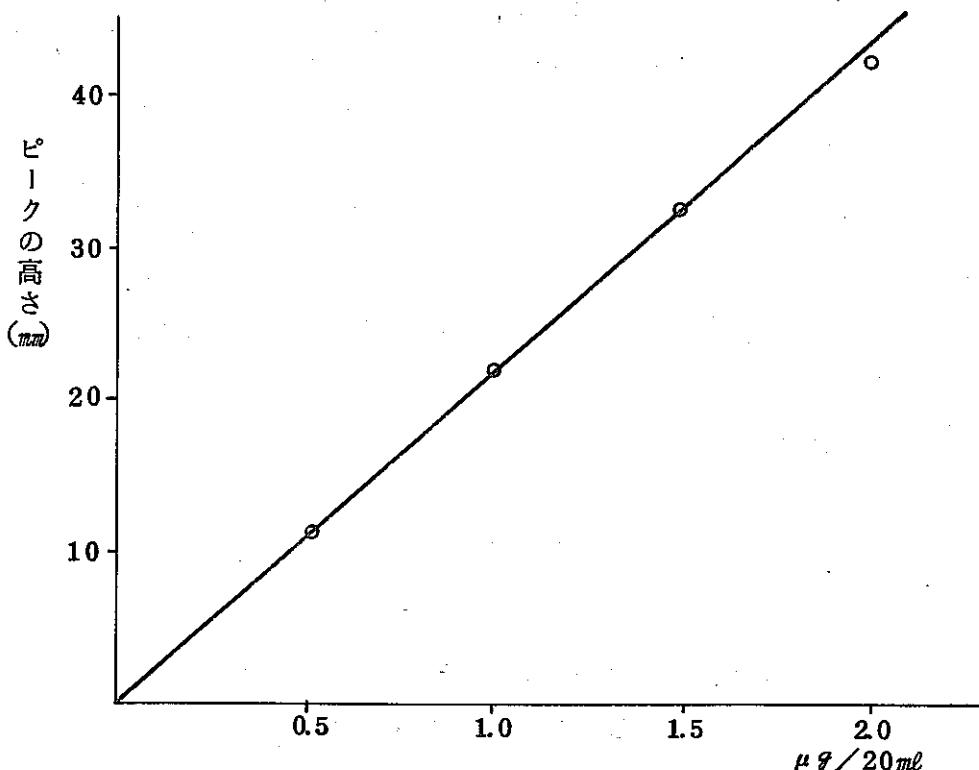
標準溶液よりストロンチウムとして0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 μgを石英ビーカーに採取し、以下操作5.7)以降を行い、ストロンチウム量と吸光度の関係線を求める。

## 6. 解説

- 1) 本法は六フッ化ウラン標準分析法(1), SN 841-80-05 ナトリウム, カリウム, リチウムの分析法に順じて作成したものである。ナトリウム等の測定溶液にはランタンを多量に添加しているので、これが影響してグラファトチューブ内での操作を不能にする。そのためこの溶液を用いて本法により定量することはできない。
- 2) 適用範囲は液量を加減することによって拡大できる。
- 3) 検量線はウランを添加して全操作を通しておこなったとき、ピークの高さが約 5 % 高くなった。その原因は不明で、必要によっては全操作を通しての検量線を用いること。
- 4) イオン交換樹脂の再生には、塩酸 (1 + 100) 50mℓを流し入れ、ウランを溶離させたのち水で十分洗浄する。次に塩酸 (2 + 1) 50mℓを流し入れ、樹脂上面より液が 5mm 程度残ったところでとどめ再び試料を流し入れる。再生可能回数は 5 回程度とする。
- 5) イオン交換樹脂カラムの略字を次に示す。



- 6) 検量線の一例を次図に示す。



## 6. ウラン (U)

## 6-1 (酸化重量法)

## 1. 要旨

六フッ化ウランを含むサンプルチューブを、液体窒素で冷却し、水で加水分解する。つぎに、フッ化ウラニル溶液を蒸発乾固し、高温加水分解炉により、八三酸化ウランに変換する。変換前後の重量からウラン含量を求め、発光分光分析によって、得た不純物量から八三酸化ウランを補正し、定量する。

## 2. 適用範囲

本法は、六フッ化ウラン中のウランの定量に適用する。

## 3. 試薬および装置

- 1) 分析用サンプルチューブ：図-1参照
- 2) テフロンビーカー（容量 500mℓ）
- 3) 白金ポート（容量 20 mℓ）：図-2参照

8 N温硝酸で洗浄し、つぎに蒸留水で数回洗浄する。その後、850℃で30分間焼成し、デシケーター中で30~60分間冷却する。0.01mgの桁まで重量測定を行ない0.2mg以内の範囲で重量が一致するまでデシケーター中の冷却、重量測定を繰り返す。

## 4) 高温加水分解炉：図-3参照

水蒸気発生装置をそなえた管状炉

- 5) ジュワービン（200~500mℓ）
- 6) スパナおよびモンキーレンチ
- 7) 直示天秤：読取限度 0.01mg
- 8) ガーゼ
- 9) 液体窒素

## 4. 操作

手順および操作	備考
1. サンプリング容器のシール	
<ol style="list-style-type: none"> <li>1) グランド、メールナット、フィメールナット、盲テフロンパッキンをアセトンで約10分間超音波洗浄したのち、蒸留水で洗浄後、乾燥器で乾燥（110℃ 1時間）する。</li> <li>2) 室温まで冷却後、乾燥したものを1組として1mgの単位まで重量測定し、6)の操作時に使用する。</li> </ol>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 図-1参照。ダイフロンソルベントで洗浄してもよい。</li> </ol>

手 順 お よ び 操 作	備 考
3) 依頼元でダイヤフラムバルブ付サンプリング容器にサンプリングする。	3) ボンベからのサンプリング操作は、UF <sub>6</sub> 試料の依頼元（現場）が通常行うので、この操作は省略する。
4) サンプリングしたバルブ付サンプル容器に付着している水分や異物をアルコールをしみ込ませたガーゼで丁寧にぬぐい取る。	
5) 使用前にデュワービンに入れた液体窒素中にバルブ付サンプル容器を約5分間浸し、UF <sub>6</sub> を完全に固化させる。	
6) 固化させた状態で、ナット部に乾燥窒素を吹き付けながら、スパナ又は、モンキーレンチを用いて、ナット部を緩め、バルブ、メールナット、フィメールナット、グランド、およびテフロンパッキンをすばやく取り除く。引き続き、乾燥窒素をサンプルチューブ上部に吹き付け、あらかじめ用意しておいた盲テフロンパッキン、およびナット類をすばやく取り付け完全にシールする。	6) この操作はすばやく行う。 ① バルブの取り外し部は、ガムテープでシールする。 ② サンプルチューブ上部までUF <sub>6</sub> が詰っている場合は、特に注意して取扱うこと。また、シールが困難な場合（過充填）は、あらかじめ水の入ったテフロンビーカーを用意しておき、過剰のUF <sub>6</sub> をその中に取り除いた後シールする。
7) シール終了後、サンプル容器表面をガーゼ等で拭き、概略重量を秤量する。	
<u>2 サンプルチューブの検査</u>	
8) サンプルチューブが六フッ化ウランで、黄色くなっているならば、チューブの中に水分があったことを示しているので、その試料は分析しない。	8) 六フッ化ウラン約10gを含む試料を取る。
9) サンプルチューブに付着している水分あるいは異物を取り除くためチューブをガーゼで静かに拭きとったのち、概略重量を記録し、デシケーター中に一昼夜保管し、水分を完全に取り除く。	

手 順 お よ び 操 作	備 考
<u>3. 秤 量</u>	
9) 直示天秤をもちいて六フッ化ウランの入ったサンプルチューブを $0.01\text{mg}$ の桁まで秤量し、30分毎に測定を繰返し、 $0.2\text{mg}$ の範囲内で重量が一致したら重量を記録する。	
<u>4. 加水分解</u>	
10) サンプルチューブを液体窒素で10分間浸し、試料を凍らせる。	
11) 冷えたサンプルチューブをすばやく適切なジグで運びレンチでプラグをゆるめ、取りはずす。	
12) テフロンビーカー ( $500\text{ml}$ ) にサンプルチューブを横たえ、冷却した蒸留水をチューブがしたたる程度約 $150\text{ ml}$ を加える。サンプルチューブについているテフロンパッキンは、テフロン製ピンセットを用いて取り除き、テフロンパッキンとピンセットは蒸留水でテフロンビーカーへ洗い流す。	12), 13) 洗浄操作などは溶液がとびはねないよう注意深くおこなう。
13) 六フッ化ウランが完全に加水分解されるまで約60分間サンプルチューブを浸しておく。 テフロンピンセットを用いてチューブを注意深く溶液から取り、チューブとテフロンピンセットをテフロンビーカー上で洗浄する。	
<u>5. サンプルチューブの風袋測定</u>	
14) 蒸留水をもちいてサンプルチューブおよび部品を洗浄し、 $110^\circ\text{C}$ の乾燥器で2時間以上乾燥させ、デシケーター中に冷却する。その後、風袋を測定するため乾燥サンプリングチューブを $0.01\text{mg}$ の桁まで秤量し、30分毎に測定を繰り返し、 $0.2\text{mg}$ の範囲内で重量が一致したり記録する。	14) 次の試料を分析するためデシケーター中に保存する。
<u>6. 蒸発、乾固</u>	
15) テフロンビーカー中のフッ化ウラニル溶液を $250^\circ\text{C}$ 以下の加熱板上に移し、加熱蒸発し、約 $20\text{ml}$ まで濃縮する。	
16) あらかじめ用意してある白金ボートにウラン溶液を移	

手 順 お よ び 操 作	備 考
し入れる。蒸留水でテフロンビーカーを洗浄し、洗浄液も白金ポートに加える。	16 この操作は加熱濃縮を平行し、溶液が約 10 ml 以下になったら洗浄液を加える。
17 白金ポート中のフッ化ウラニル溶液を赤外線ランプまたは温度調節のできる加熱板（100°C～110°C）を用いて蒸発乾固する。	
7. 八三酸化ウランに変換	
18 白金ポートを高温加水分解炉に入れ、水蒸気を約 200 ml/時間で通して 850°C で 2 時間焼成し、さらに水蒸気を止めて 30 分間加熱し、フッ化ウラニルを完全に八三酸化ウランに変換する。	
8. 重量測定	
19 炉から白金ポートを取り出し、デシケーター中で 2 時間冷却する。 つぎに、30 分毎に重量測定を繰返し、0.2 mg 以内の範囲内で安定した時の重量測定値を最終測定値として記録する。	
9. 補 正	
20 高温加水分解炉で作られた八三酸化ウランの一部を用いて、発光分光分析法で不純物を定量し、補正值を算出する。	21 不純物量を定量し、ウラン重量の補正を行なう。不純物の総量が酸化物換算で 0.03% 以下の場合は省略して計算する。また、UF <sub>6</sub> が高純度であることが事前に知っている時は不純物の分析を省略する。

## 5. 計 算

- 1) サンプル中のウラン純度（%）は、次の様にして計算する。

$$\frac{\text{重量因子}(a) \times g U_3 O_8 (b)}{\text{サンプルの重量 } g} = \frac{g U}{g UF_6}$$

(a)：ウラン同位体組成によって変わり、質量分析の分析結果から計算により求める。

(b)：変換して得られた八三酸化ウランの重量に、発光分光分析によって定量した不純物の総量から補正した重量。

- 2) 六フッ化ウランのサンプリングは、六フッ化ウランが、まだ液体窒素温度であるときに

シールを行なう。このためサンプリングチューブの六フッ化ウラン上には、空気が室温以下で補集されており、サンプルチューブを分析するときの室温の空気以上に密度が大きくなっている。以上から冷空気の結合効果と空気浮力及び天秤の秤量精度から見て、7  $\delta$  以上のサンプリング量であれば補正は必要でなくなる。

次に補正值を示す。(ASTM C-761-73)

Sample 重量( $\delta$ )	g UF <sub>6</sub> に加える重量( $\delta$ )	Sample 重量( $\delta$ )	g UF <sub>6</sub> に加える重量( $\delta$ )
4.0	0.00045	6.5	0.00011
4.5	0.00035	7.0	0.00007
5.0	0.00026	7.5	0.00005
5.5	0.00020	8.0	0.00002
6.0	0.00015		

3) 8.0 ~ 12.0  $\delta$  の六フッ化ウランのサンプルのときは、2つの効果が相殺し、正味の効果は、無視され、補正の必要はない。

#### 4) 信 頼 性

非常に純粹な物質に対して 95% 信頼区域での分析精度は、測定あたり 0.04 % である。

不純物の含有量が 0.2% まで上がると精度は、約 ± 0.1 % となる。

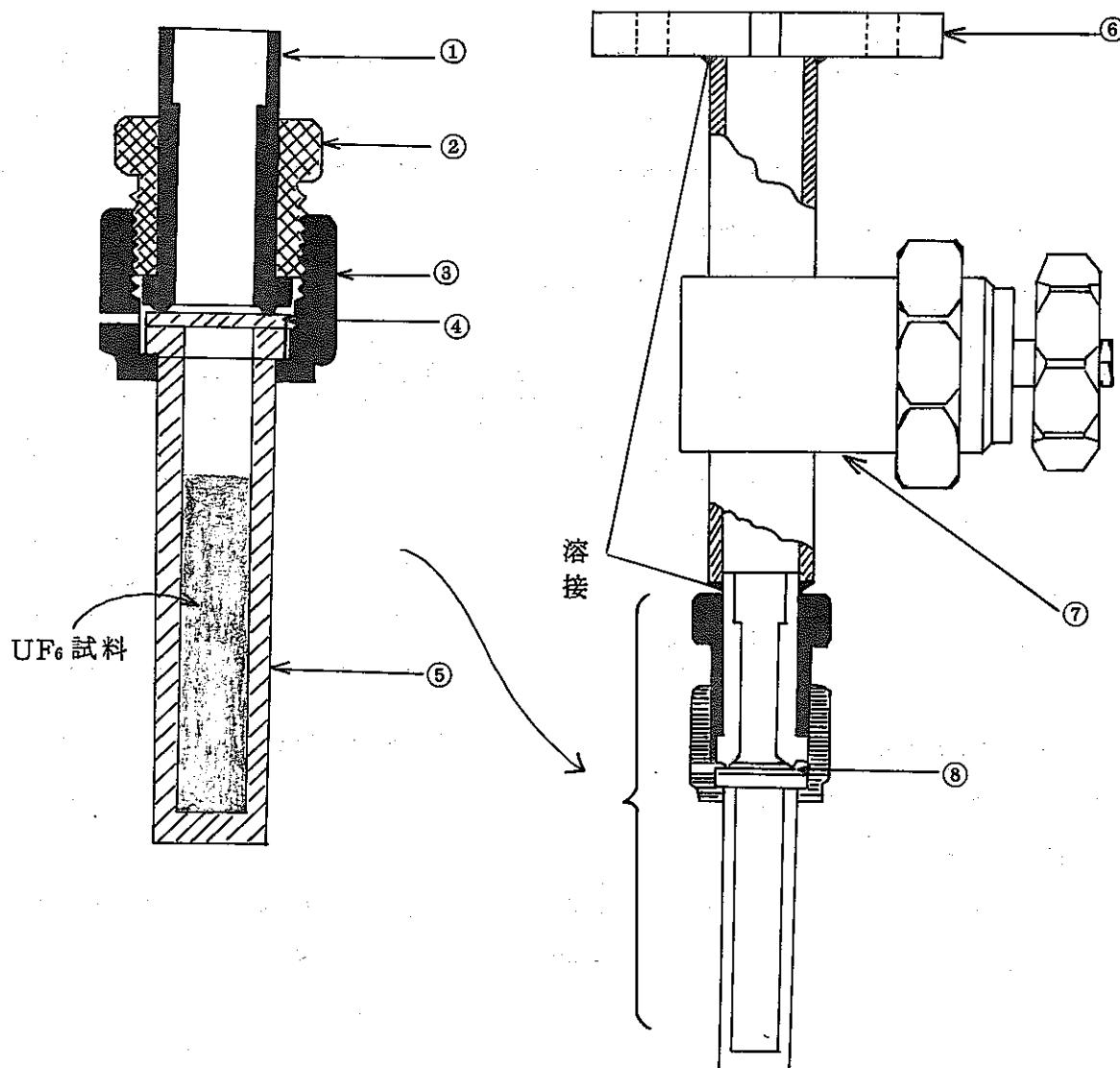
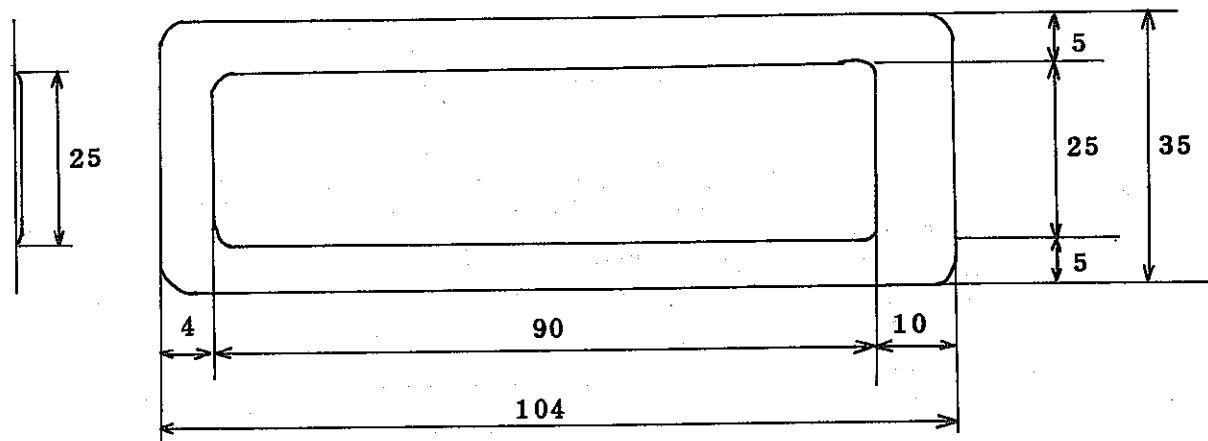
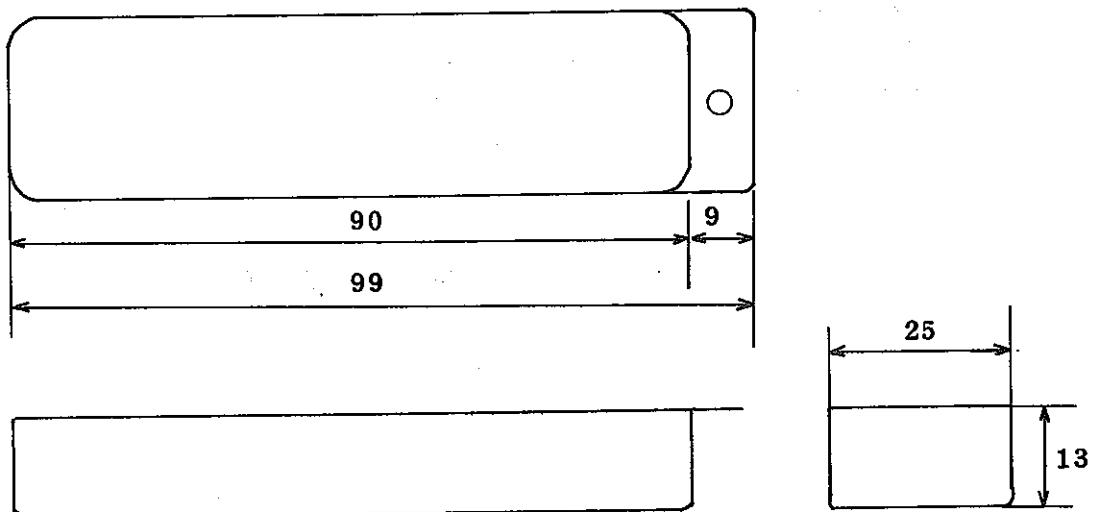


図-1 分析用サンプルチューブ

番号	名 称	型番・記号	材 質	備 考
①	グランド	M-6-VCR-3	モネル	Cajon
②	メールナット	SS-8-VCR-4	316S:St	"
③	フィメールナット	SS-8-VCR-1	"	"
④	テフロンパッキン	OD:19.5, t:2	テフロン	盲パッキン
⑤	ダイフロンチューブ	L:70, OD:15, ID:9.5	ダイフロン	
⑥	フランジ			
⑦	ダイヤフラムバルブ	8A・L2020-6		Bellows
⑧	テフロンパッキン		テフロン	穴あきパッキン



Platinum Cover



Platinum Boat

单位：mm

図－2 白金ボート

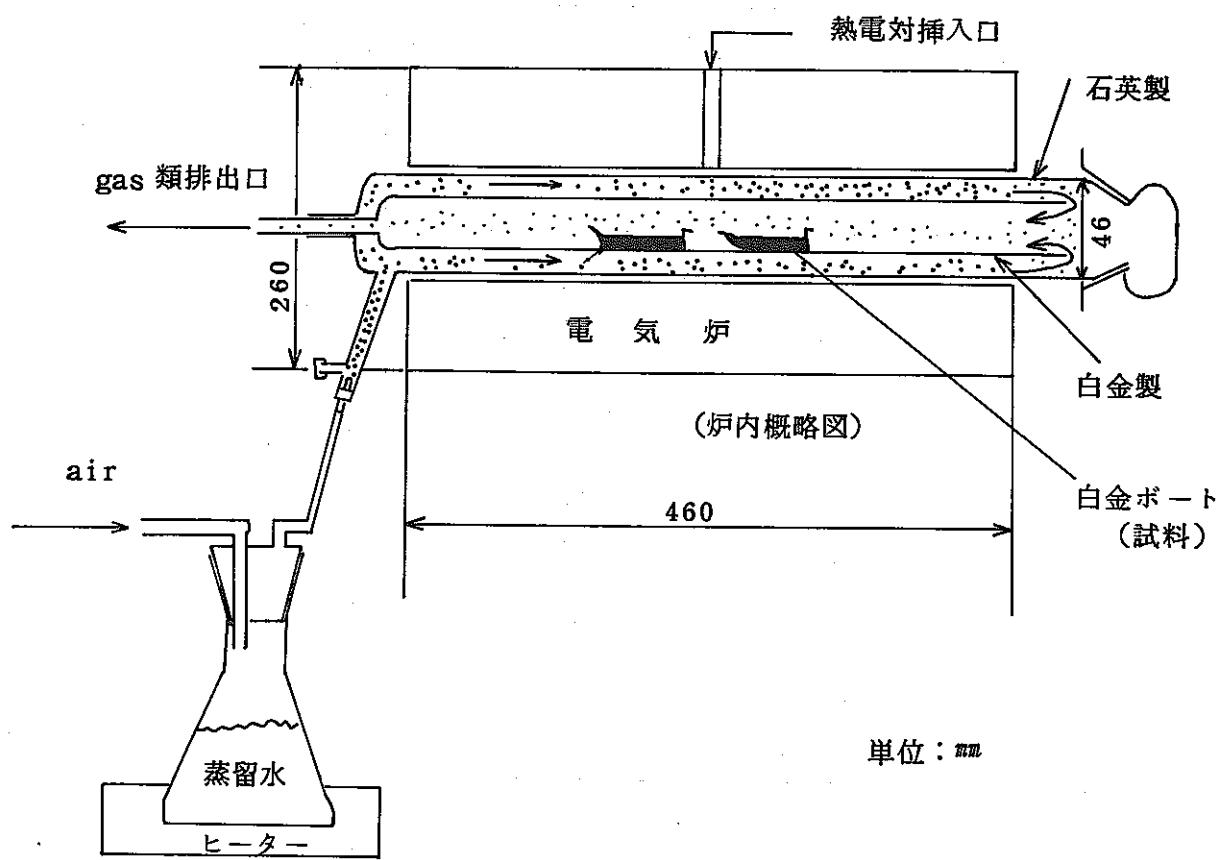


図-3 高温加水分解炉

## 7. 結 語

濃縮パイロットプラント等の運転に必要なUF<sub>6</sub>中の不純物の分析法を確立するため、六フッ化ウランの標準分析法(I)に引きつづき、第2報として、カルシウム、フッ化水素酸、ニオブ、アンチモン、ストロンチウムおよびウランの分析法を集録した。これで36元素の分析法をまとめたことになり、USAEC等の化学成分規格値を検査するに必要な分析法がほぼ確立できた。今後は本法の改良検討を続けると同時に最近、高周波プラズマなどを励起光源とした発光分光分析法は高感度で多元素同時定量が可能なため急速な進歩がある。この方法をUF<sub>6</sub>中の不純物定量に適用するため、イオン交換分離または溶媒抽出分離し、定量する方法の検討が望まれる。またUF<sub>6</sub>のサンプリング法の確立が最も重要と考えられ、分析値の正確度も左右するので、より正確に平均的試料を精度良くサンプリングできる方法を早急に検討する必要があると思う。

8. UF<sub>6</sub> の規格A E C  
ERDA  
USAEC

充填ボンベの蒸気圧 (93°C)	75 psi以下
UF <sub>6</sub> 純度	99.5 wt %以上
炭化水素、塩化炭素、その他ハロゲン化物	0.01 wt %以下
炭化水素化合物	
各種元素の最大混入量	
Br	5 ppm / Total U
Cl	100 ppm / Total U
P	50 ppm / Total U
Si	100 ppm / Total U
Sb・Nb・Ru・Ta・Ti の各々	1 ppm / U-235
Cr	1500 ppm / U-235
Mo	200 ppm / U-235
W	200 ppm / U-235
V	200 ppm / U-235
U-233	500 ppm / U-235
U-232	0.11 ppm / U-235
不揮発性不純物 (沸騰温度が 300°C で 1 atm 以下の元素)	
Ag・Al・Ba・Bi・Cd・Ca・Cu・Fe	
K・Li・Mg・Mn・Na・Ni・Pb・Si	300 ppm / Total U
Sn・Sr・Th・Zn・Zr の全量	
熱中性子吸収物 (ホウ素換算)	8 ppm / Total U
FP とか U-237 から生ずる最大 $\gamma$ 放射能全量	
(放射平衡下にある天然ウランの $\gamma$ 放射能の百	
分率単位で) [ 天然ウランベース ]	20 %
Fp から生ずる最大 $\beta$ 放射能 [ 天然ウランベース ]	10 %
全ウラン $\alpha$ 当り 1 分間当たりに崩壊して生ずるすべての	
遷移元素から最大 $\alpha$ 放射能 [ 天然ウランベース ]	1500 dpm

## 9. 参考文献

- 1) SN 841-80-05 : 六フッ化ウランの標準分析法(I)
- 2) SN 841-80-51 : 赤外線分析法による UF<sub>6</sub> 中の HF の分析
- 3) N 841-76-21 : UF<sub>6</sub> 中の不純物の分析法(I)
- 4) N 841-79-31 : UF<sub>6</sub> 中の不純物の分析方法 (III)
- 5) AEC Report : ORO-671-1, 2 (1972)
- 6) Oak Ridge Operations Office : ORO-471-149 (1972)
- 7) Union Carbide Corp, Report : K-L-6304 (1972)
- 8) ASTM Standard : C 761
- 9) JAERI 4053 : 二酸化ウランの分析 (1971)
- 10) 金属ウラン分析合同委員会 : 金属ウラン中の微量物質の分析方法 (1962)
- 11) H·Bouzigue : CEC-N·1480 (1971)