

PuO₂ 粉末中微量杂质元素的 ICP-AES 测定

牟 凌, 李丰龙, 覃 波, 曹 希, 姜国杜, 吉运超

中核四〇四有限公司第三分公司, 甘肃 兰州 732850

摘要: 为保证核级 PuO₂ 粉末的产品质量, 需建立准确测定核级 PuO₂ 粉末中微量杂质元素的方法。实验采用 HNO₃-HF 混酸溶解 PuO₂ 粉末, 以 6 mol/L HNO₃ 溶液为淋洗液, 用强碱性阴离子树脂(256×4)分离钚和杂质元素, 通过正交试验优化仪器参数, 用 ICP-AES 测定了 PuO₂ 粉末中微量杂质元素。对 50 mg PuO₂ 样品, 大部分元素的重加回收率为 80%~120%, 相对标准偏差 s_r 优于 20% ($n=6$), 元素检出限小于 10 μg/g (以 Pu 计)。

关键词: PuO₂ 粉末; ICP-AES; 强碱性阴离子树脂; 分离; 杂质元素

中图分类号: TL271.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-9950(2013)05-0291-08

doi: 10.7538/hhx.2013.35.05.0291

Determination Technology of Trace Impurity Elements in the PuO₂ Powder by ICP-AES

MU Ling, LI Feng-long, QIN Bo, CAO Xi, JIANG Guo-du, JI Yun-chao

The Third Filial Company of 404 Company Limited, China National Nuclear Corporation, Lanzhou 732850, China

Abstract: The technology condition of nuclear grade plutonium dioxide powder clearly defined the necessary items and limits of impurity elements. In order to ensure the quality of the plutonium dioxide powder, an accurate method for determining the trace impurity elements in the nuclear grade plutonium dioxide powder is need to be established. Experiment was developed with HNO₃-HF mixed acid for dissolving plutonium dioxide powder, with 6 mol/L nitric acid solution as eluent, and the strong base anion resin (256×4) is adopted for the separation of plutonium and impurity elements. Instrument parameters are optimized by orthogonal test. Then the trace elements in the plutonium dioxide powder are determined by ICP-AES. For the 50 mg PuO₂ sample, the recovery of the method for most of the elements is between 80%-120% and the s_r is better than 20% ($n=6$). The detection limit of the elements is less than 10 μg/g Pu.

Key words: plutonium dioxide powder; ICP-AES; strong base anion resin; separation; impurity elements

核级 PuO₂ 粉末技术条件^[1]明确规定了 PuO₂ 粉末中需分析的杂质元素及限值, 为保证核级

PuO₂ 粉末的产品质量, 需建立准确测定核级 PuO₂ 粉末中微量杂质元素的方法。钚中杂质元

素分离的方法主要有离子交换法、溶剂萃取法和萃取色谱法。离子交换法的特点是,分离效果好,可同时分离多种元素^[2]。杂质元素的测量通常采用分光光度法、原子吸收法及原子发射光谱法。其中,电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)具有灵敏度高、检出限低、线性范围宽、测量速度快、能同时检测多个元素等优点^[3]。

PuO₂ 粉末中微量杂质元素测定, ASTM (C1432-03) 标准方法^[4] 用盐酸溶解样品, 用阴离子树脂分离铀和杂质元素, 测定了金属铀中的 25 种杂质元素。本工作拟采用塑衬(聚四氟乙烯)不锈钢高压消解罐, 用 HNO₃-HF 混酸溶解 PuO₂ 粉末, 用强碱性阴离子树脂(256×4)分离铀和杂质元素, 特别对 Ag、As、Cu、Dy、Eu、Gd、Hf、Na、P、Sm 等元素进行实验和研究, 通过正交试验优化仪器参数, 用 ICP-AES 测定 PuO₂ 粉末中 33 种微量杂质元素。并分别测定各元素的淋洗曲线及基体(铀)对杂质元素测定的干扰。

1 实验部分

1.1 仪器和设备

IRIS Intrepid II XSP/Glove 光谱仪, 美国 TJA 公司, CID 检测器, 石英垂直雾化器, 旋流雾化室。HF-463B 型智能定标器, FJ367-ZnS 闪烁探头, 北京核仪器厂。分离柱示于图 1, 内径 5 mm, 内填装强碱性阴离子树脂, 树脂床高 120 mm, 流速 0.8 mL/min, 用 50 mL 6 mol/L HNO₃ 溶液淋洗柱子, 用高纯水洗至中性备用。

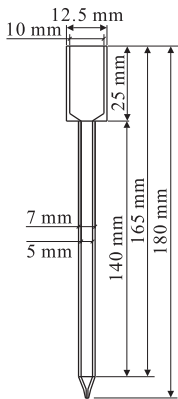


图 1 分离柱

Fig. 1 Separation column

1.2 试剂与材料

所用试剂除特别说明外, 均使用符合国家标准

的优级纯试剂。

聚苯乙烯吡啶强碱性阴离子树脂: 256×4, 粒径 0.125~0.25 mm, 用高纯水浸泡 1 d, 并冲洗至中性, 备用; 高纯水: 18.2 MΩ·cm; 浓 HNO₃, 微电子纯, 北京兴青精细化学品科技有限公司; 混酸溶液, 11 mol/L HNO₃-0.08 mol/L HF 混合液; 过氧化氢, 质量分数为 30%, 天津科密欧公司; 氩气, 质量分数不小于 99.99%; 标准贮备液, 1 000 mg/L, 国家钢铁材料研究中心。

1.3 分析线选择

根据分析软件波长数据库中的信息, 对每个分析元素, 选择相对强度值高、干扰元素少的谱线 2 条, 用空白溶液(6 mol/L HNO₃) 和高标溶液分别进样测定, 对测定值及相关信息, 包括谱峰、背景、干扰、线性、斜率、相关系数等进行分析比较, 确定分析线, 结果列于表 1。

表 1 分析线

Table 1 Analysis line

No.	元素 (Elements)	λ /nm	No.	元素 (Elements)	λ /nm
1	Ag	328.0	18	Mg	279.5
2	Al	396.1	19	Mn	257.6
3	As	189.0	20	Mo	202.0
4	B	208.8	21	Na	589.5
5	Ba	455.4	22	Ni	231.6
6	Be	313.0	23	P	178.2
7	Ca	317.9	24	S	182.0
8	Cd	226.5	25	Sb	206.8
9	Co	228.6	26	Si	251.6
10	Cr	283.5	27	Sm	359.2
11	Cu	324.7	28	Sn	189.9
12	Dy	353.1	29	Ti	323.4
13	Eu	381.9	30	V	309.3
14	Fe	259.9	31	W	224.8
15	Gd	342.2	32	Zn	213.8
16	Hf	339.9	33	Zr	339.1
17	Li	670.7			

1.4 标准溶液分组与配制

根据动力堆乏燃料后处理工艺的铀产品含量限值来确定各元素低标、高标浓度, 根据单个标准溶液的介质、元素的化学性质, 将待测标准元素分成 3 组, 结果列于表 2。对应标准分组取 0.1 mL

和1.0 mL各标准浓溶液分别置于100 mL石英容量瓶中,用6 mol/L HNO₃溶液定容至刻度,摇匀,转入聚乙烯瓶中,该标准贮备液对应浓度为低

标(1 mg/L)和高标(10 mg/L)。其中第一组标准溶液要求现配现用,其余各组标准溶液的保存期为1个月。

表2 标准分组
Table 2 Standard group

组别(Group)	元素(Elements)	$\rho/(mg \cdot L^{-1})$	
		高标(High-standard)	低标(Low standard)
第一组(First group)	Ag	10	1
第二组(Second group)	Ca, Dy, Eu, Gd, Hf, Na, Sm, Zr	10	1
第三组(Third group)	Al, As, B, Ba, Be, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Li, Mg, Ni, Mn, Mo, P, S, Sb, Si, Sn, Ti, V, W, Zn	10	1

1.5 实验方法

1.5.1 样品溶解 称取PuO₂样品50 mg(准确至0.1 mg)置于消解罐中,加入11 mol/L HNO₃+0.08 mol/L HF混酸溶液10 mL,温度恒定在(160±2)℃溶解,浓缩至约1 mL。向溶解后的样品中加入1 mL浓HNO₃,蒸至近干,重复操作1次,再加入2 mL 3 mol/L HNO₃,加热至75~80℃,用过氧化氢进行调价,调节酸度至6 mol/L。

1.5.2 样品分离 将制备好的离子交换柱用70℃的高纯水洗涤约3个柱体积,然后再用70℃的6 mol/L HNO₃溶液平衡柱子,将溶解后的样品(保持在70℃)加入离子交换柱内进行分离,并用6 mol/L HNO₃溶液(70℃)淋洗杂质元素,收集7 mL流出液于石英萃取管中。

1.5.3 样品测定 按照仪器工作条件调节仪器,待仪器稳定后,分别进行低标溶液及高标溶液测定,由仪器自动进行标准曲线绘制。将样品溶液在ICP光谱仪上进行测定,按照公式(1)计算各杂质元素的含量。

1.6 结果计算

样品中杂质元素含量按公式(1)计算

$$\omega = \frac{V \cdot \rho}{m} \quad (1)$$

式中: ω ,杂质元素的质量分数, $\mu\text{g/g}$ (以Pu计); ρ ,样品溶液中测得元素的质量浓度, mg/L ;V,样品体积, mL ;m,样品中钚质量, g 。

2 结果和讨论

2.1 仪器工作条件选择

由于要检测的杂质元素较多,各元素的最佳测定条件各不相同,为了使整个方法有较好的回收率和精密度,对需分析杂质元素进行了多次的四因素三水平正交实验。根据文献调研和实际验证,选定那些含量低、检出限较高、信背比较差的元素如:Al、As、Hf、Ca、P、Sn、Sb、Sm、W九个较为典型的元素进行条件优化,对仪器功率、雾化气、辅助气、泵速进行优化组合,以提高总体检测水平,实验结果列于表3、表4。

表3 L9(34)仪器操作条件正交试验表

Table 3 L9(34) instrument operation conditions by orthogonal test table

设置 (Set)	A 功率(Power)/W	B 雾化气流速(Nebulizer gas flow rate)/(L·min ⁻¹)	C 辅助气流速(Auxiliary gas flow rate)/(L·min ⁻¹)	D 泵速(Pump speed)/ (r·min ⁻¹)
设置1(Set 1)	1 100	0.65	0.55	110
设置2(Set 2)	1 120	0.65	0.45	100
设置3(Set 3)	1 150	0.65	0.50	120
设置4(Set 4)	1 100	0.70	0.50	100
设置5(Set 5)	1 120	0.70	0.55	120
设置6(Set 6)	1 150	0.70	0.45	110
设置7(Set 7)	1 100	0.75	0.45	120
设置8(Set 8)	1 120	0.75	0.50	110
设置9(Set 9)	1 150	0.75	0.55	100

表 4 实验数据及分析结果

Table 4 Experimental data and analysis results

元素 (Elements)	设置 1 (Set 1)	设置 2 (Set 2)	设置 3 (Set 3)	设置 4 (Set 4)	设置 5 (Set 5)	设置 6 (Set 6)	设置 7 (Set 7)	设置 8 (Set 8)	设置 9 (Set 9)
Al	4.34	4.07	3.88	5.39	5.33	4.78	5.96	5.53	4.97
As	8.23	7.66	7.66	8.62	8.74	8.63	8.05	7.77	8.24
Hf	7.31	6.85	6.52	8.92	8.78	8.04	9.67	9.16	8.24
Ca	3.59	3.66	3.85	4.06	4.26	4.12	4.21	4.12	4.29
Sn	9.72	8.76	8.99	9.91	11.59	10.19	7.94	8.76	9.63
Sb	7.60	7.13	6.84	8.87	8.80	8.22	9.29	8.81	8.29
Sm	7.01	6.59	6.22	8.94	8.85	7.98	10.24	9.50	8.37
P	1.10	1.13	1.16	1.29	1.41	1.38	1.37	1.40	1.39
W	7.46	7.28	7.01	9.19	9.18	8.30	9.77	9.06	7.49
总和 (Sum)	56.36	53.13	52.13	65.19	66.94	61.64	66.5	64.11	60.91
	A	B	C	D					
∑ I	188.05	161.62	181.27	179.23					
∑ II	184.18	193.77	181.43	182.11					
∑ III	174.68	191.52	184.21	185.57					
极差(Range)	13.37	32.15	2.94	6.34					
主次因素(Primary and secondary factors)		B>A>D>C							
优水平(The best level)	A1	B2	C3	D3					
优组合(The best combination)	A1B2C3D3								

由表 3、4 可知,影响测定的主次因素顺序为雾化气、仪器功率、泵速、辅助气,确定仪器参数为:仪器功率 1 100 W、雾化气流速 0.70 L/min、辅助气流速 0.55 L/min、泵速 120 r/min。

2.2 取样量的选择

按实验方法分别取 20~70 mg 的 PuO_2 ,加入分离柱进行分离,并用 6 mol/L HNO_3 溶液淋洗,收集 7 mL 淋洗液于萃取管中,淋洗液中钚量采用 α 计数法定值,测定结果列于表 5。实验结果表明,当 PuO_2 加入量达 70 mg 时,淋洗液中钚含量明显增大,表明已有钚从分离柱中流出。为保证钚分离效果及减少钚对杂质测定的影响,同时考虑到部分杂质元素含量较低,须保证足够的样品量,本实验选择样品量为 50 mg。

2.3 各元素淋洗曲线绘制

加入一定量的标准溶液(每个元素总量为 $10 \mu\text{g}$)于分离柱中进行分离,并用 6 mol/L HNO_3 溶液淋洗,每 1 mL 收集 1 个样品,共计 10

个样品。将样品稀释至 3 mL,摇匀后进行 ICP-AES 测定,以流出液体积(V)和元素含量(m)作图,绘制各个元素的淋洗曲线。结果示于图 2。

表 5 不同取样量钚的流失情况

Table 5 Loss of plutonium in different sampling amount

$m_{\text{add}}(\text{PuO}_2)/$ mg	$\rho_{\text{leachate}}(\text{Pu})/$ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	$m_{\text{add}}(\text{PuO}_2)/$ mg	$\rho_{\text{leachate}}(\text{Pu})/$ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
20	11	50	21
30	15	60	30
40	19	70	123

从各元素淋洗曲线可看出,在淋洗液达到 7 mL 时,大多数元素的回收率达到 100% 左右,个别元素如 Sb 在淋洗过程中滞后,如收集较多体积的流出液,尽管可以保证元素收集完全,但对更多微量元素而言,由于样品体积增大,溶液被稀释而使得测定更加困难,本实验选择接收 7 mL 流出液进行测定。

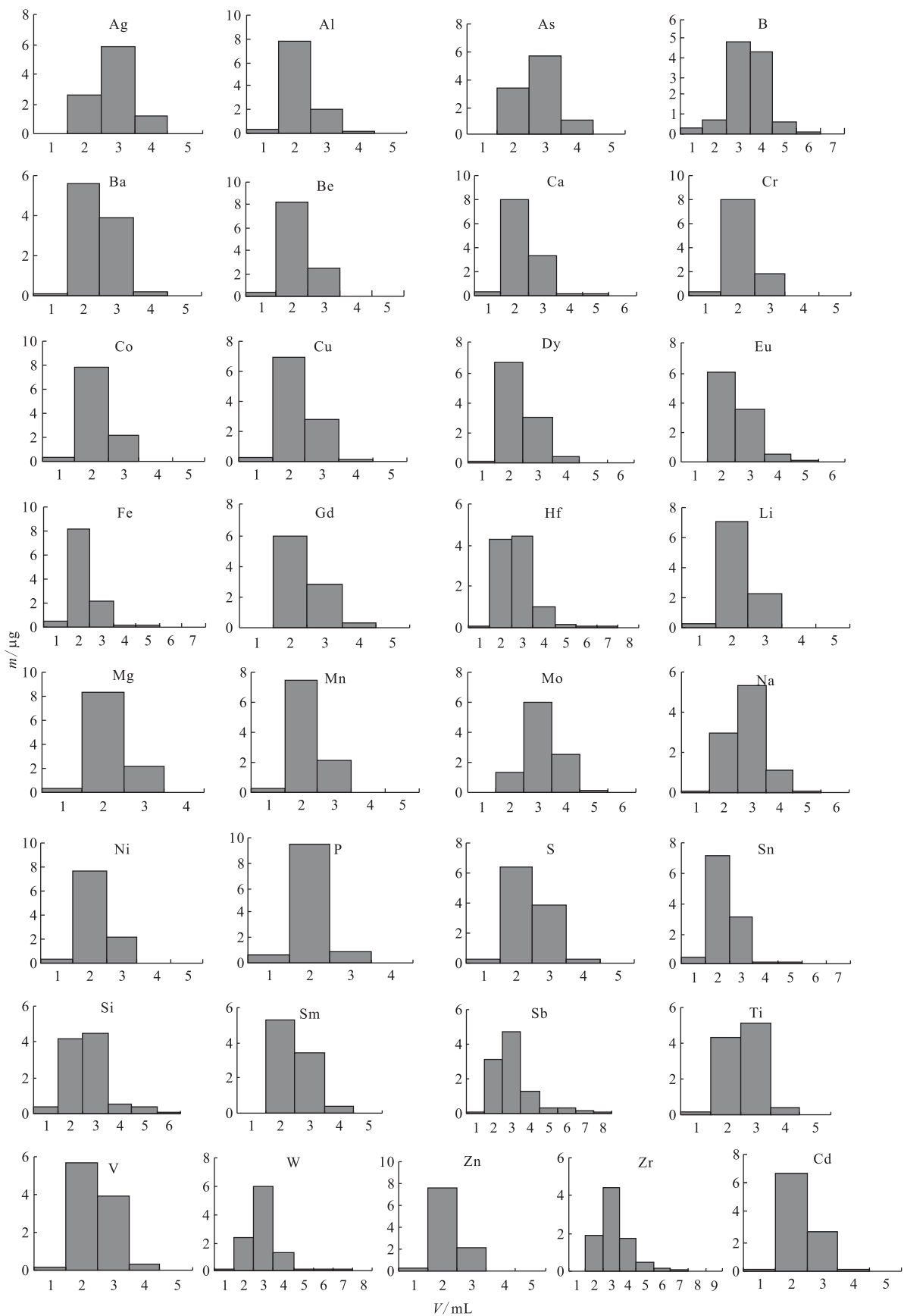


图 2 各元素淋洗曲线图

Fig. 2 Elution curve of each element

2.4 确定各元素检出限

根据选定的仪器参数,将仪器标准化后用空白溶液平行测定 10 次,测量结果显示测量值和标

准偏差 σ ,按 3σ 计算检出限,结果列于表 6。由表 6 可知,除 S 外,其余元素检出限为 $0.048 \sim 9.545 \mu\text{g/g}$ (以 Pu 计)。

表 6 检出限
Table 6 Detection limit

No.	元素 (Elements)	检出限 (Detection limit)		No.	元素 (Elements)	检出限 (Detection limit)	
		$\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	$w(\text{Pu})/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$			$\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	$w(\text{Pu})/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$
1	Ag	0.010 1	1.604	18	Al	0.013 5	2.148
2	As	0.048 5	7.716	19	B	0.003 1	0.493
3	Ba	0.003 7	0.589	20	Be	0.000 3	0.048
4	Ca	0.020 6	3.277	21	Cr	0.008 3	1.320
5	Cd	0.000 8	0.112	22	Cu	0.006 0	0.955
6	Co	0.001 6	0.254	23	Eu	0.001 3	0.207
7	Dy	0.002 5	0.398	24	Gd	0.008 9	1.416
8	Fe	0.043 6	6.936	25	Li	0.002 0	0.318
9	Hf	0.022 3	3.548	26	Mn	0.005 2	0.827
10	Mg	0.001 2	0.191	27	P	0.060 0	9.545
11	Mo	0.005 0	0.795	28	S	0.175 6	27.64
12	Ni	0.003 8	0.604 5	29	Sm	0.035 8	5.695
13	Na	0.040 3	6.661	30	Sb	0.028 8	4.582
14	Si	0.031 8	5.059	31	Ti	0.002 6	0.414
15	Sn	0.019 0	3.023	32	W	0.024 3	3.866
16	V	0.010 1	1.670	33	Zr	0.008 9	1.416
17	Zn	0.002 2	0.350				

2.5 基体 (Pu) 对杂质元素测定的影响

固定各杂质元素质量浓度不变(5 mg/L),依次加入不同量的纯化钚溶液,溶液中钚的含量分别为 $0, 10, 20, 30, 40, 60, 80 \text{ mg/L}$,对待测元素的强度进行测定,然后列出待测元素信背比随基体浓度变化,结果列于表 7。从表 7 可知,当基体(Pu)质量浓度小于 60 mg/L 时,各杂质元素的信背比几乎不变,依据 2.2 节条件实验结果可知, 50 mg PuO_2 样品经过分离后流出液中钚质量浓度为 21 mg/L (表 5),远小于 60 mg/L ,因此,样品经过分离后基体(Pu)浓度不干扰样品中杂质元素的测定。

2.6 重加回收率和精密度实验

取 50 mg PuO_2 样品,根据样品中杂质含量,加入一定量标准,按照确定的实验过程进行样品制备,测定结果以平均结果表示,计算回收率,结

果列于表 8。由表 8 可知,大部分元素的回收率在 $80\% \sim 120\%$,相对标准偏差 s_r 优于 20% ($n=6$)。

3 结 论

(1) 用 HNO_3 -HF 混酸,采用塑衬(聚四氟乙烯)不锈钢高压消解罐,完全溶解了核级 PuO_2 粉末。

(2) 采用聚苯乙烯吡啶强碱性阴离子树脂,在 6 mol/L HNO_3 介质中,有效分离了钚与待测杂质元素,淋洗液中残留钚不影响杂质元素测定。

(3) 选择检出限较高、信背比较差的 9 个典型元素,通过正交试验对仪器功率、雾化气、辅助气、泵速进行优化组合,确定了仪器最佳条件,用 ICP-AES 同时测定了 PuO_2 粉末中 33 种微量杂质元素。对 50 mg PuO_2 样品,大部分元素回收率在 $80\% \sim 120\%$ 之间, s_r 优于 20% ($n=6$)。

表 7 基体(Pu)浓度的影响
Table 7 Influence of the concentrations of the matrix(plutonium)

元素 (Elements)	不同钚质量浓度(mg/L)下的信背比(Ratio of the signal to background in different mass concentration of plutonium (mg/L))						
	0	10	20	30	40	60	80
Ag	60.66	61.75	60.72	62.11	61.97	67.57	61.93
Al	37.75	38.21	38.26	38.45	38.99	39.17	40.24
As	4.22	4.27	4.27	4.32	4.36	4.36	4.48
B	48.10	48.46	48.48	48.28	48.52	49.06	49.93
Ba	1 819.00	1 834.00	1 825.00	1 823.00	1 828.00	1 823.00	1 857.00
Be	2 020.00	2 028.00	2 024.00	2 037.00	2 041.00	2 052.00	2 097.00
Ca	13.39	17.15	18.05	20.07	22.02	27.58	33.08
Cd	52.04	52.12	52.10	52.32	52.29	52.48	53.07
Co	115.50	116.20	115.90	117.30	118.40	118.50	121.30
Cr	29.78	30.20	30.22	30.72	31.20	31.25	32.31
Cu	64.66	65.75	65.72	66.11	65.97	67.57	69.93
Dy	133.70	135.60	136.30	135.70	136.20	137.20	138.80
Eu	608.00	619.80	625.30	623.50	625.50	633.20	643.30
Fe	23.02	23.17	23.17	23.82	24.32	23.90	24.72
Gd	34.95	36.91	37.95	38.40	39.30	41.48	44.53
Hf	27.30	28.15	28.45	28.47	28.40	28.96	29.85
Li	1 081.00	1 090.00	1 082.00	1 075.00	1 076.40	1 066.10	1 091.30
Mg	1 170.00	1 181.00	1 197.00	1 193.00	1 199.00	1 197.00	1 231.00
Mn	103.20	104.20	104.20	105.00	105.70	106.80	109.60
Mo	46.48	46.91	46.95	47.29	47.65	47.81	48.93
Ni	55.49	55.70	55.75	56.60	56.89	57.50	59.13
Na	64.66	65.75	65.72	66.11	65.97	67.57	69.93
P	1.63	1.66	1.67	1.67	1.67	1.71	1.74
S	159.70	168.30	171.20	169.30	171.80	172.00	173.30
Sb	7.73	7.81	7.79	7.91	7.85	8.08	8.33
Si	32.51	36.16	35.87	35.58	36.92	38.86	40.75
Sm	22.63	23.24	23.47	23.50	23.42	23.79	24.43
Sn	4.45	4.50	4.53	4.57	4.47	4.60	4.71
Ti	133.20	134.40	134.40	135.10	134.90	135.80	138.80
V	50.80	51.26	51.20	51.34	51.75	51.72	52.91
W	12.05	12.13	12.18	12.28	12.27	12.65	12.96
Zn	252.80	254.60	254.50	256.60	257.10	259.10	267.20
Zr	156.10	161.60	162.80	161.00	159.00	160.30	165.40

表 8 标准重加回收率实验结果
Table 8 Results of the standard recovery

元素 (Elements)	$\rho_{\text{add}}/$ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	$\bar{\rho}_{\text{sample}}$ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) ($n=6$)	标准加样品测得值 (Value measurement standards and samples)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)							回收率 (Recovery)/ %	$s_r/\%$
			平均值 (Average value)								
			1#	2#	3#	4#	5#	6#			
Ag	1	0.002 7	1.014 4	1.028 8	1.012 5	1.012 8	1.004 4	1.010 4	1.013 9	101.1	1.88
Al	1	-0.180 9	0.749 4	0.979 9	0.843 21	0.735 6	0.903 7	0.864 3	0.846 0	102.7	10.98
As	1	0.183 3	0.974 9	0.922 3	0.992 3	1.065	0.972 3	1.092	1.003 1	82.0	6.32
B	1	0.711 2	1.423	1.486	1.382	1.492	1.467	1.475	1.454 2	74.3	5.78
Ba	1	0.150 8	1.044	1.05	1.135	1.038	1.083	1.168	1.086 3	93.6	4.96
Be	1	-0.007 7	0.890 8	0.900 7	0.912 3	0.938 2	0.890 1	0.903 8	0.906 0	91.4	1.97
Ca	5	22.583 3	27.63	25.26	28.12	29.48	29.05	30.28	28.303 3	114.4	6.24
Cd	5	9.032 1	14.111	13.02	15.21	13.25	15.38	14.82	14.298 5	105.3	7.02
Co	1	-0.007 1	0.891 5	0.918 5	0.924 7	0.907 1	0.934 5	0.961 3	0.922 9	93.0	2.59
Cr	1	0.533 1	1.561	1.385	1.354	1.624	1.558	1.485	1.494 5	96.1	7.15
Cu	1	0.724 8	1.672	1.351	1.843	1.328	1.745	1.426	1.560 8	83.6	14.10
Dy	1	0.082 4	0.971 5	1.02	1.123	0.945 3	0.991 2	0.891 3	0.990 4	90.8	7.91
Eu	1	0.007 1	0.908 8	0.914 1	1.053	0.915 3	0.827 6	0.921 3	0.923 4	91.6	7.86
Fe	1	6.799	7.756	8.185	7.862 1	7.076	8.238	8.043	7.860	100.9	5.42
Gd	2	3.099 3	3.967	8.379	4.265	7.138	9.136	7.254	6.689 8	179.5	31.81
Hf	1	0.067 9	0.842 6	1.095	1.105	0.956 2	0.861 3	0.978 2	0.973 1	90.5	11.45
Li	1	0.016 9	0.862 2	0.836 5	0.862 1	0.978 5	0.914 2	0.813 2	0.877 8	86.1	6.80
Mg	1	0.340 8	1.087	1.046	1.143	1.592	1.241	1.274	1.230 5	88.9	16.04
Mn	1	0.493 8	1.461	1.383	1.561	1.456	1.385	1.652	1.483 0	98.9	7.10
Mo	1	0.092 5	0.967 1	0.955 5	0.975 4	0.981 5	1.135	1.052	1.011 1	91.9	6.88
Ni	1	0.570 9	1.333	1.593	1.462	1.653	1.325	1.354	1.453 3	88.2	9.74
Na	1	0.067 9	0.842 6	1.095	1.105	0.956 2	0.861 3	0.978 2	0.973 1	90.5	11.45
P	4	7.038 7	10.19	9.252	11.28	8.256	9.246	12.56	10.130 7	77.3	15.48
S	10	22.876 7	32.12	32.24	35.12	33.05	36.18	34.23	33.823 3	109.5	4.84
Sb	1	-0.108 3	0.657 1	0.734 5	0.782 3	0.684 2	0.651 3	0.693 5	0.700 5	80.9	7.13
Si	1	0.332 7	1.133	1.319	1.025	0.892 1	0.961 2	0.885 2	1.035 9	70.3	16.08
Sm	1	-0.307 4	0.775 8	0.785 2	0.698 5	0.794 5	0.612 5	0.782 1	0.741 4	104.9	9.73
Sn	1	0.085 3	0.638 2	0.915 6	0.782 1	0.856 3	0.942 6	0.754 2	0.814 8	73.0	13.90
Ti	1	0.068 2	0.961 1	0.950 5	0.984 5	1.023	0.974 5	1.102 5	0.999 4	93.1	5.64
V	1	-0.537 1	0.474 5	0.670 6	0.661 4	0.568 2	0.645 6	0.506 8	0.587 9	112.5	14.31
W	1	-0.053 1	0.644 2	0.783 3	0.795 1	0.562 3	0.726 3	0.633 6	0.690 8	74.4	13.37
Zn	1	0.461 3	1.657	1.716	1.865	2.028	1.532	1.325	1.687 2	122.6	14.63
Zr	1	-0.283 1	0.639 7	0.436 9	0.551 4	0.506 2	0.456 2	0.356 2	0.491 1	77.4	20.01

参考文献:

- [1] 杨掌众, 庞遵哲. EJ/T 1154-2002 核级二氧化钚粉末技术条件[S].
- [2] 罗文宗, 张文清. 钚的分析化学[M]. 北京: 原子能出版社, 1991: 86-88.
- [3] 张朝阳, 马名扬, 苏流坤, 等. ICP-AES 测定高纯铈中

- 11 种杂质元素[J]. 光谱实验室, 2005, 22(1): 45-50.
- [4] ASTM. Test Method for Determination of Impurities in Plutonium: Acid Dissolution, Ion Exchange Matrix Separation, and Inductively Coupled Plasma—Atomic Emission Spectroscopic (ICP/AES) Analysis: ASTM C1432-03[R]. US: ASTM.