

四氟化铀中钍等二十三种杂质元素的测定

罗中艳, 赵立飞, 张倩慈*, 刘桂娇, 王玲, 郝小娟

中国原子能科学研究院放射化学研究所, 北京 102413

摘要: 本工作采用体积比 1 : 1 浓硝酸和过氧化氢 ($\varphi=30\%$) 加热溶解四氟化铀 (UF_4) 后, 再用浓硝酸或浓盐酸反复溶解蒸干, 去除氟离子。在 3 mol/L 硝酸介质中, 采用 $\phi 15\text{ mm} \times 105\text{ mm}$ CL-TBP 萃淋树脂柱分离铀中杂质, 收集第 6—15 mL 淋洗液, 用等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 进行测量。Al 等 22 种元素回收率在 97%~113% 之间, 除 Al、Ca、Ba 和 Bi 外其它元素相对标准偏差在 5% 以内 ($n=5$)。在 6 mol/L 盐酸介质中采用 $\phi 15\text{ mm} \times 105\text{ mm}$ CL-TBP 萃淋树脂柱分离铀中 Th, 进行 ICP-MS 测量。Th 回收率在 91%~94% 之间, 相对标准偏差在 5% 以内 ($n=5$), 分析方法的检测下限为 0.037 $\mu\text{g/g}$ (以 UF_4 计)。

关键词: 四氟化铀; 钍; 杂质; CL-TBP 萃淋树脂; 分析

中图分类号: O657.3 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-9950(2016)05-0296-07

doi: 10.7538/hhx.2016.38.05.0296

Determination of Thorium i. e 23 Trace Elements in UF_4

LUO Zhong-yan, ZHAO Li-fei, ZHANG Qian-ci*, LIU Gui-jiao, WANG Ling, HAO Xiao-juan

China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275(88), Beijing 102413, China

Abstract: A method for determination of thorium i. e 23 trace elements in UF_4 is established. In this work, UF_4 was dissolved by HNO_3 and $\varphi=30\%$ H_2O_2 with a volume ratio 1 : 1, then evaporated to dry repeatedly for the removal of F^- . By using a $\phi 15\text{ mm} \times 105\text{ mm}$ CL-TBP column extraction chromatography, Al i. e 22 trace elements were separated with uranium in 3 mol/L HNO_3 , the sixth to fifteenth mL eluent were collected for determination by ICP-AES. The recovery of these elements is between 97%-113%, and the relative standard deviation (s_r) is better than 5% ($n=5$) unless Al, Ca, Ba and Bi. In 6 mol/L HCl, the uranium was separated by TBP lextred resin chromatography, and the thorium was determined by ICP-MS. The recovery of Th is between 91%-94%, and the s_r is within 5% ($n=5$), and the detection limit of this separation method is 0.037 $\mu\text{g/g}$ UF_4 .

Key words: UF_4 ; thorium; trace elements; CL-TBP extraction resin; analysis

UF_4 是铀精制过程中的最终产品, 也是生产金属铀和 UF_6 的中间产品。随着核电事业的迅猛发展, 对 UF_4 需求量日益增加, 对其产品质量的要求

也相应提高, 需严格控制产品中的杂质含量。

等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 具有灵敏、快速、取样量少和同时测定多种元素等特点, 在

收稿日期: 2015-12-09; 修订日期: 2016-07-18

作者简介: 罗中艳(1972—), 男, 湖北衡阳人, 助理研究员, 分析化学专业

* 通信联系人: 张倩慈(1986—), 女, 河北深州人, 助理研究员, 分析化学专业, E-mail: qczie@163.com

解决铀中杂质分析上是重要的分析手段。但由于铀的多谱线干扰需要提前预处理分离掉大量铀基体。

进行 UF_4 样品中杂质分离,首先需确定 UF_4 的溶解条件,溶样决定着分离结果的好坏。刘虎生等^[1]采用了 25% (质量分数,下同) 碳酸铵和过氧化氢溶解 UF_4 ,再分别用 25% 碳酸铵溶液及不同量的浓硝酸重新溶解,加热蒸干,除去氟离子。吴王锁等^[2]在聚四氟乙烯坩锅中,用 25 mL 8 mol/L 的硝酸溶液分 5 次滴加到 396 mg 的四氟化铀中,再加入 0.5 mL 30% (体积分数,下同) 的过氧化氢,然后蒸至近干去除氟离子。孙国禄等^[3]研究了不同器皿及溶样方法对四氟化铀的溶解效果,用自行设计的新型聚四氟乙烯坩锅溶解高纯四氟化铀可以解决石英、玻璃等器皿易引入杂质元素和铂金坩锅溶样不完全等问题,对 200 mg 四氟化铀样品,先加入 1 mL 稀硝酸(3 mol/L)作底酸,再加入 2 mL 6 mol/L 硝酸溶液和 1.5 mol/L 过氧化氢进行溶解。

UF_4 溶解后,溶解液中铀以 UO_2^{2+} 存在。通过调研铀中杂质分离的文献,针对不同元素选择合适的分离条件^[1-8]。冯凤娣等^[7]选用 5 mol/L 硝酸作为流动相经聚三氟氯乙烯-磷酸三丁酯萃取色层柱除去溶解液中的铀基体,用 ICP-AES 测定了 UF_4 中微量杂质元素,取得了较为满意的结果。刘虎生等^[1]利用 237-季铵萃淋树脂柱,在 6.5 mol/L 硝酸介质中将铀吸附在树脂上,杂质洗脱后,收集流出液,采用 ICP 直读光谱仪测定流出液中 Cr、Fe、Mo、Ni 和 Ti。吴王锁等^[2]采用磷酸三丁酯-二甲苯萃取分离了 UF_4 溶解液中 Al、Mg 等 18 种杂质元素,精密度小于 20%,回收率为 96.1%~111%。

本工作采用 CL-TBP 萃淋树脂分离铀中杂质,Al、Bi、Ca、Cd、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Sn、V、Zn、Ta、Ti、W、Zr、Ba、Be 在 3 mol/L 硝酸介质分离后采用 ICP-AES 测量,Th 在 6 mol/L 介质中被分离,采用 ICP-MS 测定。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

IRIS Intrepid II 型 ICP-AES 光谱仪,美国 Thermo 公司; NexION 300Q 型 ICP-MS,美国 PE 公司; XPE250 分析天平,感量 0.01 mg,瑞士 Mettler Toledo 公司。

浓硝酸,微电子纯,北京化工厂;浓盐酸,优级纯,国药集团;30% 过氧化氢,优级纯,国药集团; UF_4 ,中核四〇四有限公司;100 mg/L Ta、Ti、W、Zr 混合标准物质溶液,GNM-M04836-2013,国家有色金属及电子材料分析测试中心;100 mg/L Al、Ba、Be、Bi、Ca、Cd、Cr、Cu、Fe、Mg、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Sn、V、Zn 混合标准物质溶液,GNM-M18837-2013,国家有色金属及电子材料分析测试中心;100 mg/L Th 标准物质溶液,GBW(E) 080174,核工业北京化工冶金研究院;所用试剂除特殊说明外,均为符合国家标准优级纯试剂,所用水为 18 M Ω 去离子水。

CL-TBP 萃淋树脂,核工业北京化工冶金研究院。色层柱,塑料材质,内径为 15 mm,树脂填充高度约 105 mm。

1.2 试样溶解

本工作没有采用微波消解溶样,原因是微波溶样需要约 10 mL 溶解液对样品进行溶解,且对样品完全溶解后需要将液体转移到烧杯中蒸干,同时多次冲洗溶解罐会产生较大体积的冲洗液,导致最终需要蒸干的溶液体积很大,蒸干的过程不能采用较高的温度防止蒸汽将微量杂质带走。

本工作首先参照吴王锁等^[2]的溶样方法,称取约 0.30 g 四氟化铀置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 浓硝酸、1.50 mL 30% 过氧化氢进行溶解,加热板电压 160 V,在加热溶液的过程中,溶液逐渐减少,可是未溶物还有很多,反复多次加入浓硝酸,依然很难溶解,需再次加入过氧化氢,而随着过氧化氢的加入,溶液会产生大量的气泡,反应剧烈,待四氟化铀样品完全溶解时,加入浓硝酸的总量约 30 mL,过氧化氢总量约 5 mL,整个溶样过程始终需要有人观察。

由于此次 UF_4 样品杂质含量较低,需称取 300 mg 左右样品。通过多次试验,本工作选定最佳 UF_4 溶解条件:首先沿杯壁缓缓加入少量体积比 1:1 的硝酸溶液将试样润湿后,加入 5 mL 浓硝酸和 5 mL 过氧化氢于聚四氟乙烯烧杯中加热溶解,该过程持续 3 h 左右,若最后烧杯内仍有少量未溶解颗粒,补加几滴过氧化氢后可迅速溶解完全,之后在 160 V 电压下蒸至近干,冷却至室温,加入 2 mL 浓硝酸溶液溶解,120 V 电压下蒸至近干,冷却至室温后重复两次加入 1 mL 浓硝酸,蒸至近干,冷却后加入 1 mL 3 mol/L 硝酸或 6 mol/L 盐

酸溶解完全,待用。

1.3 元素分离分析

本工作首先用 3 mol/L 硝酸配制了浓度为 10 mg/L 的 Al 等 22 种元素的混合标准溶液。75 mL 3 mol/L 硝酸溶液平衡色层柱,然后取 1 mL 混合标准溶液上柱,用 3 mol/L 硝酸溶液进行淋洗,流速控制在 1~1.5 mL/min。每 1 mL 流出液接于离心管中,共接取 17 mL,稀释 5 倍后进行 ICP-AES 测定,绘制淋洗曲线。

在 6 mol/L 盐酸介质中将 Th 标准溶液稀释为 10 mg/L,75 mL 6 mol/L 盐酸溶液平衡色层柱,取 1 mL 10 mg/L Th 标准溶液上柱,6 mol/L 盐酸溶液进行淋洗,流速控制在 1~1.5 mL/min。每 1 mL 流出液接于离心管中,共接取 17 mL,稀释 5 倍后采用 ICP-MS 进行测定,得到 Th 的淋洗曲线。

每次分离前,首先用 75 mL 酸平衡色层柱,再将待分离样品上柱,分离完成后用 40 mL 去离子水将柱子洗干净,以备下次使用。分离后的样品分别采用 ICP-AES 和 ICP-MS 进行测定。

2 结果与讨论

2.1 Al 等 22 种杂质的分析结果

2.1.1 淋洗曲线 Al 等元素的淋洗曲线示于图 1—4。由图 1—4 可以看出,采用 3 mol/L 硝酸作为淋洗液,Bi 元素从第 10 mL 开始流出,Pb 和 Sb 有些拖尾,其余元素均从第 6 mL 开始流出,集中在 6—12 mL,因此本实验拟从第 6 mL 开始用 10 mL 容量瓶接取淋洗液至接近刻度线时停止,用 3 mol/L 硝酸定容至刻度线。

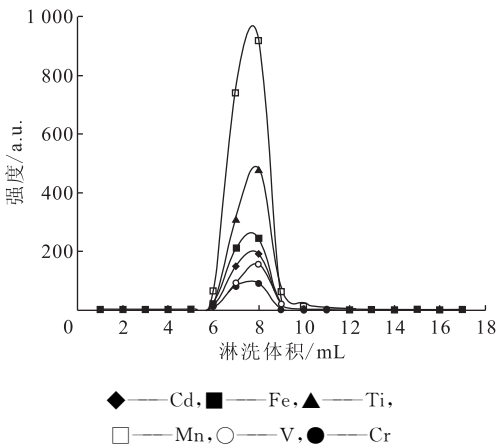


图 1 Cd、Fe、Ti、Mn、V、Cr 淋洗曲线
Fig. 1 Elution curves of Cd, Fe, Ti, Mn, V and Cr

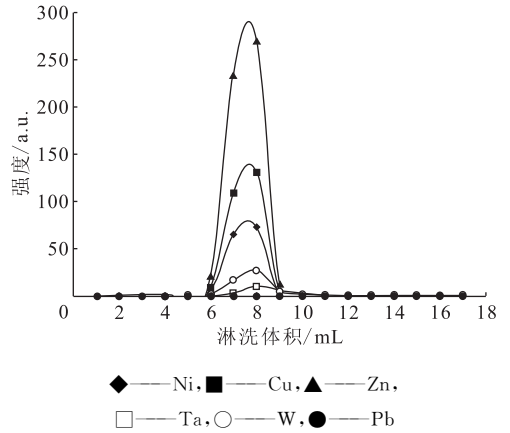


图 2 Ni、Cu、Zn、Ta、W、Pb 淋洗曲线
Fig. 2 Elution curves of Ni, Cu, Zn, Ta, W and Pb

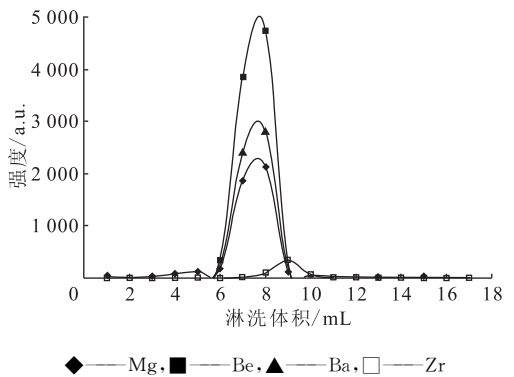


图 3 Mg、Be、Ba、Zr 淋洗曲线
Fig. 3 Elution curves of Mg, Be, Ba and Zr

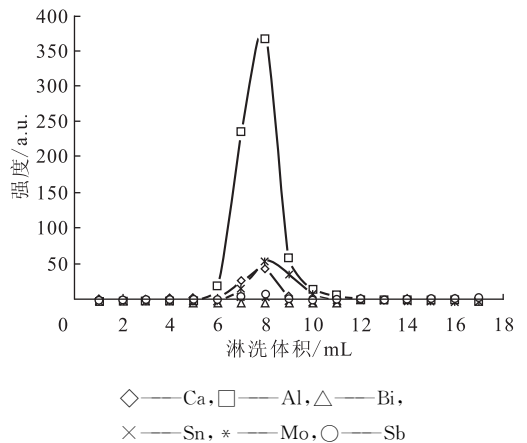


图 4 Al、Ca、Bi、Mo、Sn、Sb 淋洗曲线
Fig. 4 Elution curves of Al, Ca, Bi, Mo, Sn and Sb

2.1.2 回收率 取 1 mL 10 mg/L 混合标准溶液上柱,用 3 mol/L 硝酸溶液进行淋洗,流速控制在 1~1.5 mL/min,用 10 mL 容量瓶接取淋洗液,定容,5 次平行实验,ICP-AES 测定,计算各元素回收率,结果列于表 1。由表 1 可以看出,各元

表 1 平行实验回收率
Table 1 Recovery of parallel experiments

元素	回收率/%						平均值	$s_r/\%$
	1	2	3	4	5			
Ca	85	91	121	150	119	113	20.7	
Mg	101	100	98	105	101	101	2.1	
Fe	98	100	95	98	93	97	2.4	
Be	109	109	110	107	108	109	0.8	
Ti	106	107	108	107	107	107	0.7	
V	106	106	108	106	105	106	0.7	
Cr	105	103	104	100	101	103	1.6	
Mn	105	105	105	102	104	104	1.2	
Ni	106	107	106	103	104	105	1.4	
Cu	109	109	111	110	110	110	0.6	
Zn	105	109	111	106	106	108	1.9	
Zr	105	105	107	107	106	106	0.7	
Mo	100	98	99	98	100	99	0.9	
Cd	107	109	108	105	106	107	1.1	
Sn	101	102	102	94	95	99	3.8	
Sb	105	105	108	100	106	105	2.4	
Ba	113	95	95	105	95	101	7.3	
Ta	101	106	108	95	101	102	4.4	
W	100	102	105	101	102	102	1.7	
Pb	103	106	107	97	105	104	3.6	
Bi	88	115	119	99	99	104	11.2	
Al	108	94	87	103	91	97	8.1	

素回收率在 97%~113% 之间,除 Al、Ca、Ba 和 Bi 外,其余元素回收率的相对标准偏差均在 5% 以内 ($n=5$)。因此,采用塑料色层柱,装柱 105 mm,弃去前 5 mL 溶液,用 10 mL 容量瓶接第 6—15 mL 淋洗液的方法是可行的,得到的结果满意,样品溶解后可用该方法分离铀基体,收取淋洗液,测定其中杂质含量。

2.1.3 铀中杂质元素的分析 用 3 mol/L 硝酸平衡色层柱后,将溶解后的 UF_4 样品上柱,控制流速在 1.5 mL/min 以内,弃去前 5 mL,用 10 mL

容量瓶接淋洗液后定容。用 40 mL 去离子水洗脱柱上吸附的铀,接到烧杯内回收再利用,本工作对两个不同杂质水平的 UF_4 样品(A 样品和 B 样品)进行分离,ICP-AES 测定淋洗液中各杂质元素含量,计算样品中元素含量,结果列于表 2 和表 3。由于 Cd、Be、Bi 等元素含量低于仪器检出限,因此只列出三组数据。在溶样的同时,进行三组全程空白样品。将全流程空白样品测定值偏差的 3 倍乘以溶液总体积,除以 UF_4 称样量平均值得到本分析方法各杂质元素的测定下限,结果列于表 4。

表 2 A 样品中各杂质元素含量
Table 2 Content of trace elements in sample A

元素	$w/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}, \text{以 } UF_4 \text{ 计})$							平均值
	1	2	3	4	5	6	7	
Al	1.71	2.30	1.43	2.51	3.62	1.78	2.78	2.30
Ca	-17.7	-7.54	-10.7	28.0	30.5	-11.2	28.5	5.71
Cr	1.43	1.51	1.60	1.56	1.50	1.49	1.62	1.53
Cu	0.33	0.35	0.31	0.30	0.30	0.34	0.32	0.32
Fe	17.7	19.1	16.2	16.8	16.8	16.2	21.1	17.7
Mg	0.46	0.65	0.19	0.53	0.73	0.11	0.62	0.47
Mn	0.21	0.21	0.18	0.21	0.21	0.18	0.22	0.20

续表 2

元素	$w/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}, \text{以 UF}_4 \text{ 计})$							平均值
	1	2	3	4	5	6	7	
Mo	0.19	0.19	0.19	0.19	0.18	0.22	0.18	0.19
Ni	1.60	1.35	1.37	1.38	1.43	1.31	1.15	1.37
Pb	-0.01	0.07	0.11	0.14	0.03	0.10	0.14	0.08
Zn	0.86	0.89	1.05	3.24	3.01	0.20	3.06	1.76
Zr	0.10	0.11	0.089	0.094	0.093	0.10	0.084	0.095
Ba	0.076			0.135	0.089		0.071	0.093
Be	-0.001			0.000	0.001		0.000	0.000
Bi	-0.033			-0.043	-0.015		-0.020	-0.028
Cd	0.003			0.010	0.005		0.024	0.010
Sb	0.141			0.027	0.049		0.083	0.075
Sn	0.015			0.012	0.039		0.014	0.020
Ti	0.11			0.16	0.17		0.25	0.17
V	0.013			0.012	0.016		0.013	0.013
W	0.046			-0.005 4	0.020		0.011	0.018
Ta	-0.029			-0.018	0.246		-0.015	0.046

表 3 B 样品中各杂质元素含量

Table 3 Content of trace elements in sample B

元素	$w/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}, \text{以 UF}_4 \text{ 计})$							平均值
	1	2	3	4	5	6	7	
Al	39.3	8.6	10.9	19.5	10.5	13.8	14.1	16.7
Ba	0.52	0.42	0.50	0.46	0.46	0.69	0.51	0.51
Ca	119.5	106.6	108.8	111.0	106.8	120.8	108.9	111.8
Cr	6.65	6.39	6.99	6.44	6.30	6.39	6.40	6.51
Fe	23.0	23.0	26.6	22.2	24.2	24.4	27.8	24.5
Mg	5.93	5.29	5.22	5.64	5.41	5.81	5.51	5.54
Mn	0.73	0.49	0.51	0.55	0.49	0.54	0.58	0.55
Mo	1.30	1.26	1.27	1.27	1.26	1.27	1.28	1.27
Ni	28.7	29.7	37.8	29.0	29.1	29.2	30.9	30.6
Pb	0.48	-0.002 8	0.11	0.17	0.051	0.087	0.082	0.14
Ti	1.12	1.17	1.25	1.18	1.14	1.24	1.25	1.19
Zn	0.65	0.20	0.34	0.49	0.36	0.59	2.08	0.67
Zr	2.25	2.23	2.18	2.21	2.16	2.10	2.15	2.18
Be			-0.005 43		-0.000 96	0.000 32		-0.002 0
Bi			-0.041		0.033	0.071		0.021
Cd			0.003 2		0.001 0	0.002 9		0.002 4
Cu			0.10		0.18	0.20		0.16
Sb			0.15		0.14	0.12		0.14
Sn			-0.012		-0.015	-0.023		-0.016
Ta			-0.073		-0.073	-0.074		-0.073
V			-0.012		-0.002 6	0.002 6		-0.004 1
W			0.050		0.036	0.047		0.044

表 4 分析方法检测下限

Table 4 Detection limit of this analytical method

元素	检测下限/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}, \text{以 UF}_4 \text{ 计})$
Al	4.45
Ba	0.20
Ca	51.3
Cr	0.26
Fe	1.85
Mg	1.20
Mn	0.20
Mo	0.008 5
Ni	0.57
Pb	0.34
Ti	0.032
Zn	5.71
Zr	0.022
Be	0.003 8
Bi	0.061
Cd	0.031
Cu	0.079
Sb	0.097
Sn	0.10
Ta	0.15
V	0.014
W	0.033

2.2 Th 的分析

2.2.1 淋洗曲线的绘制 由于 Th^{4+} 不同于以上 22 种杂质,其在 3 mol/L 硝酸介质中在 TBP 萃淋树脂上有一定保留,回收率低。而在 6 mol/L 盐酸介质中,铀仍在 TBP 树脂上吸附, Th^{4+} 在树脂上不吸附,随 6 mol/L 盐酸淋洗液流出。采用上述尺寸色层柱,6 mol/L 盐酸溶液平衡,取 1 mL 混合标准溶液上柱,用 6 mol/L 盐酸溶液进行淋洗,流速控制在 1~1.5 mL/min。每 1 mL 流出液接于离心管中,稀释 5 倍后进行 ICP-MS 测定,绘制淋洗曲线,结果示于图 5。从图 5 可以看出,以 6 mol/L 盐酸作为淋洗液时,Th 集中在第 7 mL 到第 10 mL 流出,因此在对铀中 Th 元素分离时,用 10 mL 容量瓶从第 6 mL 开始接淋洗液,快到 10 mL 刻度线时,用 6 mol/L 盐酸定容。

2.2.2 回收率 6 mol/L 硝酸溶液平衡色层柱后,取 1 mL 10 mg/L 标准溶液上柱,用 6 mol/L 盐酸溶液进行淋洗,流速控制在 1~1.5 mL/min,用 10 mL 容量瓶接取淋洗液,定容,5 次平行实验,ICP-MS 测定,通过计算,得到 Th 元素回收率在 91%~94% 之间,相对标准偏差为 1.74% ($n=5$)。

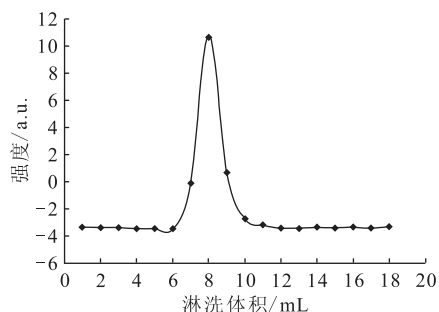


图 5 Th 的淋洗曲线

Fig. 5 Elution curve of thorium

2.2.3 铀中钍的分析 将 6 mol/L 盐酸溶解后的 UF_4 样品加到平衡过的色层柱顶端,采用 6 mol/L 盐酸淋洗,控制流速在 1.5 mL/min 以内,弃去前 5 mL,用 10 mL 石英容量瓶接收淋洗液,定容。用 40 mL 去离子水洗脱柱上吸附的铀,接到烧杯内回收再利用,ICP-MS 测定淋洗液 Th 元素含量,计算样品中 Th 含量,结果列于表 5。在开始溶样的同时,准备 3 个干净的聚四氟乙烯烧杯,除不加入 UF_4 样品外,其它步骤均按照溶样过程加入试剂,在同样条件下作为全流程空白,将全流程空白样品测定值标准偏差的 3 倍乘以溶液总体积,除以 UF_4 称样量平均值得到 Th 的分析下限为 0.037 $\mu\text{g/g}$ (以 UF_4 计)。

由于本工作没有 UF_4 标准物质,所以无法讨论分析方法的准确性和精密度。但是进行了 13 个实验室间的盲样比对工作,按照 GB/T 27043—2012^[9] 对参加比对实验的各实验室测量结果进行了评估。根据 GB/T 27043—2012 的评价标准,对本工作的数据进行评价,本工作报出的有效数据是 38 个,其中有 5 个数据结果“不满意”,其余数据结果均“满意”。针对“不满意”数据,进行自查,分析原因是由于本工作在普通实验室中完成,未在洁净实验室中操作,对环境本底的控制可能有欠缺。因此,对于以后进行 UF_4 或者其它铀化合物中杂质的分析时,必须严格控制环境本底及

表 5 样品中 Th 含量
Table 5 Content of Th in the samples

样品	$w(\text{Th})/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}, \text{以 } \text{UF}_4 \text{ 计})$						平均值
	1	2	3	4	5	6	
A	2.72	2.70	2.58	2.58	2.77	2.59	2.66
B	1.46	1.41	1.38	1.39	1.47	1.49	1.43

所用试剂材料的纯度,避免因环境问题带来的测量误差。

3 结 论

(1) 经多次试验, UF_4 的最佳溶解条件是,首先沿杯壁缓缓加入少量体积比为 1:1 的硝酸溶液将试样润湿后,加入 5 mL 浓硝酸和 5 mL 过氧化氢于聚四氟乙烯烧杯中溶解,再反复溶解蒸干,去除氟离子。

(2) 本工作采用 $\phi 15 \text{ mm} \times 105 \text{ mm}$ CL-TBP 萃淋树脂柱分离铀中杂质,在 3 mol/L 硝酸介质中上柱,之后用该介质酸进行淋洗,收集第 6~16 mL 淋洗液,进行 ICP-AES 测量。采用本方法分离测定了两个 UF_4 样品中 Al 等 22 种元素,回收率在 97%~113% 之间,除 Al、Ca、Ba 和 Bi 外,其他元素相对标准偏差优于 5% ($n=5$)。

(3) 采用 $\phi 15 \text{ mm} \times 105 \text{ mm}$ CL-TBP 萃淋树脂柱分离铀中 Th,在 6 mol/L 盐酸介质中上柱,之后用该介质酸进行淋洗,铀吸附在萃淋树脂柱上,Th 元素流出,收集流出液,进行 ICP-MS 测量。Th 回收率在 91%~94% 之间,相对标准偏差在 5% 以内 ($n=5$),分析方法检测下限为 $0.037 \mu\text{g/g}$ (以 UF_4 计)。

参考文献:

- [1] 刘虎生,李军. ICP-AES 法测定四氟化铀标准物质中 Cr、Fe、Mo、Ni 和 Ti[J]. 铀矿冶,1996, 15(4): 268-271.
- [2] 吴王锁,陈励权,许君政. 萃取分离-化学光谱法测定 UF_4 中 18 种微量杂质元素[J]. 原子能科学技术, 1997,31(3):199-203.
- [3] 孙国禄,高小龙,廖天禄. 四氟化铀溶样方法的研究[J]. 铀矿冶,2009,28(2):110-112.
- [4] 谢树军,向秋芬,刘运岗. EJ/T 1102-1999 天然二氧化铀中银等二十四种杂质元素的测定: ICP-AES 法[S]. 北京:原子能出版社,1999.
- [5] 关景素,高炳华,王维华,等. 萃取色层分离-水平式 ICP-AES 法测定 U_3O_8 中 Hf, Zr, Sc, Th, Ag[J]. 原子能科学技术,1991,25(6):1-7.
- [6] 费浩,王树安,廖志梅,等. 八氧化三铀中锆的测定[J]. 光谱实验室,2008,25(5):784-787.
- [7] 冯凤娣,方名均,钱军,等. ICP-AES 法测定 UF_4 中微量杂质元素[J]. 理化检验:化学分册,1969,3:142-143.
- [8] 关景素,杨晓进,高炳华,等. 铀化合物中微量钽的萃取色层分离-ICP/AES 测定[J]. 原子能科学技术,1993, 27(1):42-47.
- [9] 翟培军,田玲,葛曼丽,等. GB/T 27043—2012/ISO/IEC 1703:2010 合格评定能力验证的通用要求[S]. 北京:中国标准出版社,2012.