

PAX-2 阴离子交换树脂分离测量 水泥固化体浸出液中的⁵⁵Fe

马莉娜,宋丽娟,戴雄新*

中国辐射防护研究院,山西 太原 030006

摘要:建立了放射性废物水泥固化体浸出液中⁵⁵Fe的分析测量方法。先用NaOH共沉淀水泥固化体中的⁵⁵Fe,再用PAX-2阴离子交换树脂分离纯化,纯化后的⁵⁵Fe用液体闪烁计数器测量。讨论了PAX-2树脂的最优纯化条件,选择了10.0 mol/L和6.0 mol/L HCl淋洗树脂去除干扰元素。此外,在上述条件下,⁵⁵Fe的干扰元素Ni,Mn,Cr的去污因子高于10 000,Co和Zn的去污因子分别可达769和629。采用一系列水泥浸出液样品标记比活度为16~39 Bq/g的标准⁵⁵Fe及空白样品进行验证,结果表明:⁵⁵Fe的平均回收率为76%±2%,测量1 h的最低探测限为0.018 Bq/g。

关键词:⁵⁵Fe;PAX-2阴离子交换树脂;水泥固化体浸出液;液体闪烁计数器(LSC)

中图分类号:O658.13 **文献标志码:**A **文章编号:**0253-9950(2021)01-0081-06

doi:10.7538/hhx.2020.YX.2019063

Determination of ⁵⁵Fe in Leaching Solution of Cement Solidification Using PAX-2 Anion Exchange Resin

MA Li-na, SONG Li-juan, DAI Xiong-xin*

China Institute for Radiation Protection, Taiyuan 030006, China

Abstract: A method for determination of ⁵⁵Fe in leaching solution of cement solidification using PAX-2 anion exchange resin was developed. In this work, ⁵⁵Fe was first precipitated in the form of hydroxide and subsequently purified by PAX-2 anion exchange resin. After the purification, ⁵⁵Fe was determined by liquid scintillation counter(LSC). The optimal purification condition of PAX-2 anion resin was discussed, and 10.0 mol/L, 6.0 mol/L HCl were chosen. In addition, the decontamination factors for ⁵⁵Fe with Ni, Mn and Cr are higher than 10 000, while the decontamination factors of Co and Zn are 769 and 629, respectively. The performance of the method was examined using a series of the leaching solution samples spiked with various specific activities of ⁵⁵Fe ranging from 16-39 Bq/g, along with the procedural blanks. The mean chemical recovery of ⁵⁵Fe is 76%±2%. The minimum detectable

收稿日期:2019-07-20;修订日期:2019-09-06

作者简介:马莉娜(1985—),女,甘肃平凉人,硕士,助理研究员,从事低水平放射性核素分析测量研究,E-mail: applemalina@126.com

*通信联系人:戴雄新(1971—),男,新疆乌鲁木齐人,博士,研究员,从事低水平放射性核素分析测量研究,E-mail: daixx@yahoo.com

specific activity is determined to be 0.018 Bq/g for ^{55}Fe in leaching solution samples with a counting time of 1 h.

Key words: ^{55}Fe ; PAX-2 anion exchange resin; cement solidification leaching solution; LSC

^{55}Fe 是核设施运行过程中产生的重要腐蚀活性产物,是低、中放废物中人工放射性核素的重要来源。由于水泥固化技术具有工艺简单、固化体性能稳定等特点,成为我国处理低、中放废物的主要技术^[1]。测量水泥固化体浸出液中放射性核素的含量,是评价水泥固化体中放射性核素的释放行为以及低、中放废物是否满足处置要求的必要条件。目前对水泥固化体浸出液中放射性核素的研究主要集中在 ^{90}Sr 、 ^{137}Cs 等核素,尚未开展对 ^{55}Fe 的测量,水泥固化体浸出液项参数存在缺项。因此,急需建立一种测量水泥固化体浸出液中 ^{55}Fe 的分析测量方法。

^{55}Fe 是由钢铁中稳定的 ^{54}Fe 、 ^{58}Fe 经中子活化产生。 ^{55}Fe 通过电子捕获发射俄歇电子放出低能X射线(5.89 keV)衰变为稳定 ^{55}Mn ,其半衰期为2.7 a^[2-4]。 ^{55}Fe 在测量前必须与钢铁中有可能被中子活化的Ni、Co、Mn、Zn、Cr等干扰元素完全分离,避免液体闪烁计数(LSC)测量时产生干扰 ^{55}Fe 的信号。对 ^{55}Fe 的化学分离主要有溶剂萃取、TRU树脂和阴离子交换树脂等方法。溶剂萃取法对 Fe^{3+} 的选择性差,TRU树脂法容量小,而阴离子交换树脂法选择性高、容量大,是化学分离 ^{55}Fe 的最优选择^[3-7]。阴离子交换树脂分离 ^{55}Fe 的原理如下^[8-9]:(1) HCl和金属离子形成阴离子配合物: $\text{M}^{n+} + x\text{Cl}^- = \text{MCl}_x^{n-x}$;(2)阴离子配合物与PAX-2树脂上的 Cl^- 交换保留在树脂上: $[\text{MCl}_x]^{n-x} + z\text{Cl}^- \rightleftharpoons [\text{MCl}_x]^{n-x} + z\text{Cl}^-$ 。根据金属离子和 Cl^- 形成的配合物在PAX-2阴离子交换树脂上保留能力的差异,选用适宜浓度的HCl,可以将 ^{55}Fe 从干扰核素中分离出来。宋丽娟等^[2]用2 mL的阴离子交换树脂柱,装载进口阴离子树脂AGMP-1,对液体样品中的 ^{55}Fe 及 ^{63}Ni 进行联合分离测量,分离一个样品需要体积大于70 mL的浓HCl,且淋洗时间久,导致分析测试成本高,产生的二次废物多。本工作拟建立水泥浸出液中测量 ^{55}Fe 的新方法,研究干扰元素及 Fe^{3+} 在PAX-2树脂柱上的吸附行为,得到分离 ^{55}Fe 的最优条件。先用NaOH共沉淀富集 ^{55}Fe ,然后采用国产PAX-2阴离子树脂装载于1 mL的塑料树脂柱中分离 ^{55}Fe ,最后用液体闪烁计数器(LSC)三

双符合比法(TDCR)测量 ^{55}Fe 的活度。

1 实验部分

1.1 试剂及仪器

PAX-2阴离子交换树脂(0.074~0.165 mm,交联度为8%); ^{55}Fe 标准溶液的比活度为59 kBq/g,美国国家标准技术研究所(NIST);Fe、Ni、Zn、Cr、Co、Mn单元素标准溶液,1 g/L,国家有色金属及电子材料分析测试中心;浓HCl、六水合氯化铁均为市售分析纯。

Hidex-300SL液体闪烁计数器(LSC),芬兰Hidex公司;Prodigy电感耦合原子发射光谱仪(ICP-AES),美国利曼公司;UV-1800分光光度计(UV-vis),上海美谱达;Milli-Q Reference超纯水机系统,美国默克公司;Hisafe闪烁液,美国PerkinElmer公司;XS-204分析天平,精度为0.1 mg,美国梅特勒公司。

1.2 金属离子在PAX-2树脂柱上分配系数的测量

将完全烘干的PAX-2树脂0.27 g用高纯水浸泡后装入高10 cm、内径为0.36 cm的聚乙烯树脂柱。准备8个上述树脂柱,树脂柱分别用5 mL 0.01、0.10、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00和10.00 mol/L的HCl预处理。配制混合标准溶液8份,其中Fe、Ni、Zn、Cr、Co、Mn的质量浓度均为25 mg/L,取混合标准溶液20 mL加入预处理的树脂柱,再用20 mL同样浓度HCl淋洗树脂柱,过柱液和淋洗液合并收集后,用ICP-AES测量8组HCl溶液中金属离子浓度。

1.3 分析流程

分析流程示于图1。水泥浸出液样品中加入稳定铁示踪剂后,用NaOH形成氢氧化物共沉淀,富集样品中的 ^{55}Fe ,样品中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子同时与NaOH反应生成 M(OH)_x ,随 Fe(OH)_3 一起沉淀。沉淀用10 mL 10.0 mol/L HCl溶解后,通过PAX-2阴离子交换树脂,分别用20 mL 10.0 mol/L及2 mL 6.0 mol/L HCl淋洗树脂柱,最后用2 mL 0.1 mol/L HCl将 Fe^{3+} 洗脱至20 mL液闪瓶中。取洗脱液30 μL 用紫外分光光度计测量回收率。用液体闪烁计数器测量剩余样品中 ^{55}Fe 活度。

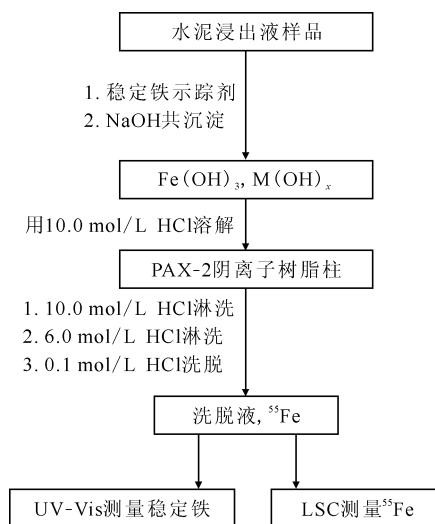
图 1 水泥固化体浸出液中⁵⁵Fe分析流程图

Fig. 1 Flow diagram of radioanalytical procedure for sequential determination of ⁵⁵Fe in leaching solution

1.4 样品制备

取 2 g 水泥固化体样品,加入浓盐酸、浓高氯酸和浓硝酸的混酸(体积比为 1 : 1 : 1),在电热板上 160 °C 加热,酸液快蒸干时,补充酸液,持续加热至样品溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用高纯水定容,再将其稀释 15 倍,测得 pH≈1,待用。称量 0.290 4 g FeCl₃ · 6H₂O 至 20 mL PE 闪烁瓶中,加入 0.1 mol/L HCl 配制成 3 mg/g 的 Fe³⁺ 溶液,待用。在 50 mL 离心瓶中加入 20 mL 水泥浸出液样品,再加入 3 mg 用 FeCl₃ · H₂O 配制的稳定 Fe³⁺ 示踪剂。

1.5 化学分离

1.5.1 NaOH 用量的确定 根据 Fe(OH)₃ 的溶度积常数: $K_{sp} = c(\text{Fe}^{3+})c^3(\text{OH}^-) = 2.64 \times 10^{-39}$, 样品中示踪剂浓度 $c(\text{Fe}^{3+}) = 2.2 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ 计算得到 $c(\text{OH}^-) = 1.1 \times 10^{-12} \text{ mol/L}$, 即 pH>2.0 时,Fe(OH)₃ 沉淀即可达到平衡; 当 $c(\text{OH}^-) > 10 \text{ mol/L}$ 时,可能会与 Fe³⁺ 形成可溶的 Fe(OH)₄⁻,降低 Fe 的回收率^[4]。水泥浸出液样品中 Ca²⁺、Si⁴⁺、Al³⁺ 等离子含量较高会消耗部分 OH⁻,为了提高⁵⁵Fe 的回收率,选择 2 mol/L 的 NaOH 体系作为反应条件。

1.5.2 化学分离过程 配制 4 mol/L 的 NaOH 溶液,取 20 mL 加入 1.4 节所述离心瓶中,形成 2 mol/L 的 NaOH 体系,产生沉淀,待离心瓶内温度降至室温后,盖上离心瓶盖,用振荡器振荡 3 h,

保证 Fe³⁺ 完全沉淀,离心 5 min,弃去上清液,加 10 mL 高纯水洗涤沉淀后,再次离心,弃去上清液。沉淀用 10 mL 10.0 mol/L HCl 溶解。将完全烘干的 PAX-2 树脂 0.27 g 用高纯水浸泡后装入高 10 cm、内径为 0.36 cm($\approx 1 \text{ mL}$)的聚乙烯树脂柱。将树脂柱安装在真空箱上,用 5 mL 10.0 mol/L HCl 预处理。用流速调节阀和真空泵控制样品流速,将离心瓶中的样品以 2 mL/min 的流速通过树脂柱,再用 5 mL 10.0 mol/L HCl 洗涤离心瓶,洗液一起通过树脂柱,然后分别用 20 mL 10.0 mol/L 及 2 mL 6.0 mol/L HCl 淋洗树脂柱,流速分别控制为 1 mL/min 及 0.5 mL/min,随后用 2 mL 0.1 mol/L HCl 以 1 mL/min 的流速将 Fe³⁺ 洗脱至 20 mL 液闪瓶中。

1.6 稳定 Fe 回收率的测定

配制 400 $\mu\text{g/g}$ 的 Fe 标准溶液,取 75、100、175、250、325、400 μL 上述 Fe 标准溶液,分别加入 30 μL 2.0 mol/L HCl、20 mL 高纯水和 0.2 mL 20% (m/V) 的硫氰化钾溶液,摇晃均匀,放置 15 min 后,用紫外分光光度计在 485 nm 测量其吸光度,绘制标准曲线示于图 2。从树脂柱上洗脱出的实际样品中取 30 μL 加入 20 mL 液闪瓶中,然后加入 30 μL 2.0 mol/L HCl、20 mL 高纯水和 0.2 mL 20% 的硫氰化钾溶液,在 485 nm 测量 Fe 的吸光度(A),根据标准曲线计算 Fe 的化学回收率。

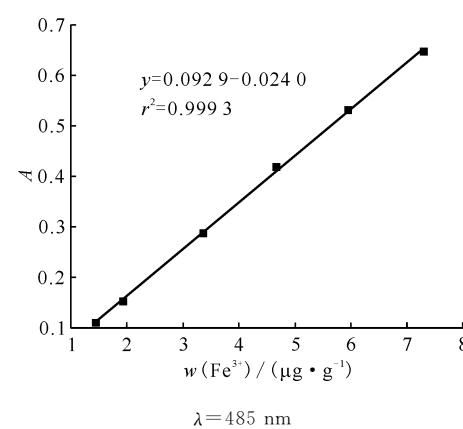


图 2 UV-Vis 测量 Fe 标准溶液的标准曲线

Fig. 2 Standard curve of Fe standard solution by UV-Vis

1.7 液闪测量⁵⁵Fe

⁵⁵Fe 洗脱液与闪烁液混合后由液体闪烁计数器测量⁵⁵Fe 的活度。样品中 Fe³⁺ 会引起颜色淬灭导致测量效率极低。因此,样品中加入 0.6 mL

浓磷酸、4 mL 高纯水,抑制颜色淬灭。然后加入 14 mL Hisafe 闪烁液混合均匀,在暗处放置 20 h,等待化学发光最小时,每个样品测量 1 h。LSC 测量⁵⁵Fe 时选择的分析窗口为 20~250 道,淬灭校正曲线由式(1)、(2)^[4]计算得到。

$$\epsilon(^{55}\text{Fe}) = 1.53 \times \text{TDCR}^{0.91} \quad (1)$$

$$\text{TDCR} = \frac{T_i - T_0}{D_i - D_0} \quad (2)$$

式中: ϵ 为⁵⁵Fe 的液闪测量效率;TDCR,两管、三管符合比; T_i 为样品的三管符合计数; T_0 为空白样品的三管符合计数; D_i 为样品的双管符合计数; D_0 为空白样品的双管符合计数。

1.8 干扰元素的去污效果

为测定潜在干扰元素的去污因子,在 20 mL 的高纯水中加入 3 mg Fe³⁺,0.05 mg 稳定 Ni、Co、Mn、Zn、Cr 1 g/L 的标准溶液,按照 1.3 节所示流程用 PAX-2 树脂分离纯化。用电感耦合等离子发射光谱(ICP-AES)测量纯化后样品中各元素的浓度。

2 结果与讨论

2.1 PAX-2 阴离子交换树脂对⁵⁵Fe 分离条件的确定

2.1.1 金属离子在 PAX-2 树脂柱上的分配系数

根据金属离子在不同浓度 HCl 中通过 PAX-2 树脂柱达到平衡状态时树脂相和液相中金属离子的分配情况,可选择⁵⁵Fe 的最优分离条件。表示树脂柱上离子平衡状态的参数很多,用不同酸度时金属离子在 PAX-2 阴离子交换树脂上的分配系数 K_d 值^[5-6] 描述不同浓度离子交换树脂中离子平衡时的状态, K_d 的计算如式(3)。

$$K_d = \frac{c_r}{c_s} = \frac{c_0 - c_s}{c_s} \quad (3)$$

式中: c_r 为树脂中金属离子浓度, mol/L; c_s 为 HCl 溶液中金属离子浓度, mol/L; c_0 为加入树脂中的初始金属离子浓度, mol/L。PAX-2 树脂柱上金属离子在不同浓度 HCl 中的 $\lg K_d$ 值示于图 3。由图 3 可知:PAX-2 阴离子树脂在 8.00、10.00 mol/L HCl 条件下对 Fe³⁺ 的选择吸附性能很强,这是由于在 8.00、10.00 mol/L 的 HCl 中,Fe³⁺ 形成的络阴离子更稳定,且在 PAX-2 树脂上的吸附能力强。 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 在 HCl 溶液中不会形成络阴离子, Cr^{3+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 与 Cl⁻ 形成的络阴离子^[10] 在 PAX-2 树脂柱上吸附能力弱,因此, Ni^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Co^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 在高浓度 HCl 条件下很容易

被淋洗,此性质有利于分离纯化⁵⁵Fe。由图 3 还可看出,国产 PAX-2 阴离子交换树脂适用于⁵⁵Fe 的分离纯化,相对于进口树脂,采用国产树脂可大大降低分析成本,并打破国外对放化分析核心材料的垄断。

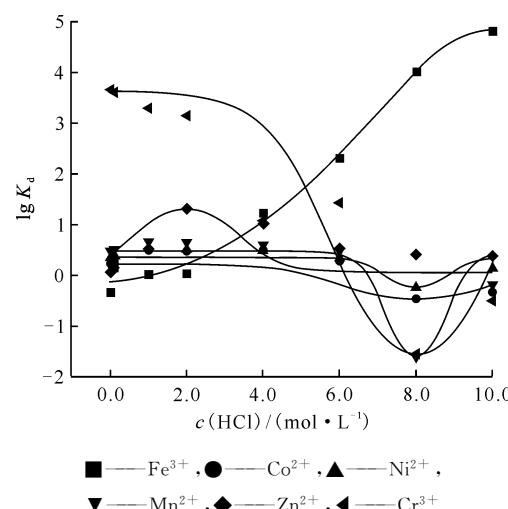


图 3 PAX-2 树脂柱上金属离子
在不同浓度 HCl 中的 $\lg K_d$ 值
Fig. 3 $\lg K_d$ values of metal elements on PAX-2
resin column in different concentrations of HCl

2.1.2 ⁵⁵Fe 在 PAX-2 树脂柱上的分离条件 选取 10 mL 10.0 mol/L HCl 溶解 1.5.1 节所制备的 NaOH 共沉淀的样品,上柱,样品流经树脂柱时,Fe³⁺ 与 Cl⁻ 形成的络合物被保留在树脂柱上,不能与 Cl⁻ 形成络阴离子的干扰离子 Ni²⁺、Mn²⁺ 随液相流出。再用 25 mL 10.0 mol/L HCl 淋洗树脂柱,将在树脂柱上吸附能力较弱的 Co²⁺、Zn²⁺、Cr³⁺ 与 Cl⁻ 形成的络阴离子分离,再用 2 mL 0.1 mol/L 的 HCl 洗脱⁵⁵Fe。得到⁵⁵Fe 的平均化学回收率为 68%。样品上柱后,先用 25 mL 10.0 mol/L HCl 淋洗树脂柱后,再用 2 mL 6.0 mol/L HCl 淋洗树脂柱,最后用 2 mL 0.1 mol/L 的 HCl 洗脱⁵⁵Fe。测得⁵⁵Fe 的平均化学回收率为 75%。这是由于在 10.0 mol/L HCl 中,Fe³⁺ 与 Cl⁻ 形成的络阴离子在树脂柱上的吸附能力很强,导致用 0.1 mol/L 的 HCl 不能有效洗脱,化学回收率较低。用 10.0 mol/L HCl 淋洗后再用 2 mL 6.0 mol/L HCl 淋洗,络阴离子在 6.0 mol/L HCl 中在阴离子树脂上的吸附能力较弱,再用 0.1 mol/L 的 HCl 更容易从树脂上洗脱⁵⁵Fe,从而提高了⁵⁵Fe 的化学回收率。水泥浸出液样品(样品编号 S₁、S₂)及空白样品

(样品编号 B₁、B₂) 中⁵⁵Fe 的测量结果列入表 1。由表 1 可看出, 空白样品与实际样品中⁵⁵Fe 的回收率一致, 均可达到 75% 以上。用 PAX-2 阴离子树脂分离纯化后, 分析流程对干扰元素的去污程度很高, Ni、Mn、Cr 的去污因子高于 10 000, Co 和 Zn 的去污因子分别可达 769 和 629。

表 1 水泥浸出液样品及空白样品中⁵⁵Fe 的测量结果
Table 1 Results of ⁵⁵Fe in leaching solution samples and blank samples

样品编号	$a(^{55}\text{Fe}) / (\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1})$	⁵⁵ Fe化学回收率/%	⁵⁵ Fe化学回收率均值/%	MDC/ ($\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$)	MDC 均值/ ($\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$)
S1	11.6 ± 0.4	77 ± 2	76 ± 2	0.018	0.018
S2	11.7 ± 0.4	75 ± 2		0.018	
B1		76 ± 2	75 ± 2	0.018	0.018
B2		75 ± 2		0.018	

注: 回收率测量数据的误差主要来源于仪器误差

$$\text{MDC} = \frac{k^2 + 2k\sqrt{2B}}{tRf\epsilon m} \quad (4)$$

式中: $k = 1.645$ (置信度为 95%); B 为液闪测量时空白样品的 ROI 空数; t 为测量时间, s; R 为⁵⁵Fe 的化学回收率; f 为用于液闪测量的样品份额; ϵ 为⁵⁵Fe 用液闪测量时的测量效率; m 为浸出液样品质量, g。

由计算可得, 该流程对水泥浸出液的探测下限为 0.018 Bq/g, 能够达到水泥浸出液的测量要求。

2.3 加标样品的测量

为验证方法的准确性, 准备 5 个水泥浸出液样品分别标记已知活度的标准⁵⁵Fe 溶液, 样品中标准⁵⁵Fe 的比活度分别为 16.8、21.9、28.3、33.9、39.2 Bq/g, 样品采用 1.3 节所示流程分离测量, 测量结果示于图 4。图 4 中直线 $y=x$ 代表标记样品理论值($a_{\text{theory}}(^{55}\text{Fe})$)与测量值($a_{\text{det}}(^{55}\text{Fe})$)完全一致的状况。由图 4 可知: 测量值与理论值的偏差在 $\pm 3\%$ 以内, 证明本方法准确可靠。图 4 中的 x 误差棒为样品中标记的⁵⁵Fe 标准溶液的系统误差, 主要来源于⁵⁵Fe 标准溶液证书中所示误差, y 误差棒为样品测量的系统误差, 由放射性核素单次测量误差公式及误差传递公式计算得到^[12]。

2.4 样品处理量和测量的周期

对于一组 8 个样品, NaOH 与稳定 Fe 示踪剂形成沉淀浓集样品中⁵⁵Fe, 耗时 3.5 h; ⁵⁵Fe 在阴离子交换树脂柱上与干扰元素分离, 耗时 1.5 h; 测量回收率, 耗时 0.5 h; 液闪测量活度前, 添加闪

2.2 方法探测下限

本方法测量了两个空白样品和两个水泥浸出液样品, 空白样品即高纯水中加入稳定 Fe 示踪剂, 按照建立的流程分离纯化后分析⁵⁵Fe 回收率。根据式(4)计算得到该法的探测下限(MDC)^[11], 测量及计算结果列入表 1。

灼液后, 需在暗处放置 20 h 除去化学发光; 每个样品的 LSC 测量需 1 h。综上, 一组 8 个样品分析测量共计需时 34 h。

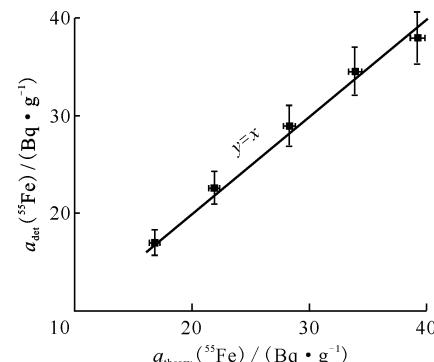


图 4 水泥浸出液样品标记⁵⁵Fe 理论值与测量值对比

Fig. 4 Comparison of expected and measured

⁵⁵Fe activities in spiked leaching solution

3 结 论

通过测量 PAX-2 树脂吸附不同金属的 K_d 值及进行淋洗条件优化, 确定了树脂分离⁵⁵Fe 的最优条件。在样品中加入已知活度的⁵⁵Fe 溶液, 通过测量值与理论值的对比, 验证了该法的可靠性。开发了⁵⁵Fe 测量流程, 可用国产树脂替代⁵⁵Fe 放化分离流程中必须使用的进口阴离子交换树脂, 降低了测量成本。采用该法测量水泥浸出液, 平均化学回收率为 76% \pm 2%, MDC 等于 0.018 Bq/g。本流程也适用于其他含⁵⁵Fe 的液态样品的分离测量。

参考文献：

- [1] Plecas I, Pavlovic R. Leaching behavior of ^{60}Co and ^{137}Cs from spent ion exchange resins in cement-bentonite clay matrix[J]. J Radioanal Nucl Chem, 2003, 327: 171-174.
- [2] Song L J, Ma L N. Method for sequential determination of ^{55}Fe and ^{63}Ni in leaching solution from cement solidification[J]. J Radioanal Nucl Chem, 2019, 319: 1227-1234.
- [3] Hou X, Østergaard L F, Nielsen S P. Determination of ^{63}Ni and ^{55}Fe in nuclear waste samples using radiochemical separation and liquid scintillation counting[J]. Anal Chim Acta, 2004, 535: 297-307.
- [4] Guérin N, Dai X X. Determination of ^{55}Fe in urine by liquid scintillation counting[J]. J Radioanal Nucl Chem, 2015, 304: 1059-1069.
- [5] Warwick P E, Croudace I W. Isolation and quantification of ^{55}Fe and ^{63}Ni in reactor effluents using extraction chromatography and liquid scintillation analysis[J]. Anal Chim Acta, 2006, 567: 277-285.
- [6] Warwick P E, Croudace I W. Isolation and quantification of ^{55}Fe and ^{63}Ni in reactor effluents using extraction chromatography and liquid scintillation analysis[J]. Anal Chim Acta, 2006, 567: 277-285.
- [7] König W, Schupfner R, Schüttelkopf H. A fast and very sensitive LSC procedure to determine Fe-55 in steel and concrete[J]. J Radioanal Nucl Chem, 1995, 193: 119-125.
- [8] Dutra P B, Toci A T. Adsorption of some elements from hydrochloric acid by anion exchange[J]. European Polymer Journal, 2005, 41: 1943-1946.
- [9] Kekesi T, Mimura K. Ultra-high purification of iron by anion exchange in hydrochloric acid solutions[J]. Hydrometallurgy, 2002, 63: 1-13.
- [10] 唐索寒, 朱祥坤. AGMP-1 阴离子交换树脂元素分离方法研究[J]. 高校地质学报, 2006, 12(3): 398-403.
- [11] Currie L A. Limits for qualitative detection and quantitative determination: application to radioactivity[J]. Anal Chem, 1968, 40: 586-593.
- [12] 王祥云, 刘元方. 核化学与放射化学[M]. 北京: 北京大学出版社, 2007: 136-139.