

ICS 27.120.30  
F 46  
备案号: 23543-2008

# EJ

## 中华人民共和国核行业标准

EJ/T 1212.2—2008

---

### 烧结氧化钆—二氧化铀芯块分析方法 第2部分: 热电离质谱法测定铀同位素丰度

Test methods for analysis of sintered gadolinium oxide-uranium dioxide pellets-  
Part 2: Determination of isotopic uranium composition by thermal  
ionization mass spectrometry

2008—03—17 发布

2008—10—01 实施

---

国防科学技术工业委员会 发布

## 前 言

EJ/T 1212《烧结氧化钐-二氧化铀芯块分析方法》分为以下 11 个部分：

- 第 1 部分：烧结氧化钐-二氧化铀芯块氧金属比的测定—平衡气氛法；
- 第 2 部分：热电离质谱法测定铀同位素丰度；
- 第 3 部分：波长色散 X 射线荧光光谱法测定氧化钐含量；
- 第 4 部分：微量杂质元素的测定—ICP-AES 多元图谱拟合法；
- 第 5 部分：硫酸亚铁铵还原 重铬酸钾电位滴定法测定铀含量；
- 第 6 部分：高温水解离子选择性电极法测定氯；
- 第 7 部分：惰性气体熔融法测定氢；
- 第 8 部分：蒸馏奈斯勒试剂光度法测定氮；
- 第 9 部分：高温水解离子选择性电极法测定氟；
- 第 10 部分：高频感应燃烧红外检测法测定碳；
- 第 11 部分：热真空提取法测定总气体量。

本部分为 EJ/T 1212 的第 2 部分。

本部分由中国核工业集团公司提出。

本部分由核工业标准化研究所归口。

本部分起草单位：国营八一二厂。

本部分主要起草人：张柯、张时红、陈道军。

# 烧结氧化钆-二氧化铀芯块分析方法

## 第2部分：热电离质谱法测定铀同位素丰度

### 1 范围

本部分规定了烧结氧化钆-二氧化铀芯块中热电离质谱法测定铀同位素丰度的试剂和材料、仪器设备、试样制备、分析步骤、结果计算及方法精密度。

本部分适用于氧化钆质量分数最大值为12%的烧结 $Gd_2O_3-UO_2$ 芯块中铀同位素丰度的测定。本部分测定 $^{235}U$ 摩尔丰度范围为1%~10%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

EJ/T 973-1995 二氧化铀粉末和芯块中铀同位素丰度的热电离质谱法测定

### 3 方法提要

试样经硝酸溶解，以阴离子交换树脂分离除去钆，配制成 $2mgU/mL$ 的硝酸铀酰溶液。将约 $1\mu L$ 硝酸铀酰试液涂在质谱仪铯样品带上。在分析条件下，从样品带上蒸发的铀氧化物分子碰到灼热的铯电离带表面电离成铀离子，铀离子经离子源加速、聚焦，在分析器磁场作用下按质荷比分离，然后离子按质量色散进入法拉第接收器进行测定，根据接收到的各同位素的离子流强度和用相近丰度的铀同位素标准物质在相同条件下测得的校正因子，计算铀同位素丰度。

### 4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂。所用水为二次去离子水。

- 4.1 硝酸( $HNO_3$ )， $\rho(HNO_3)$ 约 $1.42 g/cm^3$ 。
- 4.2 硝酸， $c(HNO_3)=8 mol/L$ 。
- 4.3 硝酸， $c(HNO_3)=0.1 mol/L$ 。
- 4.4 硝酸， $c(HNO_3)=0.75 mol/L$ 。
- 4.5 盐酸， $c(HCl)=5 mol/L$ 。
- 4.6 铯带， $18 mm \times 0.7 mm \times 0.04 mm$ (长 $\times$ 宽 $\times$ 厚)。
- 4.7 铀同位素标准物质，GBW04222、GBW04223、GBW04224、GBW04225、GBW04226、GBW04227等。

### 5 仪器和设备

- 5.1 质谱仪：单聚焦或双聚焦， $60^\circ$ 或 $90^\circ$ 扇形磁场，多带热电离离子源，质量范围 $3 u \sim 280 u$ ，分辨率大于500，丰度灵敏度小于 $5 \times 10^{-5}$ 。
- 5.2 电子天平，感量为0.1 mg。
- 5.3 离子交换柱，内径5 mm，柱长150 mm，上方带约30 mL储液斗，硬质玻璃制。

将阴离子交换树脂（强碱性，粒度为 $0.177 mm \sim 0.149 mm$ ）用硝酸（4.3）浸泡24 h后用水洗