

# 中华人民共和国国家标准

## 二氧化铀粉末和芯块中杂质元素的测定 ICP-AES 法

GB/T 13372—92

Determination of trace elements in uranium dioxide  
powders and pellets by ICP-AES

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了二氧化铀粉末和芯块中铝、钙、镉、钴、铬、铜、铁、镁、锰、铝、镍、铅、锡、钛、钒和锌等16种杂质元素的测定原理、使用的仪器和试剂、分析步骤、分析结果的计算和方法的精密度。

本标准适用于分析二氧化铀粉末和芯块中铝等16种杂质元素,方法的测定下限见表1。

表1 分析线和测定下限

分析线, nm	测定下限	
	$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/g}^{1)}$
Al 308.2	0.05	1.0
Ca 317.9	0.06	1.2
Cd 228.8 <sup>2)</sup>	0.007	0.14
Co 228.6	0.01	0.20
Cr 205.5	0.017	0.34
Cu 324.7	0.024	0.48
Fe 259.9	0.022	0.44
Mg 279.5	0.001	0.020
Mn 257.6	0.008	0.16
Mo 202.0 <sup>2)</sup>	0.02	0.40
Ni 231.6 <sup>2)</sup>	0.019	0.38
Pb 220.3	0.07	1.4
Sn 189.9	0.08	1.6
Ti 334.9	0.012	0.24
V 292.4	0.032	0.64
Zn 213.8	0.003	0.060

注: 1) 以取样0.3 g,接收杂质淋洗液体积6 mL计。

2) 为二级光谱线。

## 2 方法提要

试样溶于硝酸后,在  $c(\text{HNO}_3)=3 \text{ mol/L}$  硝酸介质中,通过 CL-TBP 萃淋树脂,使待测杂质元素与铀基体分离,收集杂质淋洗液,直接以电感耦合高频等离子体为激发光源的原子发射光谱分析法(ICP-AES)测定杂质元素含量。

## 3 仪器和设备

- 3.1 多道 ICP 光量计。
- 3.2 萃取色层柱:内径为7 mm,长130 mm 的色层柱,硬质玻璃或石英制。
- 3.3 石英烧杯:20~25 mL。
- 3.4 聚乙烯塑料瓶:25 mL。

## 4 试剂

所用试剂除特殊注明者外,均为符合国家标准的优级纯试剂和去离子水。

- 4.1 CL-TBP 萃淋树脂:194~134  $\mu\text{m}$ ,含 TBP60%。
- 4.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ ,密度1.42 g/mL)。
- 4.3 盐酸( $\text{HCl}$ ,密度1.19 g/mL,MOS 级或优级经重蒸)。
- 4.4 过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,30%)。
- 4.5 重蒸硝酸:硝酸(4.2)经亚沸蒸馏器或普通石英蒸馏器蒸馏一次。
- 4.6 重蒸水:去离子水经亚沸蒸馏器或石英蒸馏器蒸馏一次。
- 4.7 硝酸溶液 [ $c(\text{HNO}_3)=3 \text{ mol/L}$ ]:用硝酸(4.5)和水(4.6)配制。
- 4.8 盐酸溶液 [ $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ ]:用盐酸(4.3)和水(4.6)配制。
- 4.9 标准贮备液:
  - 4.9.1 铝标准贮备液(1 mg/mL):称取金属铝屑(99.99%)0.100 0 g,精确至0.000 1 g,加热溶解于盐酸溶液(4.8)2 mL 中,低温蒸至近干,再溶于硝酸溶液(4.7)中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.2 钙标准贮备液(1 mg/mL):称取氧化钙( $\text{CaO}$ ,光谱纯)0.139 9 g,精确至0.000 1 g,溶解于硝酸溶液(4.7)2 mL 中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.3 镉标准贮备液(1 mg/mL):称取镉粉(99.999%)0.100 0 g,精确至0.000 1 g,溶解于硝酸溶液(4.7)2 mL 中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.4 钴标准贮备液(1 mg/mL):称取钴粉(光谱纯)0.100 0 g,精确至0.000 1 g,溶解于硝酸溶液(4.7)2 mL 中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.5 铬标准贮备液(1 mg/mL):称取铬粉(光谱纯)0.100 0 g,精确至0.000 1 g,加热溶解于盐酸溶液(4.8)2 mL 中,低温蒸至近干,再溶于硝酸溶液(4.7)中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.6 铜标准贮备液(1 mg/mL):称取氧化铜( $\text{CuO}$ ,光谱纯)0.125 2 g,精确至0.000 1 g,溶解于盐酸溶液(4.8)2 mL 中,低温蒸至近干,再溶于硝酸溶液(4.7)中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.7 铁标准贮备液(1 mg/mL):称取三氧化二铁( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,光谱纯)0.143 0 g,精确至0.000 1 g,加热溶解于盐酸溶液(4.8)2 mL 中,低温蒸至近干,再溶于硝酸溶液(4.7)中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。
  - 4.9.8 镁标准贮备液(1 mg/mL):称取氧化镁( $\text{MgO}$ ,光谱纯)0.165 8 g,精确至0.000 1 g,溶解于硝酸溶液(4.7)2 mL 中,转入100 mL 容量瓶,用硝酸溶液(4.7)稀释至刻度。