

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

团 体 标 准

T/QGCML XXXX—XXXX

提锆尾渣中铀含量的电感耦合等离子体质谱法测定

Determination of uranium content in zirconium tailings by inductively coupled plasma mass spectrometry

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

全国城市工业品贸易中心联合会 发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由 提出。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会归口。

本文件主要起草单位：

本文件主要起草人：

提锆尾渣中铀含量的电感耦合等离子体质谱法测定

1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定提锆尾渣中铀含量的技术要求、操作步骤及数据处理方法，适用于锆冶炼尾渣、锆矿加工废料等固体样品中痕量铀的定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

3.1

提锆尾渣

锆冶炼或加工过程中产生的含锆固体废弃物。

3.2

电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）

利用电感耦合等离子体将样品离子化，通过质谱仪测定离子质荷比及丰度的分析技术。

3.3

检出限

在特定置信水平下，仪器能够可靠检测到的最低铀含量。

4 技术要求

1. 试剂与材料

硝酸：优级纯，浓度 $\geq 65\%$ 。

氢氟酸：优级纯，浓度 $\geq 40\%$ 。

铀标准溶液：1000 $\mu\text{g/mL}$ ，国家一级标准物质。

内标溶液：铈（Re）标准溶液，浓度为10 $\mu\text{g/mL}$ 。

实验用水：电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水。

2. 仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪：配备高灵敏度检测器及在线内标加入系统。

微波消解仪：功率 $\geq 1000\text{W}$ ，温度控制精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

电子天平：精度0.1mg。

聚四氟乙烯消解罐：容量50mL。

5 操作步骤

1. 样品制备

粉碎与筛分：将提锆尾渣样品粉碎至粒径 $\leq 0.074\text{mm}$ ，混匀后密封保存。

称样：准确称取0.10g样品（精确至0.1mg），置于聚四氟乙烯消解罐中。

2. 样品消解

加入酸液：向消解罐中加入5mL硝酸、2mL氢氟酸，密封后置于微波消解仪中。

消解程序：

升温阶段：从室温升至180℃，升温速率10℃/min，保持10min。

恒温阶段：180℃保持30min。

冷却阶段：自然冷却至室温。

赶酸：将消解液转移至聚四氟乙烯烧杯中，加热至近干，加入2mL硝酸复溶，转移至50mL容量瓶中，用超纯水定容至刻度。

3. ICP-MS测定

仪器条件：

射频功率：1500W。

冷却气流量：15L/min。

辅助气流量：1.2L/min。

雾化气流量：1.0L/min。

采样深度：8mm。

测定模式：标准模式，选择铀同位素 ^{238}U 为监测目标，铼（Re）为内标元素。

校准曲线绘制：

配制铀标准系列溶液：浓度分别为0 μg/L、1 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、50 μg/L、100 μg/L。

加入内标溶液：向标准系列溶液及样品溶液中加入铼内标溶液，使内标浓度为1 μg/L。

绘制校准曲线：以铀浓度为横坐标，铀与铼的信号强度比值为纵坐标，绘制校准曲线。

样品测定：将处理后的样品溶液引入ICP-MS进行测定，记录铀与铼的信号强度比值，根据校准曲线计算铀含量。

6 数据处理

结果计算：

铀含量（μg/g）= $(C \times V) / m$

式中：C为样品溶液中铀的浓度（μg/L），V为样品溶液定容体积（L），m为样品质量（g）。

结果表示：

测定结果保留两位有效数字，当铀含量低于检出限时，以“<检出限”表示。

7 质量控制

空白试验：每批样品至少进行2个空白试验，空白值应低于方法检出限。

平行样测定：每批样品至少测定2个平行样，相对偏差应≤10%。

加标回收试验：每批样品至少进行1个加标回收试验，加标回收率应在90%~110%之间。

8 方法检出限与精密度

检出限：本方法的检出限为0.01 μg/g（以干基计）。

精密度：相对标准偏差（RSD）≤5%（n=6）。

9 注意事项

消解过程中应严格控制温度和时间，避免样品损失或污染。