

# 溶液制样—波长色散 X 射线荧光光谱法测定天然铀产品中的铀含量

朱曙光<sup>1</sup>, 张 鑫<sup>2,3</sup>, 柳金良<sup>2,3</sup>, 刘 朝<sup>2,3</sup>, 宋茂生<sup>2,3</sup>, 鄢飞燕<sup>2,3</sup>,  
王 龙<sup>4</sup>, 刘 悦<sup>4</sup>, 杨立远<sup>5</sup>

- (1. 湖北三〇三库, 湖北 武汉 430000;  
2. 核工业 230 研究所, 湖南 长沙 410007;  
3. 湖南省伴生放射性矿产资源评价与综合利用工程技术研究中心, 湖南 长沙 410007;  
4. 中国铀业有限公司, 北京 100013;  
5. 中国原子能工业有限公司, 北京 100032)

**摘要:** 采用溶液制样, 以碳酸铯作为内标物, 建立了用波长色散 X 射线荧光光谱法测定天然铀产品( $U_3O_8$ )中铀含量的方法。样品称样质量为 1.00 g, 内标物碳酸铯称样质量为 0.600 g, 采用 15 mL 磷酸和 2 mL 硝酸消解样品, 定容至 200 mL 后, 用磁力搅拌混匀, 采用一次性塑料吸管和电子秤控制取液体积。仪器测量条件选择特征 X 谱线:  $U-L_{\alpha 1}$ ,  $Sr-K_{\alpha 1}$ , 通道面罩 34 mm, 初级准直器 150  $\mu m$ 。该方法工作曲线的线性相关系数为 0.999 8, 相对标准偏差(RSD)为 0.031%~0.050%, 精密度较好; 测定结果与标准物质推荐值之间的相对误差不劣于 0.034%, 准确度较好。与电位滴定法对比, 该法绝对偏差为 0.010%~0.126%, 结果准确可靠, 能够满足天然铀产品快速批量分析的要求。

**关键词:** 波长色散 X 射线荧光光谱法; 天然铀产品; 铀含量

**中图分类号:** TL271<sup>+</sup>.4; O657.34 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-8063(2024)01-0036-06

**DOI:** 10.13426/j.cnki.yky.2023.04.03

天然铀产品( $U_3O_8$ )中的铀含量检测结果是贸易结算的主要依据, 其准确性和时效性尤为重要。常见的铀含量测定方法有氧化还原滴定法<sup>[1-2]</sup>、库仑滴定法<sup>[3-4]</sup>、同位素稀释质谱法等<sup>[5]</sup>, 这些方法测定准确度高, 但存在操作流程较长、程序繁琐、人为因素影响大等缺点, 很难满足天然铀产品快速批量分析的要求。

近年来, X 射线荧光法经过不断完善和发展, 已经成为一种广泛应用于冶金、建材、地矿、商检、环保、食品卫生、有色金属等领域的分析方法。该技术用 X 射线照射样品表面, 不会对仪器进样系统造成污染, 具有快速、重现性好的优点, 对高含量铀的测定具有优势。X 射线荧光光谱法在检测

铀领域应用广泛<sup>[6-11]</sup>, 前人研究了以铯作为内标物, 采用 X 射线荧光光谱法测定天然铀产品中的铀<sup>[12-14]</sup>; 以及研究了采用 X 射线荧光光谱法测定天然铀产品中铀含量不确定度<sup>[15]</sup>等。笔者总结前人的经验, 利用 X 射线荧光法的优点, 采用波长色散 X 射线荧光光谱法(以下简称 XRF), 对天然铀产品中铀含量进行检测, 并对测定条件进行了优化。

## 1 试验部分

### 1.1 主要仪器设备与试剂材料

#### 1.1.1 仪器设备

Axios<sup>MAX</sup>型波长色散 X 射线荧光光谱仪,

**收稿日期:** 2023-04-12

**基金项目:** 中国核工业地质局 XT-CT 铀矿物原位识别技术及 X 射线荧光法精密测定天然铀产品中铀含量的方法研究项目(2019-17-04)。

**第一作者简介:** 朱曙光(1974—), 男, 湖南汝城人, 硕士, 高级工程师, 主要从事矿山工程、化学工艺、分析化学工作。

**通信作者简介:** 柳金良(1986—), 男, 湖南衡东人, 学士, 高级工程师, 主要从事分析化学、仪器分析研究工作。

最大功率为 4.0 kW,最大激发电压为 60 kV,最大电流为 160 mA;SSTmAX 超尖锐端窗铈靶 X 光管,SuperQ5.1A 软件,氦气光路系统,分析范围 B~U,荷兰 PANalytical 公司。分析天平,精度为 0.01 mg,德国 Sartorius 公司。磁力搅拌器,最大转速为 1 400 r/min。电子秤,精度为 0.01 g。

1.1.2 试剂材料

试验用标准物质为八氧化三铀中铀和杂质元素成分分析标准物质 GBW04205 (铀质量分数 84.711%) 和八氧化三铀成分分析标准物质 GBW04201;选用定值样 1#、定值样 2#、进口八氧化三铀样品为试验材料;硝酸、磷酸,均为分析纯;碳酸锶(SrCO<sub>3</sub>)、氦气,纯度均优于 99.99%;试验用水为二次去离子水。

1.2 试验方法

1.2.1 样品前处理

称取样品 1.00 g(精确到 0.01 mg)及 105℃烘干 4 h 的碳酸锶 0.600 g(精确到 0.01 mg)于 250 mL 锥形瓶中,用去离子水冲洗瓶壁,加入 15 mL 磷酸和 2 mL 硝酸,置于 200℃电炉上,加热消解至清亮;取下稍冷后,放入磁转子,用去离子水冲洗瓶壁加入水至 100 mL,再加入 10 mL 硝酸,置于 200℃电炉上,加热 10 min 取下;加水至 200 mL,用磁力搅拌器搅拌 1 min,用一次性塑料吸管吸取 20 g 溶液,置于 XRF 液体样品杯中,待测。

1.2.2 样品测量

输入按 1.2.1 步骤制备的溶液名称,在氦气氛围中用波长色散 X 射线荧光光谱仪测量样品元素分析线的强度,测量条件见表 1。

表 1 仪器测量条件

Table 1 Instrument measurement conditions

分析线	晶体	准直器 宽度/ $\mu\text{m}$	探测器	滤光片/ $\mu\text{m}$	电压/ kV	电流/ mA	$2\theta/(\text{°})$			PHD		测量时间/s		
							峰值	背景 1	背景 2	LL	UL	峰值	背景 1	背景 2
U-L $\alpha$	LiF220	150	HiperScint	Al 200	60	60	37.266	-2.472	1.411	15	78	50	10	10
Sr-K $\alpha$	LiF220	150	HiperScint	Al 200	60	60	35.797	-1.009	2.864	15	78	50	10	10

2 结果与讨论

2.1 样品前处理条件的选择

2.1.1 天然铀产品称样量的确定

通常,根据质量具有代表性、方法误差允许、客户要求、溶样条件等原则确定称样量。依据贸易方规定的称样量不应低于 1.00 g 的要求,对最低 1.00 g 是否满足准确度要求进行验证。实验室采用精度为十万分之一的天平,依据天平称量不确定度为 0.03 mg,则称样的相对标准不确定度为  $0.03 \times 10^{-3} / 1.00 \times 100\% = 0.003\%$ ,满足天然铀贸易中规定的准确度小于 0.1% 的要求。同时,为避免天然铀的溶解损失,确定天然铀产品(U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>)的称样量为 1.00 g,即贸易方规定的最小称样量。

2.1.2 内标物称样量的确定

一般内标物和分析物的谱线强度应基本相同,XRF 采用内标法精密度更小<sup>[16-17]</sup>。依据内标元素和分析元素的吸收和增强效应要基本相同的

原理,铀的分析线为 U-L $\alpha$  0.091 1 nm,选择吸收和增强效应基本相同的相邻谱线确定 Sr-K $\alpha$  0.087 7 nm 为内标特征线。实验室常见的锶化合物有 SrSO<sub>4</sub>、SrCO<sub>3</sub>、Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、SrCl<sub>2</sub> 等,SrSO<sub>4</sub> 是一种微溶物质,在酸溶液中易沉淀;SrCl<sub>2</sub> 在空气中易形成带结晶水的化合物,不稳定;Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 是一种易制爆品,且难以获得高级别的纯度,因此,SrSO<sub>4</sub>、Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>、SrCl<sub>2</sub> 均不符合内标物应是一种已知含量的物质或高纯物质的选取条件。

本法选择纯度大于 99.99% 且易溶于酸的 SrCO<sub>3</sub> 作为锶内标化合物。称取 1.00 g 八氧化三铀标准物质 GBW04205 和不同量的 SrCO<sub>3</sub>,用磷酸-硝酸消解,上机测试其光强度,并计算铀锶的强度比,SrCO<sub>3</sub> 称样量确定试验见表 2。可以看出,当内标物碳酸锶称样质量在 0.600 20 g 时,其光强度和 1.00 g 八氧化三铀标样的光强度接近。因在日常分析的天然铀样品中铀含量与标样接近,因此本法内标物 SrCO<sub>3</sub> 称样质量以 0.600 g 为宜。

表 2 内标物称样量选择试验  
Table 2 Selection of sample mass for internal standard substance

称样质量/g		测量强度/kcps		强度比
GBW04205	SrCO <sub>3</sub>	I <sub>U</sub>	I <sub>Sr</sub>	I <sub>U</sub> /I <sub>Sr</sub>
1.004 12	0.400 81	431.047 8	290.388 5	1.484 4
1.004 87	0.500 55	424.738 5	351.581 4	1.208 1
1.007 28	0.600 20	422.391 2	413.064 9	1.022 6
1.006 25	0.700 74	415.535 1	473.961 8	0.876 7

### 2.1.3 溶样方式的确定

XRF 前处理制样方式,通常有压片法、熔片法和溶液法,鉴于天然铀产品具有放射性,为防止压片法、熔片法在压片和搅拌环节中产生吸入性粉尘辐射危害,本法采用溶液制样方式。溶液制样遵循先消解后提取的原则,消解可保证样品溶解完全,提取可保证酸度的一致性及残渣的溶解。消解过程中先加入 15 mL 磷酸、2 mL 硝酸;由于在消解过程中硝酸易挥发,因此在消解完全后,再加入 10 mL 硝酸溶解提取。这样既可保证硝酸浓度的一致性,在硝酸溶液下也能增加天然铀和内标物的溶解度。

### 2.1.4 定容体积的确定

样品称样质量为 1.00 g,内标物(碳酸锶)称样质量为 0.600 g,在消解样品时加入磷酸,混合溶液的盐分和黏度均较大,天然铀产品中含有的硫酸根<sup>[18-19]</sup>可能会和锶盐形成 SrSO<sub>4</sub>。因 SrSO<sub>4</sub>微溶,为增加其溶解度,定容体积以 200 mL 为宜。

### 2.1.5 混匀和测量取液方式确定

溶液在定容后,混匀。混匀方式一般有玻璃棒搅拌、磁力搅拌、震荡摇匀等。玻璃棒搅拌、震荡摇匀均存在溶液撒溅和二次污染的风险;而聚四氟乙烯磁子具有防止溶液爆沸的功能,本法选择磁力搅拌混匀方式。

XRF 溶液法是将溶液移至液体样杯中,用 X 射线照射液体表面,同时测量目标元素的特征 X 射线荧光强度,依据强度或强度比值大小以及曲线计算出目标物的含量。实验室移取溶液一般采用移液管和移液枪方式,移液管取样有润洗、清洗步骤,存在操作人员对天然铀放射性溶液接触的风险;移液枪在锥形瓶中取液,也存在放射性污染枪体的风险。考虑到内标法可抵消测量体积的影响,分析中只需粗略控制测量体积,本方法采用一

次性塑料吸管和电子秤控制取液体积的方法,降低天然铀接触风险。

## 2.2 仪器测量条件的选择

### 2.2.1 特征 X 射线的选择

特征 X 射线产生于原子内层电子的跃迁,基本上与化学状态无关,其波长仅与原子序数相关。同一原子序数的不同线系相对强度 K 系 > L 系 > M 系,铀和锶的主要特征 X 谱线和对应的相对强度<sup>[20]135</sup>见表 3。

表 3 U 和 Sr 的主要特征 X 谱线参数  
Table 3 The main characteristic X-ray line parameters of U and Sr

元素	特征 X 谱线	波长/nm	激发电势/keV	相对强度
U	K <sub>a1</sub>	0.012 6	115.610	—
	L <sub>a1</sub>	0.091 1	21.764	100
	L <sub>a2</sub>	0.092 3	20.938	10
	L <sub>β1</sub>	0.072 0	17.160	50
Sr	K <sub>a1</sub>	0.087 5	16.101	100
	K <sub>a2</sub>	0.088 0	2.220	50
	K <sub>β1</sub>	0.078 3	2.008	15

由表 3 可见,U-K<sub>a1</sub>的激发电势为 115.610 keV,实验室的 X 射线荧光仪电压无法做到激发铀的 K 线系。基于优先选取相对强度最大的谱线原则,同时考虑基体中谱线重叠的干扰,确定特征 X 谱线以 U-L<sub>a1</sub>,Sr-K<sub>a1</sub>为宜。

### 2.2.2 通道面罩的选择

在准直器和试样间装有可供选择的通道面罩(24、30、34 mm),其作用相当于光栅,可消除样杯盒发射的 X 射线荧光干扰。由于试验所采用的液体样杯内径为 37 mm,为确保样品强度最大,选择 34 mm 的通道面罩。

### 2.2.3 准直器的选择

准直器由一组间隔相等的平行金属箔叠积而成,用于截取来自样品或晶体的发散光,汇聚成一束基本平行的光,然后投射到晶体表面或探测器窗口。准直器分为初级准直器和次级准直器。初级准直器安装在样品和晶体之间,主要用于提高光束的准直度和分辨率,消除样品的不均匀性影响,有 150  $\mu\text{m}$  和 300  $\mu\text{m}$  两种规格;次级准直器设置在晶体和探测器间,可排除晶体的二次发射,降低背景值,为固定规格。溶液中 U、Sr 浓度较高,为提高仪器分辨率,选择 150  $\mu\text{m}$  的初级准直器。

### 2.3 基体校正及结果计算

溶液法制样是将样品消解为酸溶液,可以消除样品间密度和成分的不均匀性,以及粒度、矿物效应;同时可降低各组分间的吸收-增强效应<sup>[21]</sup>。但铀溶液仍然存在组分间吸收-增强效应、不同浓度的酸基体、液体试样气泡、热膨胀、体积不一致等因素的影响,需要进行基体校正。

前述分析了 Sr- $K_{\alpha}$  和 U- $L_{\alpha}$  为相邻谱线,吸收和增强效应基本一致,因此实验采用内标法即铀和铯的强度比( $I_U/I_{Sr}$ )校正基体差异和物理状态不一致的影响。结果计算公式为

$$w_U = [I_U/I_{Sr} \times E + B] / m_U \times 100\%, \quad (1)$$

式中: $w_U$ —U 元素的含量,%; $I_U$ —U 元素的测量强度,kcps; $I_{Sr}$ —Sr 元素的测量强度,kcps; $E$ —校准曲线的斜率; $B$ —校准曲线的截距; $m_U$ —天然铀产品的称样量,g。

### 2.4 工作曲线

称取 GBW04205 标准样品 0.93、0.95、0.97、0.99、1.01、1.03 g(精确到 0.01 mg),对应的铀质量为 0.787 81、0.804 75、0.821 70、0.838 64、0.855 58、0.872 52 g;同时称取碳酸铯 0.600 g(精确到 0.01mg)。按照 1.2.1 步骤制成溶液,依次

用 X 射线荧光光谱仪测量铀和铯的荧光强度,对应铀强度分别为 414.332 0、411.691 4、411.917 0、433.718 0、428.178 8 和 436.230 3 kcps;对应铯强度分别为 438.174 0、426.853 4、417.981 8、431.378 9、417.576 6 和 416.895 4 kcps。以铀、铯荧光强度比值( $I_U/I_{Sr}$ )为横坐标,铀质量( $m_U$ )为纵坐标,绘制工作标准溶液曲线,结果见图 1。

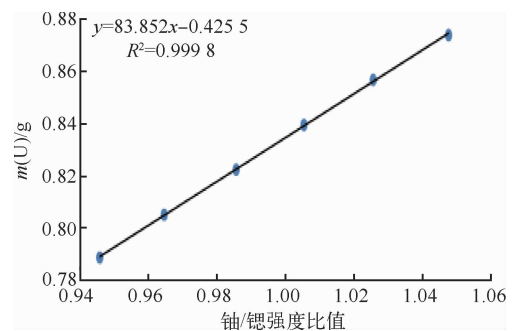


图 1 铀、铯强度比与铀质量的线性关系

Fig. 1 The linear relationship between  $I_U/I_{Sr}$  and  $m_U$

由图 1 可见,方法工作曲线为  $y = 83.852x - 0.4255$ ,线性相关系数( $R^2$ )为 0.999 8,铀、铯强度比与铀质量呈良好的线性关系。

### 2.5 方法精密度试验

选取 6 个不同批次的样品,每个样品分别称取 6 份,按 1.2.1 步骤以及优化的前处理和仪器测量条件进行铀的精密度试验,测定结果见表 4。铀测定结果的相对标准偏差(RSD)在 0.031%~0.050%,满足实际生产中精密度小于 0.1%的要求,方法精密度较好。

### 2.6 方法准确度试验

取 4 个标准物质(含 2 个定值样)按未知样品进行检测,结果见表 5。

表 4 精密度试验结果

Table 4 Precision experiment results

编号	$w(U)/\%$						$w(U)$ 平均值/ $\%$	标准偏差(SD)/ $\%$	相对标准偏差(RSD)/ $\%$
HS-1	83.578	83.538	83.546	83.551	83.599	83.593	83.568	0.026	0.031
HS-2	83.703	83.750	83.805	83.739	83.761	83.728	83.748	0.034	0.041
HS-3	84.030	83.941	83.977	83.934	83.972	83.913	83.961	0.041	0.049
HS-4	82.501	82.439	82.406	82.409	82.429	82.438	82.437	0.034	0.042
HS-5	84.613	84.676	84.644	84.566	84.673	84.660	84.639	0.042	0.050
HS-6	84.123	84.070	84.058	84.081	84.052	84.048	84.072	0.028	0.033

表 5 准确度试验结果

Table 5 Accuracy experiment results

标准物质 编号	$w(\text{U})/\%$				$w(\text{U})/\%$		相对误差 (RE)/%		
					平均值	推荐值			
GBW04205	84.680	84.736	84.666	84.703	84.694	84.650	84.688	84.711	0.027
GBW04201	84.705	84.726	84.696	84.788	84.693	84.745	84.726	84.754	0.034
定值样 1#	84.631	84.630	84.682	84.670	84.619	84.655	84.648	84.670	0.026
定值样 2#	84.659	84.682	84.635	84.677	84.578	84.576	84.635	84.650	0.018

由表 5 可见,本法测定结果与标准物质推荐值之间的相对误差较小,满足贸易质控中规定标准样品的测定值与标准值差限值(0.1%)要求,方法准确度较好。

### 2.7 方法比对试验

抽取 20 个样品采用本方法进行测试,为验证方法的可靠性,同时用电位滴定法进行比对试验,并计算 2 种方法的绝对偏差,结果见表 6。2 种方法测定结果的绝对偏差为 0.010%~0.126%,表明采用 X 射线荧光法测定铀的方法准确可靠,满足贸易中不同方法差值应小于 0.2%的要求。

表 6 分析方法比对试验

Table 6 Comparison experiment results of analytical methods

样品编号	$w(\text{U})/\%$		绝对偏差/%
	X 射线荧光光谱法	电位滴定法	
ZGH-1	83.709	83.769	0.060
ZGH-2	83.756	83.863	0.107
ZGH-3	83.748	83.799	0.051
ZGH-4	82.212	82.176	0.036
ZGH-5	81.913	82.001	0.088
ZGH-6	82.784	82.887	0.103
ZGH-7	81.716	81.678	0.038
ZGH-8	82.653	82.582	0.071
ZGH-9	83.417	83.363	0.054
ZGH-10	83.180	83.075	0.105
ZGH-11	82.803	82.792	0.012
ZGH-12	82.625	82.537	0.088
ZGH-13	83.111	83.100	0.011
ZGH-14	83.472	83.591	0.119
ZGH-15	83.270	83.255	0.015
ZGH-16	83.759	83.715	0.044
ZGH-17	83.811	83.686	0.125
ZGH-18	83.834	83.720	0.114
ZGH-19	83.656	83.670	0.014
ZGH-20	83.667	83.560	0.107

## 3 结论

建立了采用溶液法制样一波长色散 X 射线

荧光光谱法测定天然铀产品中铀含量的方法,并对样品前处理和仪器测量条件进行了优化。该法优于传统的电位滴定法,精密度高,准确度好,能够满足天然铀产品快速批量分析的要求。

### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国核工业部. 高纯八氧化三铀中铀的精密测定: 硫酸亚铁还原-重铬酸钾电位滴定法: EJ 277—86[S]. 北京: 核工业部标准化研究所, 1986.
- [2] 国家标准管理委员会. 铀矿石浓缩物分析方法 第 1 部分: 硫酸亚铁还原-重铬酸钾滴定法测定铀: GB/T 11848.1—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008: 1-5.
- [3] 徐莱丽, 王春焕. 八氧化三铀中铀的精密测定——恒电流库仑滴定法[J]. 铀矿冶, 1990, 9(3): 51-56.
- [4] 汤磊, 傅中华, 刘雪梅, 等. 纯铀样品中铀总量的恒电流库仑分析[J]. 核技术, 2015, 38(10): 55-62.
- [5] ASTM INTERNATIONAL (ASTM). Standard test method for determination of uranium content and isotopic composition by isotope dilution mass spectrometry: ASTM. C1380—2004 (2011) [S]. West Conshohocken: ASTM International, 2011: 1-3.
- [6] 安身平, 廖志海, 王树安, 等. 硝酸铀酰或氟化铀酰溶液中铀含量的测定——X 射线荧光光谱溶液法[J]. 中国核动力研究设计院科学技术年报, 2012.
- [7] 郑维明, 刘桂娇, 刘峻岭, 等. 石墨晶体预衍射-X 射线荧光法测定高放废液中的铀[J]. 中国原子能科学研究院年报, 2014.
- [8] 柳金良, 张鑫, 宋茂生. 熔融制样-X 射线荧光光谱法同时测定铀钼矿中主次成分[J]. 化学分析计量, 2016, 25(5): 60-63.
- [9] 张鑫, 柳金良, 刘朝, 等. 用 X 射线荧光光谱法同时测定矿石中铀、钼、汞[J]. 铀矿冶, 2016, 35(2): 132-137.
- [10] 赵峰, 廖志海, 乔洪波, 等. 溶液条件对 X 射线荧光光谱分析燃料化工含铀液体中铀的影响[J]. 冶金分析, 2017, 37(9): 46-51.
- [11] HONG XU, ZHOU JIANBIN, NI SHIJUN, et al. Uranium determination based on X-Ray trans-

- mission spectrum[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2017, 37(11):3641-3646.
- [12] 柳金良,张鑫,宋茂生. 230-181JC-001-2017 八氧化三铀产品中铀的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法[R]. 长沙:核工业二三〇研究所分析测试中心, 2017:1-3.
- [13] 柳金良,宋茂生,张鑫,等. 铀内标法在溶液法制样-X 射线荧光光谱法测定天然铀产品( $U_3O_8$ )中铀的可行性研究[J]. 理化检验(化学分册), 2021, 57(9):824-829.
- [14] 柳金良,张鑫,宋茂生,等. 一种铀内标-XRF 溶液法测定天然铀产品中铀元素的方法: CN110455843B[P]. 2022-04-05.
- [15] 张鑫,柳金良,宋茂生,等. X 射线荧光法测定天然铀产品中铀含量的不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2022, 31(1):85-88.
- [16] 普旭力,王鸿辉,叶淑爱,等. 铀内标 X 射线荧光光谱法测定钨精矿中  $WO_3$  [J]. 分析试验室, 2010, 29(4):41-44.
- [17] 普旭力,吴亚全,王鸿辉,等. X 射线荧光光谱法同时测定铁矿中主次量组分[J]. 岩矿测试, 2008, 27(5):353-356.
- [18] 王翠萍,李桂荣,韩子章. 红外吸收法测定重铀酸盐中硫[J]. 理化检验(化学分册). 2003, 39(3): 185-186.
- [19] 龚明明,孙浩波,孙晓光,等. 重铀酸盐中硫酸根的浊度法测定[J]. 铀矿冶, 2012, 31(4):217-222.
- [20] 吉昂,陶光仪,卓尚军,等. X 射线荧光光谱分析[M]. 北京:科学出版社, 2003:135-136.
- [21] 蒯丽君,詹秀春,樊兴涛,等. 偏振能量色散 X 射线荧光光谱法测定硫化物矿石中的铜铅锌[J]. 岩矿测试, 2013, 32(6):903-908.

### Determination of Uranium Content in Natural Uranium Products by X-ray Fluorescence Spectrometry

ZHU Shuguang<sup>1</sup>, ZHANG Xin<sup>2,3</sup>, LIU Jinliang<sup>2,3</sup>, LIU Chao<sup>2,3</sup>, SONG Maosheng<sup>2,3</sup>,  
YAN Feiyan<sup>2,3</sup>, WANG Long<sup>4</sup>, LIU Yue<sup>4</sup>, YANG Liyuan<sup>5</sup>

(1. Hubei 303 Warehouse, Wuhan 430000, China;

2. Research Institute No. 230, CNNC, Changsha 410007, China;

3. Hunan Engineering Technology Research Center for Evaluation and Comprehensive Utilization of Associated Radioactive Mineral Resources, Changsha 410007, China;

4. China National Uranium Co., Ltd., CNNC, Beijing 100013, China;

5. China Nuclear Energy Industry Corporation, Beijing 100032, China)

**Abstract:** A method for determining uranium content in natural uranium products ( $U_3O_8$ ) by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry was established using solution sample preparation and strontium carbonate as the internal standard. The method determines that the weight of the sample is 1.00 g, and the weight of the internal standard strontium carbonate is 0.600 g. The sample is digested with 15 mL of phosphoric acid and 2 mL of nitric acid to a constant volume of 200 mL. After stirring with magnetic force, the volume of the solution is controlled using a disposable plastic pipette and an electronic scale. Instrument measurement conditions selection feature X-ray line: U- $L_{\alpha 1}$ , Sr- $K_{\alpha 1}$ , channel mask 34 mm, primary collimator 150  $\mu\text{m}$ . The linear correlation coefficient of the working curve of the method is 0.999 8, and the relative standard deviation (RSD) is between 0.031% and 0.050%, indicating good precision; The relative error between the measurement results and the recommended value of the reference material is not less than 0.034%, with good accuracy. Compared with the potentiometric titration method, the absolute deviation of this method is between 0.010% and 0.126%, and the results are accurate and reliable, meeting the requirements for rapid batch analysis of natural uranium products.

**Key words:** wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry; natural uranium product; uranium content