

Li_2MoO_4 超痕量杂质元素分析

唐晓星/马继飞/李玉兰/曹喜光

中国科学院上海应用物理研究所

中国科学院上海高等研究院

2020.12.28



钽基熔盐堆



中国科学院上海应用物理研究所

Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences

内 容

 LMO杂质分析

 高纯Cu中Th/U分析

□ 目前分析使用的方法

0.5g钼酸锂，加50ml 2% HNO_3 溶解后，ICP-MS直接上机分析。

□ 以上方法存在问题

① 存在基体干扰：基体达到1%，常规检测基体一般需控制在0.1%以下。

② 存在 MoO^+ 、 MoO_3^+ 、 MoAr^+ 多原子干扰：

MoO^+ (质量数：108-116)干扰：Ag、Cd、In；

MoO_3^+ 、 MoAr^+ （质量数：132-149）干扰：Cs、Ba、La、Ce、Pr、Nd、Sm。

③ 影响方法检出限：

Th、U 仪器定量限(LQD)：ICP-Q-MS：0.1ppt；ICP-SF-MS: 0.01ppt；

折合固体钼酸锂中Th、U定量限(LQD)：ICP-Q-MS：10ppt；ICP-SF-MS: 1ppt。

CUORE对Th U要求：0.3ppt。

□ 对钼酸锂进行去除，对待测元素进行提取浓缩

LMO初步分析结果

名称	Th ppb	U ppb	Pt ppb	Pb ppb	Cu ppb	Sn ppb
NB-钼酸锂晶体	0.09	0.34	60.7	13.8	40.1	209
NB-钼酸锂原料	0.06	0.92	0.718	1.09	10.8	198
GS-钼酸锂L1	1.06	51.9	2.13	111	< 23.5	< 1.37
GS-钼酸锂L2	10.3	8.16	2.03	163	< 23.5	< 1.37
GS-钼酸锂L3	1.61	1.99	11.6	413	< 23.5	< 1.37
GS-钼酸锂L4	0.83	1.56	110	802	< 23.5	< 1.37

名称	Cs ppb	Co ppb	Cr ppb	Bi ppb	V ppb	Tl ppb	Fe ppb	K ppb	Ni ppb	Na ppb
NB-钼酸锂晶体	358	38.7	185	443	11.5	0.842	< 200	< 3500	12.6	< 300
NB-钼酸锂原料	2.71×10 ⁵	1001	751	1843	152	188	1428	2.15×10 ⁴	130	3800
GS-钼酸锂L1	451	47.3	311	0.334	< 7.13	43.8	< 1501	5.26×10 ⁴	< 44.4	< 805
GS-钼酸锂L2	285	440	55.0	55.3	< 7.13	133	< 1501	1.58×10 ⁴	< 44.4	< 805
GS-钼酸锂L3	317	< 4.31	25.0	23.4	< 7.13	4.59	< 1501	< 3263	< 44.4	< 805
GS-钼酸锂L4	307	< 4.31	33.4	52.5	< 7.13	32.7	< 1501	< 3263	< 44.4	< 805

名称	Al ppb	Mn ppb	Ga ppb	Sr ppb	Ag ppb	Ba ppb	Rb ppb
NB-钼酸锂晶体	< 2000	-	-	-	-	-	-
NB-钼酸锂原料	< 2000	-	-	-	-	-	-
GS-钼酸锂L1	1171	13.3	6.23	56.4	39.1	337	1385
GS-钼酸锂L2	1380	26.1	30.2	140	53.6	1020	1545
GS-钼酸锂L3	< 246	3.16	9.65	< 9.81	49.0	284	44.9
GS-钼酸锂L4	< 246	133	14.1	< 9.81	51.1	403	294

注：“-”未检测

□ 酸化提取

- 钼酸锂+酸 产生钼酸沉淀，过滤去除钼酸，滤液直接上机测试
- 待测液中仍存在大量的锂，仍存在基体效应。

□ 酸化-树脂分离

- 钼酸锂+酸 产生钼酸沉淀，过滤去除钼酸
- 滤液过离子树脂 (TEVA, UTEVA) ，除锂、Cs、Cu、Pt、Ag、Al等
- 只适用于Th、U的测定

□ 共沉淀-酸化提取

- 钼酸锂碱性溶解，加沉淀剂，共沉淀 (Th、U、Pt、Ag、Al、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Ga、Tl、Pb、Sn、Bi)
- 分离沉淀、酸化溶解，上机测定
- 碱性溶液加入HF酸化，产生LiF、钼酸沉淀，分离去除，滤液可用于测定 Na K Rb Cs
- Ba Sr 与HF生成沉淀，无法测定

□ 明确具体测定杂质

□ 样品前处理过程中超低本底的控制-污染问题

类型	Th ppt	U ppt	备注
共沉淀-离心空-白管	30	1	1
共沉淀-PP管-空白	7	0.5	2
FEP酸化+树脂全流程-空白	3	3	3



□ 样品前处理过程中超低本底的控制

- 简化样品前处理过程
缩短样品暴露时间
- 环境控制：
千级洁净室、百级安全柜
- 试剂控制：
水、 HNO_3 、 HF
- 接触容器控制：
PFA、FEP



□ 目前分析使用的方法

- **样品溶解:** Cu样品+硝酸 高温溶解
- **Cu去除:** TEVA树脂收集Th, UTEVA树脂收集U

□ 分析结果

名称	平行样编号	检测项目	
		²³² Th ppt	²³⁸ U ppt
GX6	1	534	82.1
	2	136	58.4
	AVE	335	70.2
AB4	1	91.9	43.9
	2	140	55.4
	AVE	116	49.7
GX4	1	140	71.5
	2	189	91.7
	AVE	164	81.6

□ 基金申请

- 晶体分析的新技术与新方法申请
 - ② 钼酸锂晶体主量元素的分离技术及杂质元素的富集方法
 - ① 基于激光烧蚀-ICP-MS联用实现晶体中的痕量杂质元素分布成像
- 晶体生长-晶体分析共同申请

谢谢!

