

环境样品中铀、钍的联合测定

陈惠英 陈志诚

(吉林省卫生防病中心放射防护所)

一、前言

铀、钍是天然放射性元素,对人体均有危害^[1],为保证人民的健康,有必要对环境样品中痕量铀、钍加以调查.在国内分光光度法应用很广,分光光度法测定铀、钍灵敏度为 0.01—0.02 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ^[2].

本文在 TBP 硅胶柱和 N263 硅胶柱分别测定铀、钍的方法基础上^[3,4],探讨了铀、钍的联合测定条件,柱吸附的酸度,淋洗体积,共存离子的干扰及方法对环境样品的回收率.色层柱可连续使用 10 次以上.

二、仪器及主要试剂

仪器 721 型分光光度计

主要试剂 (1) 20% N 263, 二甲苯溶液. (2) 40% TBP-乙醚溶液. (3) 80—100 目硅胶. (4) 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的铀及钍标准溶液.

色层柱的制备 称取吸附有 TBP 和 N 263 硅烷化硅胶 3 克,以湿法装入垫有脱脂棉的 (10cm $\times$ 1.5cm) 酸式滴管交换柱二支,柱床高约 3cm,装柱前测铀柱充满 (2mol HNO_3),测钍柱充满 (6mol HCl),控制流速每分钟 1ml 左右,待硅胶沉下,上面再垫上一层脱脂棉,联合测定前用 1:2 HNO_3 平衡二支色层柱.

三、条件实验

1. 装柱酸度 取铀、钍标准溶液各 2 μg , 分别配成 1—8mol 硝酸溶液装柱,先经 TBP 硅胶柱接着流经 N 263 柱,分别测其铀、钍回收率,证明 4—8(mol) 硝酸介质中铀、钍回收率均在 95% 以上.为方便起见我们采取 1:2 HNO_3 体系为装柱酸度.

2. 淋洗曲线 测铀时用水洗色层柱,每

2ml 洗液测一次铀含量,6ml 水(洗液)可将 99% 的铀洗脱下来. 测钍时用 (6mol HCl) 淋洗色层柱,测量每 2ml 流出液,前 2ml 未有钍流出,12ml HCl 可将 99% 的钍洗出.

3. 干扰离子的分离 取 2 μg 铀,2 μg 钍,分别加入不同的干扰离子,分别测铀、钍的回收率. 1mg 钴、铈,1.5mg 的钪,1.2mg 的镧,10mg 的铁,12mg 的钡,20mg 的铅,10mg 的铝,50mg 的磷酸根及混合干扰离子(模拟 781 样品配制而成)均不干扰铀、钍的测定. 对于 2 μg 铀,100 μg 的钍不干扰测定,对于 2 μg 钍,1mg 铀不干扰测定.

4. 方法的验证 用该方法分别测 HGHR-781 标准样 10 次,测得铀含量为 0.9 $\mu\text{g}/5\text{ml}$,偏差 2%;钍含量为 1.09 $\mu\text{g}/5\text{ml}$,偏差 3%.

5. 方法的回收率 对配制模拟 HGHR-781 的样品进行了回收率验证. 铀的回收率为 87%,钍的回收率为 95% 以上.

6. 样品回收率的测定 取 2l 水样酸化后加入 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 铀、钍标准溶液各 1ml,加热煮沸,其他操作同样品预处理. 同时分析测定水样中铀、钍含量.

取 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干食品灰 1.00g,加到 100ml 蒸发皿中,同时加入 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 铀钍各 1ml 以下操作同样品予处理. 同时分析测定空白样品铀、钍含量.

四、样品分析

1. 工作曲线的绘制 分别取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 4.00 μg 的铀和钍的标准溶液,放入 50ml 烧杯中,加入 1:2 HNO_3 15ml 混匀后倒入已用 1:2 HNO_3 平衡

表 1 样品的回收率

样品名称	Ru%	RTh%
白菜	85.00	92.00
菠菜	90.00	90.00
大豆	87.50	85.00
鸡蛋	92.50	92.50
玉米	85.00	87.50
白面	85.00	85.00
水库水	75.00	80.00
自来水	65.00	68.00
井水	66.00	75.00

过的 TBP 色层柱,控制流速同前。待流完后,用 10ml 1:2 HNO₃ 洗杂质。再用 1ml 6mol HCl 洗柱子,再分别用 12ml 6(mol) HCl 洗脱钍,用 10ml 水洗脱铀。用 25ml 比色管承接,分别加 10% 尿素溶液 1ml, 5% 抗坏血酸溶液 1ml。摇匀后,加入 2ml 0.05% 偶氮胂 III 溶液,分别用 650nμ, 3cm 比色皿测铀, 660nμ, 3cm 比色皿测钍。

2. 样品预处理 水样: 取 2l 水样,酸化后加氯化铁载体 100mg,氯化铵 10g,溶解后加热近沸,用浓氨水调 pH 8—9,继续加热生成氢氧化铁沉淀,放置,虹吸上清液弃去。离心,弃去上清液,沉淀用氨性水洗一次,弃去上清液,加入少许浓硝酸,使之刚好溶解,配成 1:2 HNO₃ 体系的装柱溶液。

食品灰: 称取 110℃ 烘干的样品灰 1—2g,放入 100ml 蒸发皿中,用蒸馏水润湿,加入 20ml 浓硝酸,用沙浴蒸干,转入高温炉内燃烧 30 min 至样品变白。稍冷滴加 1:2 HNO₃,加热溶解残渣,用酸性水洗三次。合并滤液和洗涤液转入离心管中,加入 5g 氯化铵,待溶解后用浓氨水调 pH 8—9,加热凝聚

表 2 样品分析结果

样品名称	取样灰量 (g)	铀含量 μg/g 灰 (1)	钍含量 μg/g 灰 (1)
白菜	1.0	0.59	0.45
菠菜	1.0	0.60	0.68
大豆	1.0	0.15	0.26
鸡蛋	1.0	0.02	0.04
玉米	1.0	0.05	0.22
白面	1.0	1.23	0.92
水库水	1l	0.16	0.91
自来水	1l	0.06	0.35
井水	1l	0.16	0.35

沉淀,冷却后离心,用氨性水洗一次沉淀,弃掉上清液。沉淀用少许浓硝酸溶解,配成 1:2 HNO₃ 装柱体系,以下操作同工作曲线。

五、结果讨论

1. 主要食品分析回收率均在 85% 以上。对水样的分析铀、钍回收率均在 65% 以上。

2. 硅胶粒度在 80—100 目效果理想,粒度大回收率偏低,粒度小影响流速。制备色层粉不能有结块。交换柱可连续使用 10 次以上。

3. 加 10% 尿素溶液 1ml 即可消除 NO₂⁻ 对偶氮胂 III 对比色的影响。本方法去干扰离子较理想,对环境样品铀钍的联合测试是适用的。

参 考 文 献

- [1] 中国预防医学中心,工业卫生实验所,北京放射医学研究所,放射卫生防护基本标准 GB4792-84,第 97 页,技术标准出版社,1984 年。
- [2] 《环境放射性监测方法》编写组,环境放射性监测方法,269—270 页,原子能出版社,第一版,北京,1977 年。
- [3] 王凤池,陈惠英,环境科学,4(4),65(1983)。
- [4] 陈惠英等,中华放射医学与防护杂志,3,42,(1983)。