

2. 用盐酸萘乙二胺光度法测定二氧化氮时, 可选用 E 棉或 F 棉分离过滤器来消除大量二氧化硫、氯气、硫化氢以及盐酸气的影响。

3. 若用比浊法或光度法测定硫化氢, 则可选用 C 棉或 D 棉分离过滤器来消除大量氯气及臭气和盐酸气等的影响。

4. 用铜试剂银盐-三氯甲烷光度法测定微量砷时, 选用 E 棉或 G 棉分离过滤器均可达到消除大量硫化氢干扰的目的。

5. A 棉和 F 棉分离过滤器都有很好的抗二氧化硫的能力。

6. 经试验, 7 种抗干扰棉分离过滤器对砷化氢气体都无分离过滤能力, 但由于它是一种极弱还原性气体, 故对其他气体测定方法无影响。

四、结 论

1. 用一般气体采样器(或排水采气法等)采集大气或烟气中二氧化硫, 以碘量法(或库仑法)作为测定方法时, 则凡存在能与吸收液中碘分子反应的其他气体都产生正干扰, 凡存在能与吸收液中碘离子反应的其他气体则

产生负干扰。

2. 以品红或盐酸付玫瑰苯胺光度法测定大气中二氧化硫时, 氯气、硫化氢、臭氧或氮氧化物的存在都会产生不同程度的负干扰而使测定结果偏低, 其中氯气的干扰最为严重, 故需特别注意。

3. 测定二氧化硫时, 为了消除上述气体存在的干扰, 可在吸收管的进气口处接上本文中研制的玻璃管 B 棉分离过滤器就可消除 Cl_2 、 O_3 、 H_2S 、 NO_2 和 HCl 等气体干扰, 而对所要测定 SO_2 则无任何影响。

4. 品红和盐酸付玫瑰苯胺这两种显色剂的结构、性质和显色等条件都基本相似, 故这两种试剂可互相代用。

参 考 文 献

- [1] 中国医学科学院卫生研究所,《空气中有毒物质的测定方法》, 189, 人民卫生出版社, 1974 年。
- [2] Meixner F. X. and W. A. Jaeschke, *Environ. Anal. Chem.*, 10(1), 51(1981).
- [3] Francesco Zilio Grandi, Aldo Del Turco and Marino Ravasio, *Analyst*, 107, 17(1982).
- [4] 谢天蒸等编著《冶金环境污染分析》, 228, 江西省金属学会出版, 1981 年。

(收稿日期: 1988 年 7 月 6 日)

激光荧光法测定环境介质中微量铀

吴锦海 李金全

(上海市放射医学研究所)

自然环境中存在天然放射性核素铀及其子体, 它的含量一般在 ppm 水平, 过去常用于微量铀的分析方法有分光光度法, 固体荧光和中子活化法, 这些方法由于灵敏度低和实验条件繁杂给分析带来一定困难。七十年代末激光荧光法测定微量铀技术获得成功, 克服了长期以来环境样品分析操作繁杂等过

程。该技术测量具有灵敏度高, 检出下限低, 测量速度快, 操作简便, 取样少等优点, 尤其对天然水样测定更为方便, 可直接取自来水, 井水, 泉水, 雨水进行测量。

本文应用激光铀分析仪对上海自来水、土壤、植物和长江水中微量铀进行分析。该仪器分析基本原理是依据铀酰络合物的荧光

特性。

一、基本原理

激光分析仪采用激光荧光法来测定液体样品中微量铀,在液体中六价铀以 $(\text{UO}_2)^{2+}$ 形式存在,加入荧光增强剂后使铀酰离子络合成具有荧光效率很高的单一络合物,该络合物受氮分子激光器射出紫外激光脉冲照射产生494, 516, 540nm 波长绿色荧光,见图 1. 这种荧光强度与铀含量成正比,因此可以定量分析。同时溶液中有有机物在激光照射下也会产生荧光,该仪器采用滤光片和利用溶液中铀酰荧光和有机荧光寿命差,经过电路延迟,使有机荧光熄灭后再接受铀酰荧光达到定量分析目的,仪器的工作原理见图 2。

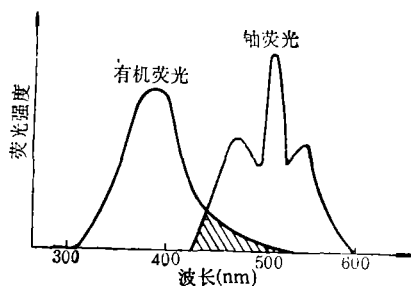


图 1 铀和有机物的荧光光谱示意图

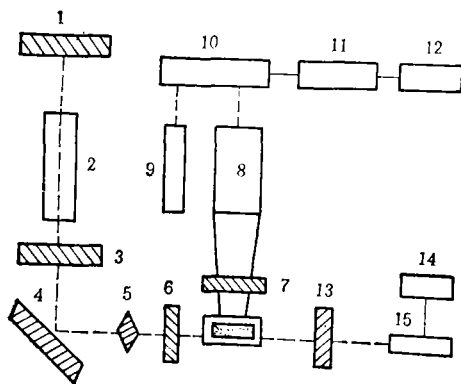


图 2 仪器工作原理

1、4. 反射镜 2. 激光管 3. 保护片 5. 透镜
6、7、13. 滤色片 8. 光电倍增管 9. 激光电路
10. 延迟 11. 测量 12. 记录 14. 监测
15. 光电二极管

二、测量方法

该仪器测量方法有两种,标准曲线法和标准加入法,标准曲线法预先用不同浓度做好标准曲线,然后样品测量后直接在标准曲线上查到相应铀含量,这方法在测量时对温度要求较高,否则就会引起差异。现较普遍应用标准加入法,它是在每次测量时加入一定量标准铀溶液并与没加入标准铀溶液计数之比求出铀含量,具体方法:准确移取 5ml 被测水样与测量杯中得到一个计数 F_0 ,加入荧光增强剂 0.5ml 得到一个计数 F_1 ,加入标准铀溶液得到一个计数 F_2 。固体样品如土壤,植物首先取 0.05g—0.1g 用酸溶方法转移成液体再进行测量。

三、计算方法

$$c_x = \frac{F_1 - F_0}{F_2 - F_1} \cdot \frac{V_x}{V_s} \cdot c_s \quad (1)$$

式中: c_x ——被测样品溶液的铀浓度,

$\mu\text{g/l}$;

F_0 ——加荧光增强剂之前铀荧光强度读数;

F_1 ——加荧光增强剂之后铀荧光强度读数;

F_2 ——加标准铀溶液之后铀荧光强度读数;

V_s ——加入标准铀溶液的体积, ml;

V_x ——样品溶液体积, ml;

c_s ——标准铀溶液的浓度, $\mu\text{g/l}$;

在上式计算有个前提,即:

$$\frac{V_s}{V_x} \leq \frac{1}{100} \quad \frac{c_s}{c_x} \geq 100$$

当加入样品溶液为 5ml, 加入的铀标准溶液体积 $\leq 0.020\text{ml}$ (1) 式就成立,否则就要考虑加入的标准铀溶液体积对样品溶液的稀释作用,这时铀浓度的计算应用下式:

$$c_x = \frac{(F_1 - F_0) \cdot (V_x + V_F)}{F_2(V_x + V_F + V_s) - F_1(V_s + V_F)}$$

$$\cdot \frac{V_f}{V_s} \cdot c_s \quad (2)$$

式中: V_f ——加入荧光增强剂体积, ml;
其它字母含义与(1)式相同

四、测量结果

我们对上海闵行开发区, 淀山湖, 动物园, 崇明

表 1 土壤中放射性铀含量 (pCi/g)

采样地点	闵行开发区	淀山湖	动物园	崇明
铀含量	1.02 ± 0.10	1.10 ± 0.31	1.16 ± 0.40	1.00 ± 0.21

表 2 植物(草)中放射性铀含量 (pCi/kg 灰样)

采样地点	闵行开发区	淀山湖	动物园	崇明
铀含量	0.58 ± 0.13	0.77 ± 0.14	0.64 ± 0.11	0.55 ± 0.28

表 3 自来水中铀含量 ($\mu\text{g/L}$)

日期(月)	1	2	3	4
铀含量	0.14 ± 0.02	0.14 ± 0.13	0.14 ± 0.01	0.15 ± 0.03
日期(月)	5	6	7	8
铀含量	0.13 ± 0.03	0.13 ± 0.04	0.15 ± 0.02	0.16 ± 0.01
日期(月)	9	10	11	12
铀含量	0.14 ± 0.01	0.17 ± 0.03	0.17 ± 0.02	0.15 ± 0.02

园, 崇明岛土壤和植物进行采样, 用激光铀分析仪测量其铀含量结果见表 1—2。我们对 1987 年上海自来水, 长江水中铀含量进行分析见表 3—4。

表 4 上海自来水、长江水中铀含量比较 ($\mu\text{g/L}$)

样品名称	丰水期	平均值	枯水期	平均值
自来水	0.13—0.16	0.15	0.14—0.16	0.15
长江水	0.47—0.67	0.57	0.42—0.87	0.65

五、讨 论

用激光荧光技术测定超微量铀是目前最方便而又灵敏的方法。其特点是操作简便, 测量快速, 试剂用量少, 精密度好等优点。但在测量时溶液酸度应控制在 pH 3—11 范围内, 温度对仪器工作有一定影响, 温度低于 6°C 荧光增强剂有沉淀析出, 温度过高荧光强度降低, 所以在测量时温度应控制在 6—30°C。本文使用仪器是国产 WGJ-1 型激光铀分析仪。

参 考 文 献

- [1] 陈维国, 辐射防护, 6, 30(1981).
- [2] 郑企克等, 核化学与放射化学, 1, 27(1981).
- [3] 张乃昌等, 核电子学与探测技术, 4, 1(1982).

(收稿日期: 1988 年 8 月 1 日)

(14)式中 $E(0)$ 及 $E(m)$ 是 $k=0, m$ 时的 $E(k)$ 值。 k 为谐波波数, $k=0, 1, 2, \dots, m$ 。本实验中 $m=20$;式中 $\rho(1)$ 是 $\tau=1$ 秒时的自相关系数。将(12)及(14)代入(13)式即可算出 $RE(k)$ 值。对每一车流状态均可求出20个 $RE(k)$ 值,其结果表示在图(2)中。

四、主要结论

1. 在180辆/h至1224辆/h离散分布的8种车流密度下,我国城市交通噪声自相关分析表明:采样数据的相关半径在4秒左右;采样间隔时间 $\Delta t=1$ 秒的采样数据,相邻数据的相关系数均在0.86以上,为明显相关。这不符合独立采样的要求;在快速采样的情况下,必需的样本时间长度应在800秒以上;当 $\Delta t < 4$ 秒时,采样数 N 应保证在 $800/\Delta t$ 以上。

2. 城市交通噪声功率谱的谐波波数一般不大于10,具有“红噪声”特点。所以,城市交通噪声实际上是红噪声调幅的宽频带噪声。5秒采样周期满足采样定理的要求。

3. 对城市交通噪声若选择过小的采样时

间间隔 Δt ,则可能导致在相关半径内采样数据个数的增加。而数据之间自相关的增强将导致统计量(等效声级 Leq)随机误差的增大,其增大量为独立采样时的0.7—0.9倍。

4. 交通噪声级的随机起伏,经显著水平为0.05的周期性检验,表明在谐波波数 $k=3-6$ 范围内,即对应周期为33秒—17秒范围内常表现出周期现象。

参 考 文 献

- [1] Bendat, J. S, Piersol, A. G 著,凌福根译,相关分析和谱分析的工程应用, p1—39, p41—73, 国防工业出版社, 1983年。
- [2] 中科院计算中心概率统计组编著,“概率统计计算”, p234—p238, p260—p265, 科学出版社, 1979年。
- [3] 黄忠恕著,波谱分析方法及在水文气象学中的应用, p26—p29, p72—p74, p93, 气象出版社, 1983年。
- [4] 周秀银著,误差理论及实验数据处理, p43, p97—100, 北京航空学院出版社, 1986年。
- [5] Chung Moo Yong, “Passenger Car Equivalence of Traffic Noise at Different Mix of Heavy Vehicles and Traffic Volume”, Proceedings of the 16th International Conference on Noise Control Engineering, Li Pei-zi, p771, Acoustical Society of China, Beijing, China, 1987.

(收稿日期 1988 年 12 月 20 日)

(Continued from p. 96)

absorb nutrient from the surrounding flow of influent. The stability of anaerobic filter depends on seed sludge, filter media and the condition of digester. Three kinds of the filter media and various wastewaters were used in this study. The result indicated that the peletith filter can remove about 95% of TOC in wastewater only 14 days after it was set up. It is evident that if the AF process was controlled in a good condition, it will start up and get stability quickly. (See pp. 51—54)

Determination of Uranium in Environmental Samples Using Laser-Fluorescence

Wu Jinghai, Li Jinqian (Institute of Radiation Me-

dicine, Shanghai)

A method for determining trace uranium in natural water, soil and plant samples is reported by using laser induced fluorescence. Fluorescence of uranium is produced due to excitation by a small nitrogen laser, and the method is simple in operation and rapid in measurement. Natural water, including seawater, riverwater, lake-water, groundwater etc. can be measured directly without preconcentration, solid and plant samples must be transformed into solution and then be measured. Concentration of uranium is determined in the range from 0.05 to 20 ppb with the detection limit of uranium in 0.05 ppb, and the accuracy of $\pm 15\%$. (See pp. 58—61)