

同位素稀释质谱法测定土壤中微量铀

李思林 侯淑彬

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 同位素稀释, 质谱法, 土壤, 铀

一、引言

同位素稀释质谱法是用途很广的一种分析方法^[1], 由于它精密度好, 准确度高, 干扰少, 所以在标准分析和仲裁分析中占有重要地位^[2], 并适用于医学, 地质等领域的研究和工业材料中微量杂质的分析。同时, 在环境科学中的应用亦日益增加。近几十年来, 由于工业的迅速发展, 土壤、水源、空气和食品中有害元素的污染已引起人们的重视。

我国在原子能利用方面已得到很大发展。建立了相应的中间工厂和核研究部门, 核电站亦开始建立。所以, 铀对环境污染问题亦日益突出。

本工作采用同位素稀释质谱法对土壤中微量铀的分析进行了研究与探讨, 并获得满意结果。从而为标准样品制备和环境监测提供了准确、可靠的分析手段。

二、实验部分

1. 仪器

工作在 MAT-260 质谱计上进行, 采用双带离子源, 法拉第筒接收离子流。

2. 样品制备

称取一定量加工成粉末状的土壤, 用 $\text{HF} + \text{HClO}_4$ 混合酸将其全部溶解, 加进稀释剂, 均匀混合后, 转换成浓度适宜的硝酸溶液。采用 TBP 萃取色层法使铀元素与杂质分离。将溶液浓缩成质谱样品。

3. 基体样品量

一次分析的基体样品(土壤), 取决于待测元素的含量、提取效率和分析仪器的灵敏度, 同时亦要考虑化学处理和均匀性等因素。本工作采用 2 g 土壤为一次分析的基体样品, 通过试验, 提取的铀能满足分析要求, 其同位素质谱示于图 1, 2。

4. 流程空白值

在土壤的化学处理过程中, 注意避免本底引进, 严格控制溶剂用量和尽量减小样品与容器的接触面积。用质谱法测量了总的流程空白, 结果列于表 1。

5. 样品中的铀同位素比 $R_{5/8}$

铀-235 与铀-238 的丰度比 $R_{5/8}$ 的质谱测量结果(经天然铀校正)为 0.726%。

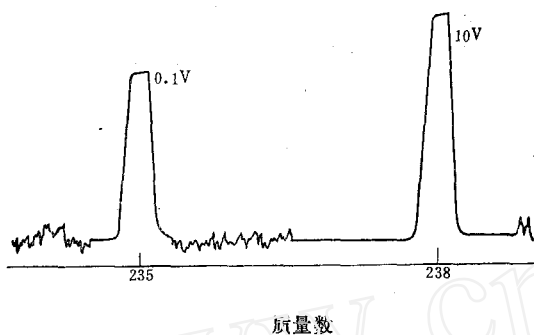


图 1 土壤中提取的铀同位素质谱
Fig.1 Mass spectrum of U isotopes in soil

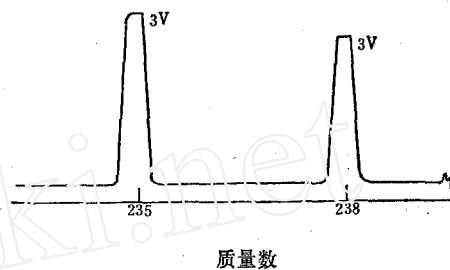


图 2 混合样品中的铀同位素质谱
Fig.2 Mass spectrum of U isotopes in mixture sample

表 1 流程空白的测量结果

Table 1 Result of measurement for blank

实 验 号	1	2	3
总流程空白值/ $\times 10^{-6}$ g	7.8	8.8	7.4
平均值/ $\times 10^{-6}$ g	8.0		

三、结果与讨论

对普通土壤中的微量铀进行了六次平行测定，结果列于表 2。

表 2 土壤中微量铀含量的质谱测定值

Table 2 Measurement value of trace uranium in soil by mass spectrometry

实 验 号	土 壤 量/g	稀 释 剂 量/ μ g	同 位 素 比($R_{235/238}$)	铀 含 量/ μ g \cdot g $^{-1}$
1	2.18460	3.6365	0.9315	1.321
2	2.19280	3.4206	1.0726	1.450
3	2.00335	3.6271	0.8404	1.262
4	2.07188	3.8928	0.9431	1.511
5	2.05390	3.5426	0.8777	1.281
6	2.06080	3.9884	0.8308	1.352
平均				1.362 \pm 0.097

此样品的铀含量曾用多种方法进行分析，分析的数据在 1.0~2.2 μ g/g 之间，该测量值正处于各种方法数据的中间位置。

在样品的处理过程中，注意避免本底引进，所以总流程空白值小到可以忽略。

根据土壤中的铀含量、流程空白值、铀的提取效率和分析仪器的灵敏度等条件，为了减少化学处理过程中带来的问题，认为一次测量的基体样品量，以 0.5~1.0 g 较为适宜。

误差主要来自于化学处理过程中的污染。因为在我们的工作中，由于条件的限制，

在进行微量级元素的操作过程中, 污染问题很难避免。另外, 土壤能否全部溶解, 关系到误差的大小。通过试验, 发现土壤的溶解与溶剂、温度、操作步骤等有关, 我们采取了相应的措施, 获得了满意的效果。

四、结 论

1. 用 HF + HClO₄ 混合酸溶解土壤, 采用 TBP 萃取色层法使铀与其它杂质分离, 能提供合格的质谱样品。
2. 本工作一次测量的基体样品为 2 g, 从试验的结果看, 使用 0.5~1.0 g 较为适宜。
3. 普通土壤中铀含量的测量结果为 1.36 μg/g, 六次平行测量的误差小于 ±8%。

参 考 文 献

- [1] 孟宪厚, 质谱, (2), 10(1981).
[2] Barnes, I.L. et al., *Anal. Chem.*, 45(6), 880(1973).

(编辑部收到日期: 1988年1月12日)

DETERMINATION OF TRACE URANIUM IN SOIL BY ISOTOPE DILUTION MASS SPECTROMETRY

LI SILIN HOU SHUBIN

(China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275, Beijing)

ABSTRACT

The certain amount of soil is dissolved by HF-HClO₄ acid. The separation of uranium from soil is obtained by TBP extraction chromatography. The trace uranium in common soil is measured by isotope dilution mass spectrometry. The result of measurement is 1.36 μg/g.

Key words Isotope dilution, Mass spectrometry, Soil, Uranium.