

用原子吸收光谱测定强放废液中的铷和铯

尉松盛

(甘肃华原企业总公司, 甘肃)

关键词 原子吸收, 铯, 铷。

一、序 言

对于铷、铯的测定, 现今最常用的方法是火焰光度法^[1,2]和原子吸收法^[3-5], 对常量的铷、铯测定有时可用络合滴定^[6]和沉淀滴定^[7,8], 只是后两种方法手续繁杂, 有时干扰大, 故应用受到限制。

由于分析的料液成份复杂, 各种杂质元素的含量变化很大, 同时料液比放较强, 采用灵敏度比较高的方法, 可减少取样量。原子吸收测定的选择性强, 分析成份比较复杂的样品, 比用其它方法有它独特的优点。

我们对仪器进行了改装, 从而将原子吸收应用到对强放废液中元素的分析, 解决了多年来未解决的问题。

二、仪器和试剂

1. 仪 器

YXF-16型原子吸收分光光度计;

乙炔发生器;

WM-5型空气压缩机;

铷、铯空心阴极灯。

2. 试 剂

(1) 碳酸钾(A.R.), 配成50mg/ml的0.1mol/l硝酸溶液。

(2) 氯化钠(A.R.), 配成50mg/ml的0.1mol/l的硝酸溶液。

(3) 铯标准溶液。准确称取在100~110°C烘过2h的氯化铯(二级)0.1267g, 用0.1mol/l HNO₃溶解稀释到100ml容量瓶中。

(4) 铷标准溶液, 准确称取在100~110°C烘过2h的氯化铷(二级)0.1415g, 用水溶解, 并稀释到100ml容量瓶中。

三、实 验 部 分

1. 仪器工作条件

仪器工作条件列于表1。

表 1 仪器工作条件
Table 1 Working condition of the instrument

元 素	空气用量/l·h ⁻¹	乙炔用量/l·h ⁻¹	燃烧器的高 度/mm	灯电流/mA	波长/10 ⁻¹⁰ m	狭缝宽度/mm
Cs	600	110	4	4	8521.1	9.1
Rb	600	110	3	4	7800	6.1

2. 体系酸度的影响

结果示于图 1 和 2。

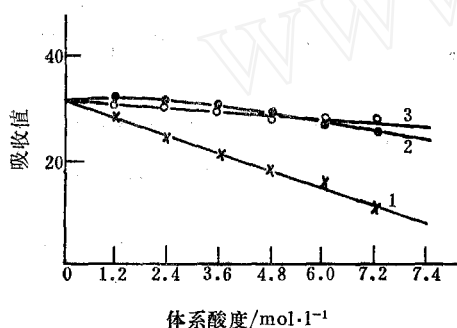


图 1 体系酸度对 Cs 的影响
Fig.1 Effect of acid concentration in system on determining cesium
1—HCl; 2—HNO₃; 3—H₂SO₄。

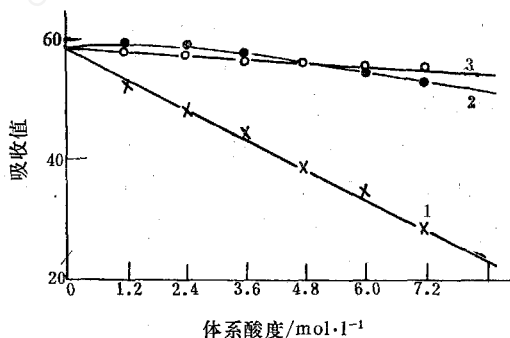


图 2 体系酸度对 Rb 的影响
Fig.2 Effect of acid concentration in system on determining rubidium
1—HCl; 2—HNO₃; 3—H₂SO₄。

3. 钠、钾对铷、铯测定的影响

结果如图 3、图 4 所示。

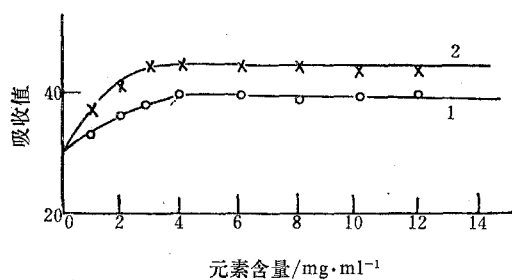


图 3 Na⁺, K⁺对 Cs 的影响
Fig.3 Effect of K⁺, Na⁺ on determining cesium
1—加入 Na⁺; 2—加入 K⁺。

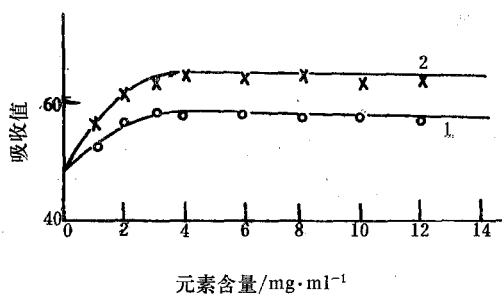


图 4 Na⁺, K⁺对 Rb 的影响
Fig.4 Effect of Na⁺, K⁺ on determining rubidium
1—加入 Na⁺; 2—加入 K⁺。

4. 其它共存杂质的影响

- (1) 测定铯时其他杂质元素的影响 结果列于表 2。
- (2) 测定铷时其他杂质元素的影响 结果列于表 3。

表 2 其它杂质元素对测定Cs的影响

Table 2 Effects of some other impurities on determining cesium

干扰元素	加入形式	干扰元素加入量/ $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$	加入 K^+ 的量/ $\text{mg}\cdot\text{ml}^{-1}$	铯的收率/%
Sr^{2+}	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ (二级)	20	3	100
		25	3	100.1
Ca^{2+}	CaCO_3 (光谱纯)	6.0	3	99.7
		8.0	2	100.1
Ba^{2+}	BaCl_2 (光谱纯)	5.0	3	100.3
		10.0	3	99.1
Fe^{3+}	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (二级)	10	3	98.7
		12	3	100.0
Cr^{3+}	$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ (二级)	10	3	97.8
		15	3	100.0
Ni^{2+}	$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ (二级)	10	3	100.1
		15	3	97.2
La^{3+}	$\text{La}(\text{NO}_3)_3$ (二级)	10	3	100.0
		15	3	100.4
Al^{3+}	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ (二级)	7.5	3	100.0
		10	3	100.4
Zr^{4+}	ZrOCl_2^* (二级)	75	3	100.0
		15	3	100.0
柠檬酸	二级	25	3	100.0
		30	3	98.4
Mg^{2+}	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ (二级)	10	3	99.8
		15	3	100.3
NH_4^+	NH_4Cl (二级)	15	3	100.3
		20	3	99.2
EDTA	EDTA-2Na (二级)	10	3	99.8
		15	3	97.4

* Zr 对铯的测量有严重影响。利用柠檬酸与 Zr 的络合能力强, 而又对铯的测量基本无影响这一点, 为此加入了 $25 \text{ mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的柠檬酸, 当样品中 Zr 的量增至 $15 \text{ mg}\cdot\text{ml}^{-1}$ 时, 铯的测量基本不受影响。对铷的测定同理。

5. 模拟 1AW 样重加回收试验

在模拟溶液中(表 4), 除铷、铯未加外, 其它杂质均按比 1AW 高 100 倍的杂质含量加入。

- (1) 铯的回收 结果列于表 5。
- (2) 铷的回收 结果列于表 6。

四、仪器改装

我们将原仪器的火焰燃烧部分进行了改装。安上了燃烧器密封箱, 能使样品的雾化燃

表 3 其它杂质元素对测定 Rb 的影响

Table 3 Effects of some other impurities on determining rubidium

干扰元素	加入形式	干扰元素加入量/mg·ml ⁻¹	Rb的收率/%	加入K ⁺ 的量/mg·ml ⁻¹	加入K ⁺ 后Rb的收率/%
Ba ²⁺	BaCl ₂ (光谱纯)	10	100.0		
		12.5	100.0		
Ca ²⁺	CaCO ₃ (光谱纯)	6.5	100.0		
		8.1	100.0		
Sr ²⁺	Sr(NO ₃) ₂ (二级)	20	100.0		
		25	100.0		
Fe ³⁺	Fe(NO ₃) ₃ (二级)	10	100.0	5	100.0
		15	100.0	5	100.0
Cr ³⁺	Cr(NO ₃) ₃ (二级)	7.5	100.0	5	100.0
		10	98.6	5	100.0
		15	97.0	5	100.0
Ni ²⁺	Ni(NO ₃) ₂ (二级)	5	100	5	100.0
		15	95.6	5	100.0
		20	90.3	5	97.2
La ³⁺	La(NO ₃) ₃ (二级)	24.6	100.0	5	100.1
		32.8	100.0	5	100.4
Al ³⁺	Al(NO ₃) ₃ (二级)	2.5	98.8	5	100.0
		7.5	88	5	96.0
Zr ⁴⁺	ZrOCl ₂ * (二级)	2.5	50	5	100.0
		7.5	40	5	100.0
		15	38	5	100.0
柠檬酸	(二级)	25	100.0		
		32	100.0		
NH ₄ Cl	NH ₄ Cl 二级	20	95	5	100.0
		25	90	5	100.0

* 同表 2 下注。

表 4 模拟溶液各元素浓度

Table 4 Concentration of elements in simulated solution

成份	浓度	加入形式	成份	浓度	加入形式
Na ⁺	2.0mol/l	NaNO ₃	Sr ²⁺	400mg/l	Sr(NO ₃) ₂
Al ³⁺	0.2mol/l	Al(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	Ba ²⁺	200mg/l	Ba(NO ₃) ₂
Fe ³⁺	0.072mol/l	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	Zr ⁺	400mg/l	ZrOCl ₂ ·8H ₂ O
Mg ²⁺	600mg/l	Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	La ³⁺	400mg/l	La(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O
Ni ²⁺	0.01mol/l	Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	U(VI)	10g/l	UO ₂ (NH ₄)(CO ₃) ₂
Cr ²⁺	0.02mol/l	Cr(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	Ce ³⁺	800mg/l	Ce(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O
Ca ²⁺	1200mg/l	Ca(NO ₃) ₂ ·4H ₂ O	H ⁺	1.0mol/l	HNO ₃

表 5 铯的重加回收试验

Table 5 Effect of extro-addition impulity on cesium recovery

加入标准铯量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	2.50	5.00	7.50
加入模拟料液量/ml	0.2	0.2	0.2
Cs的吸收值A	21.5 21	40 43	61.5 62
Cs的含量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	2.62	4.98	7.57
Cs的回收率/%	104.8	99.2	101.0

表 6 铷的重加回收试验

Table 6 Effect of extro-addition impulity on rubidium recovery

加入标准铷量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	2.00	4.00	8.00
加入模拟料液量/ml	0.2	0.2	0.2
Rb的吸收值	17 18	36 35.5	72 70
Rb的含量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	2.00	4.01	7.98
Rb的回收率/%	100	100.1	99.7

烧在密封环境下完成，防止了气溶胶的扩散，可保证人身安全。结果表明，室内空气中的 α 、 β 含量均在允许值以下。

实验证明，燃烧器密封箱只要把进气口和排气的出口开得适当，箱内气流的流动对火焰的轻微摆动发生在火焰的上部，而原子吸收测量大都在中间薄层区进行，即在燃烧器上部5~8mm处。只要这部分火焰不发生大的摆动，对测量影响不大。

对仪器的改装示于图5。

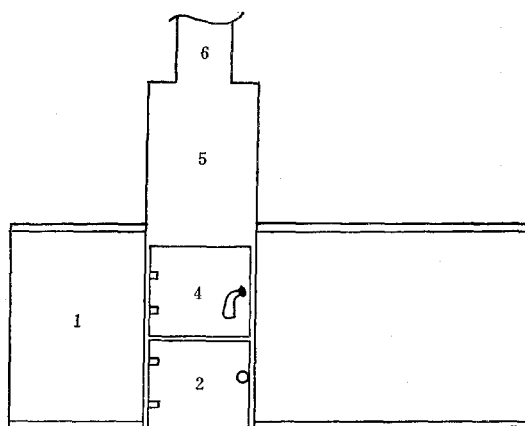


图 5 密封箱示意图

Fig.5 Sketch-diagram of enclosed box

1, 2, 3—仪器部分；4—密封箱门；
5—密封箱箱体；6—接排风系统。

五、样品分析

1. 实验样品分析

结果列于表 7。

表 7 工艺实验样品分析结果

Table 7 Result of experimental sample analysis

样品编号及元素	分析值/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	实际加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$	误差/%	
1	Cs	2.28×10^2	2.25×10^2	+1.30
	Rb	3.60×10^2	3.50×10^2	+2.86
2	Cs	4.48×10^2	4.50×10^2	-0.44
	Rb	80	80	0

2. 实际料液样品分析

结果列于表 8。

表 8 1AW 溶液分析结果

Table 8 Result of genuine 1AW analysis

样品编号	测量元素	测量结果/ $\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$
1	Cs	606
	Rb	25.0
2	Cs	1760
	Rb	35
3	Cs	1250
	Rb	30

六、小 结

1. 方法具有简单、快速的特点，能满足工艺控制分析和产品中杂质分析。
2. 方法为 1AW 料液中的稳定元素如碱金属、碱土金属等的测定提供可能。

参 考 文 献

- [1] 中国科学院青海盐湖分析室, 分析化学, 2, 43(1974).
 [2] 杨广杏、黄淦泉, 武汉大学学报, (1), 63(1964).
 [3] Janauer, G. E. et al., *J. At. Absorp. Newsl.*, 6, 3(1967).
 [4] Slavin, W. et al., *At. Absorp. Newsl.*, 4, 180(1965).
 [5] Joseph, K. T. et al., *At. Absorp. Newsl.*, 8, 127(1969).

- [6] Sousa, A., *Talanta*, **8**, 686—688(1961).
[7] Rechnitz, G. A. et al., *Anal. Chem.*, **35**(9), 1322-1328(1963).
[8] Patriarche, G. J., *Anal. Chem.*, **39**(2), 168-171(1967).

(编辑部收到日期: 1987年11月14日)

THE DETERMINATION OF CESIUM AND RUBIDIUM IN HIGHLY RADIOACTIVE WASTE LIQUID

WEI SONGSHENG

(Hua Yuan Corporation, Gansu)

ABSTRACT

Cesium and rubidium in high-level waste liquid were determined by atomic absorption spectrometry, with the instrument modified for analyzing radioactive samples. The results show that the method is effective and safe. The error of the method is less than $\pm 3\%$, and it has been used in the production of cesium.

Key words Atomic absorption spectrometry, Cesium, Rubidium.

* * *

第二届全国溶剂萃取会议在上海召开

1991年11月19日至21日在中科院上海有机化学研究所召开了第二届全国溶剂萃取会议,这是继1963年第一届全国溶剂萃取会议后的又一次盛会。来自全国各地的160名代表出席了会议。六位专家作了大会邀请报告,这些报告是:1、萃取塔式设备的进展(汪家鼎);2、混合溶剂从硫酸盐溶液中萃取分离铁的研究(陈家镛);3、萃取剂结构-性能研究的新进展(袁承业);4、萃取与界面化学(吴瑾光);5、溶剂萃取动力学研究近况(沈静芝);6、液膜分离的进展(舒仁顺)。此外,会议进行了分组交流,共交流学术论文140篇,内容涉及萃取过程化学,镧系和铜系元素的溶剂萃取,有色及稀贵金属的溶剂萃取,有机物的溶剂萃取,萃取剂的合成、结构及其性能,萃淋树脂及液膜分离,溶剂萃取在分析上的应用,萃取化工等诸多领域。代表们在会上会下进行了广泛的接触、交流,加强了联系促进了了解。会议商定下届全国溶剂萃取会议于1994年在山东济南召开,并建议我国积极争取在中国举办国际溶剂萃取会议。

(包伯荣)