

粪及组织中铀的测定

陈炳坤 耿辉

(成都五洲同位素研究所)

关键词 萃取色层, 铀, 粪, 组织

前言

铀是一种重要的核燃料,也是极毒元素之一。随着核工业的发展,对铀的卫生评价将日益深入。

通过新陈代谢过程转移到机体组织中的铀一般是易溶解的,肺组织、粪便以及从伤口部位切割下来的机体组织,大都含有不溶性铀^[1]。粪及组织中铀的测定,已有不少报道^[2-5]。关键是如何使样品完全溶解。在前文^[6]的基础上,本文对粪及组织的湿式消化和PuO₂的溶解作了些工作,并用萃取色层法进行分离测定。

实验部分

1. 主要试剂及设备

① 0.48 mol/l HF-15 mol/l HNO₃; ② 解吸液(亦是电沉积液):0.025 mol/l H₂C₂O₄-0.15 mol/l HNO₃-0.3 mol/l NH₄NO₃。试剂均为二级; ③ 玻璃萃取色层柱,内径6 mm,柱高40 mm; ④ 六路低水平α测量仪:华北辐射防护研究所,探测效率38%。仪器本底1-6计数/24 h。

2. 实验结果和讨论

(1) 实验程序 程序如下

1. 样品溶液的制备 分三步进行。

i. 粪消化:采集24 h粪样于小搪瓷盘内,经烘箱烘干、称重、研磨混匀备用。

称取2-10 g粪干或10-40 g鲜组织(肺、肝、肾)或1-5 g从伤口部位切割下来的肌肉于400 ml烧杯中,加入50 ml HNO₃,于电热板上加热溶解并继续加热蒸干、炭化、冒去油烟。继加20 ml HNO₃溶解残渣,分数次滴加20-40 ml H₂O₂,直至蒸干后残渣呈淡黄色,稍冷加入6 ml HNO₃、3 ml HClO₄溶解残渣,继续加热蒸干,冒尽白烟,再加3 ml HNO₃溶解残渣并蒸干。肝、肾样用25 ml 6 mol/l HNO₃溶解,所得溶液待用。

ii. 溶解PuO₂:加入10 ml 0.48 mol/l HF-15 mol/l HNO₃,盖上表面皿,在电热板上加热微沸溶解并蒸干(约30 min),同样操作共三次,然后再加3 ml HNO₃溶解残渣并蒸干。

注: * 组织样和肌肉样采集后贮于冰箱备用。

iii. 过滤: 加 20 ml 6 mol/l HNO₃ 溶解残渣, 用快速定性滤纸过滤, 再用 40 ml 4 mol/l HNO₃ 分三次洗涤烧杯和滤纸, 合并所得滤液待用。

2. 测定 将上述预处理所得样品溶液滴加 0.25 ml 0.2 mol/l Fe(SO₃NH₂)₂ 溶液, 摇匀放置 5 min, 再加 0.25 ml 2 mol/l NaNO₂ 溶液, 摇匀放置 5 min 后, 煮沸 2—3 min, 以除去过量的 NaNO₂。然后上柱吸附(萃取色层柱预先用 20 ml 4 mol/l HNO₃ 平衡), 用 15 ml 4 mol/l HNO₃ 分三次洗涤烧杯, 合并洗涤萃取色层柱, 再依次用 20 ml 10 mol/l HCl, 10 ml 4 mol/l HNO₃, 2 ml 水洗涤, 以上各步流速均为 3—5 ml/cm²·min。用约 50°C 解吸液 8 ml, 以 1.5—3 ml/cm²·min 的流速, 将钷解吸到电沉积槽中(解吸曲线示于图 1), 在 24 V 直流电压、400 mA 电流、10 mm 极距下电沉积 1.5 h, 终止前 1 min 加 1 ml 氨水抑制电解。取出电镀片, 用水、无水乙醇淋洗, 在红外灯下烘干后于低水平 α 测量仪上测量。

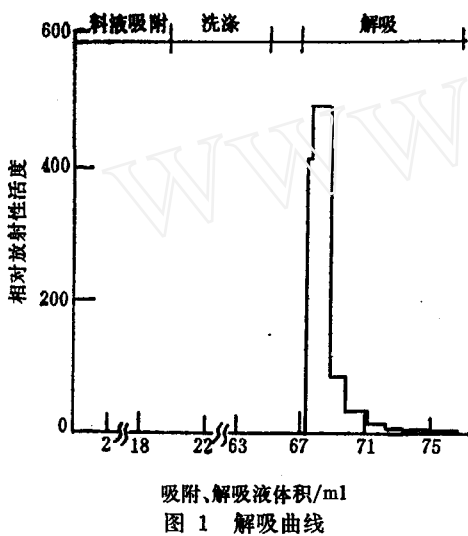


图 1 解吸曲线

(2) HNO₃ 中 HF 浓度对 PuO₂ 溶解的影响 将不同量的 HF 加入 HNO₃ 中配成混合酸, 每次取 10 ml 于烧杯中, 盖上表面皿, 在电热板上煮沸溶解经 800°C 灼烧过的 PuO₂(约 30 min 蒸干), 每次试验 4 例, 结果列于表 1。

由表 1 可见, 随着 HNO₃ 中 HF 浓度的增加, PuO₂ 溶解效率也增加。考虑到 HF 对玻璃的腐蚀, 本文选用 0.48 mol/l HF 溶解三次, 其溶解效率为 97%。

(3) 方法全程回收率 按上述实验程序对样品进行重加试验, 加入钷量为 9.43 × 10⁻² Bq, 其回收率列于表 2。

由表 2 可见, 本实验程序对上述样品中钷的回收率在 85—90%, 平均回收率为 88%。

表 1 HNO₃ 中 HF 浓度对 PuO₂ 溶解的影响

HF 浓度/mol·l ⁻¹	0.06	0.16	0.32	0.48	0.80	0.48	0.80
溶解次数	2	2	2	2	2	3	3
溶解效率 / %	59.9	70.2	88.0	92.2	91.8	97.1	98.3

(4) 探测极限

按实验程序作了 12 个空白试验, 测量 8 h, 用公式

$$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x - x_i)^2}{n - 1}}$$

计算标准偏差。试剂本底(包括仪器本底)为(1.3 ± 0.43) × 10⁻⁴ 计数/s, 探测极限按空白样品测定标准偏差的三倍计算, 其值为 3.9 × 10⁻⁴ Bq。

表 2 全程回收率

样品名称	实验用量/g	回收率/%		实验例数
		平均值	标准偏差	
粪干	4	87.8	6.4	7
肺	20	85.2	5.5	8
肝	20	89.7	8.3	8
肾	20	89.9	5.8	8
肌肉	3	88.3	7.5	7

参 考 文 献

- [1] Weik, O. J. 著, <铀手册>翻译组译, 铀手册, 原子能出版社, 北京, 1972, 28.
 [2] Langham, W.H. et al., *Health Phys.*, **8**, 753(1962).
 [3] Bair, W. J. et al., *Health Phys.*, **8**, 639(1962).
 [4] Toribara, T. Y. et al., *Talanta*, **10**, 209(1963).
 [5] 廖湘珍, 辐射防护, **4**, 251(1983).
 [6] 陈炳坤等, 辐射防护, **5**, 392(1983).

(编辑部收到日期: 1986年3月5日)

DETERMINATION OF THE PLUTONIUM IN EXCREMENT AND TISSUE SAMPLES

CHEN BINGKUN GENG HUI

(Wu Zhou Institute of Isotope Develop, Chengdu)

ABSTRACT

This paper is concerned with the determination of microamount plutonium in excrement and tissue samples. After the organisms are destroyed completely with $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2\text{-HClO}_4$, the PuO_2 can be dissolved with 0.48 mol/l HF-15 mol/l HNO_3 . The Pu can be converted into Pu (IV) with $\text{Fe}(\text{SO}_3\text{NH}_2)_2$ and NaNO_2 . Then chromatographic extraction column TOA-xylene-Kel-F is used to separate and purify Pu (IV). The column is washed with 4 mol/l HNO_3 , 10 mol/l HCl to remove U, Th, Am and other interfering nuclides. Finally, the Pu is stripped with 0.025 mol/l $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\text{-0.15 mol/l HNO}_3\text{-0.3 mol/l NH}_4\text{NO}_3$ and directly electrodeposited onto a plate. The sample plate is measured by a low-background α counting instrument.

The method is simple and rapid. The recovery of Pu is 85—90%. The detection limit is $3.9 \times 10^{-4}\text{Bq}$, and the precision better than $\pm 15\%$.

Key words Chromatographic extraction, Plutonium, Excrement, Tissue samples.