

另外在工作中采用黑度标还有一个不便之处,黑度标一般都是采用分析线与内标线的黑度之差。这里就有问题了,既然在扣除背景时不能以处于背景中的谱线黑度和背景黑度直接相减,必需要换算成强度才能扣除,那末采用 ΔS 值就困难了。除非是处于背景中的两条谱线的黑度不扣除背景,但这只有在强度完全相等的情况下,当背景相等时,才不会影响测量的结果。由于在工作中必需扣除背景,要扣除背景必需要换算成强度,既然已换算成强度,所以就不必再选用黑度标了。

以上几点意见是否正确,供大家参考,希望提出批评。

关于伏尔柯夫法测定铀的几点改进

刘先恭 陈孟阳 胡加伸

我们对伏尔柯夫法作了三点改进:(1)省去酸不溶物的过滤步骤;(2)硫酸的用量可以减少二分之一至三分之一;(3)磷酸盐沉淀可放置较长时间。实验证明,作此改进没有引入系统误差,同时在操作过程中,由于某些偶然的原因,磷酸盐沉淀要放置一段时间,也是可以允许的,这些改进,特别对于大量的样品的例行分析,更显示出其优点。

引 言

伏尔柯夫法测定铀的实验步骤是:准确称取0.1—3克的矿样,放入150毫升烧杯中,加入15—40毫升HCl(1.19)和1—3毫升H₂O₂(30%),盖上表面皿,加热20—40分钟,取下冷却后,加30—50毫升的水,加热至全部矿样溶解(如有SiO₂存在时,加热至干,预防形成胶体,妨碍过滤,蒸干后加水),过滤,用热的HCl(1—2%)冲洗沉淀和滤纸,再用热水冲洗数次。

滤液用NH₄OH(1:1)滴加至混浊时为止。此时pH=3—4,然后加5—7滴HCl(1.19)溶解混浊物,再在100—150毫升溶液中加入3—4毫升HCl(1.19),使溶液呈透明时止。

在透明的溶液中加入10—15毫升Na₂HPO₄(10%)和1—3克Na₂S₂O₄,再加4—5毫升ThCl₄(0.5%)和适当量的纸浆,搅拌并略加热,放置过夜。

第二天进行过滤(用白带滤纸),用HCl(0.1%)冲洗沉淀及烧杯,用KMnO₄检查是否洗净;洗净后用H₂SO₄(1:2)溶解到200—250毫升三角瓶中,溶解后的体积达80—120毫升(约5—6次,每次用15—20毫升H₂SO₄(1:2));在此三角瓶中滴加苯基代邻胺基苯甲酸指示剂,然后用0.01N NH₄VO₃滴定,滴定到紫红色出现即达终点。

用此法测定铀需二次过滤,所花时间较长,做一批样品需要一天,尤其在要求迅速地分析大量样品时,就显得有些不适应;同时硫酸的消耗量也较大,每份样品需用30—40毫升浓硫酸来溶解沉淀,此量也相当可观,使得成本较高。为了多快好省地进行分析,对于这些不足之处,我们进行了一些实验,企图省去一次过滤和减少硫酸用量。

另外,为了检查放置时间对分析结果的影响,对于铀的磷酸盐沉淀洗净后放在漏斗上的时间和沉淀用硫酸溶解后放置的时间,我们也作了一些实验。

实验结果与讨论

1. 省去酸不溶物过滤的步骤 实验所取的样品系钙铀云母次生矿,主要成分是硅酸盐,按照引言中所述步骤进行平行双份测定;所得结果列于表1的第2,3项中。第4项是将HCl及H₂O₂溶解样品后,所剩酸不溶物不进行过滤,直接调整酸度,还原,进行磷酸盐的沉淀,最后测

定出的鈾含量的結果。第 5 項是改進前分析結果的平均值(即 2, 3 項)與改進後的分析結果的絕對偏差,偏差值平均為 0.0007%; 而且有正, 有負, 表明沒有系統誤差。因此可以縮短操作時間約 7 小時。

表 1 省去酸不溶物過濾的步驟的實驗結果

樣品編號	改進前方法測出的鈾含量(%)		改進後方法測出的鈾含量(%)	絕對偏差(%)
	第一次	第二次		
1	2	3	4	5
1	0.0188	0.0189	0.0190	+0.0001
2	0.0181		0.0176	-0.0005
3	0.0154	0.0169	0.0164	+0.0002
4	0.0112	0.0100	0.0099	-0.0007
5	0.0283	0.0301	0.0301	+0.0009
6	0.0170	0.0172	0.0193	+0.0022
7	0.0126	0.0098	0.0096	-0.0016
8	0.0180	0.0192	0.0186	0.0000
9	0.0284	0.0288	0.0284	-0.0002
10	0.0330	0.0331	0.0327	-0.0004
11	0.0206	0.0195	0.0198	-0.0003
12	0.0672	0.0679	0.0694	+0.0018
13	0.0203	0.0201	0.0194	-0.0008
14	0.0997	0.0994	0.1001	+0.0005
15	0.1107	0.1104	0.1099	-0.0007
	0.1103	0.1109	0.1096	-0.0010
16	0.0946	0.0946	0.0943	-0.0003
	0.0947	0.0940	0.0947	+0.0003

2. 減少硫酸用量 根據原來的辦法, 磷酸鹽沉淀要用 $H_2SO_4(1:2)$ 80—120 毫升去溶解, 然後進行滴定。我們認為硫酸用量過多, 可以適當減少。為此, 進行了如下的實驗: 取兩份相同的樣品, 一份用 100 毫升 $H_2SO_4(1:2)$ 溶解沉淀, 另一份用 60 毫升 $H_2SO_4(1:2)$ 溶解沉淀, 所得結果在誤差範圍內, 證明硫酸用量可以減少。實驗結果列於表 2。

表 2 減少硫酸用量的實驗結果

樣品編號	硫酸 (1:2) 用量		絕對偏差(%)
	用 100 毫升測得值(%)	用 60 毫升測得值(%)	
S 442	0.0643	0.0672	+0.0029
S 443	0.0381	0.0387	+0.0006
S 444	0.0282	0.0293	+0.0011
S 445	0.0271	0.0250	-0.0021
S 446	0.0224	0.0214	-0.0010
S 447	0.0960	0.0946	-0.0014
S 448	0.0539	0.0526	-0.0013
S 449	0.0307	0.0298	-0.0009
S 450	0.0244	0.0268	+0.0024
S 451	0.0234	0.0226	-0.0008
S 452	0.0221	0.0226	+0.0005
			平均 0.0014

3. 磷酸盐沉淀及沉淀溶解后的溶液的放置时间 由于某些偶然的原因,不能将洗净后的磷酸盐沉淀立即溶解滴定或者沉淀溶解后不能立即滴定,但是又怕沉淀或溶液置于空气中太久易被氧化,因此我们进行了实验:取铀的标准溶液 10 毫升(1 毫升相当 0.0953 毫克 U),按实验步骤进行操作,将洗净后的沉淀放在漏斗上或沉淀溶解后放在烧杯中,盖上表面皿,置于空气中,放置一定时间后,再来溶解或滴定,所得结果见表 3(实验时温度为 15℃ 左右)。

表 3 磷酸盐沉淀及其溶解后的溶液放置时间的实验结果

	按正常操作	沉 淀 放 置			溶 解 后 放 置		
		1 小时	2 小时	4 小时	1 小时	2 小时	4 小时
1	0.952	0.954	0.964	0.960	0.952	0.954	0.966
2	0.954	0.960	0.952	0.964	0.952	0.958	0.956
平均值(毫克)	0.953	0.957	0.958	0.962	0.952	0.956	0.961
相对误差(%)		0.4	0.5	0.9	0.1	0.3	0.8

4. 改进后的实验步骤 准确称取 0.1—1 克的样品(视铀含量而定)放入 250 毫升烧杯中,加入 15—25 毫升 HCl(1.19), 盖上表面皿, 加热 10—15 分钟, 取下稍冷, 加入 1—2 毫升 H₂O₂(30%), 再加热 10—15 分钟, 取下冷却后, 加水至 100 毫升左右, 溶液用浓 NH₄OH 滴加到有少量氢氧化物的沉淀出现, 然后加几滴 HCl(1.19) 溶解氢氧化物, 随后加入 3.5 毫升 HCl(1.19), 15 毫升 Na₂HPO₄(10%), 2 克 Na₂S₂O₄, 再加 4—5 毫升 ThCl₄(0.5%) 和适量的纸浆, 搅拌, 加热至 90℃ 左右, 取下稍加搅拌, 冷却, 放置 2.5 小时以上。用定性滤纸过滤, 用 0.1% HCl 洗涤沉淀和烧杯, 用 KMnO₄ 检查还原物是否洗净; 洗净后, 用 H₂SO₄(1:2) 溶解至原来盛沉淀的烧杯中, 溶解后的体积约 60 毫升(每次约 10 毫升); 然后用少量 H₂SO₄(1:2) 洗涤烧杯壁, 在烧杯中加入苯基代邻胺基苯甲酸指示剂 3 滴, 用 NH₄VO₃ 滴定至紫红色出现即达终点。

比较不同絮凝剂从水溶液中除去放射性元素的效率

李 国 兰 颜 其 浩

为了比较四种化学絮凝剂 FeCl₃、Fe₂(SO₄)₃、Al₂(SO₄)₃ 和 Ca₃(PO₄)₂ 在处理低水平放射性废液时的效率, 我们应用了 Sr⁹⁰、Cs¹³⁷、Zn⁶⁵ 三种放射性元素的水溶液, 研究在不同 pH 值和絮凝剂用量时四种絮凝剂的去污效率, 得到 Fe₂(SO₄)₃ 除去 Sr⁹⁰ 可达 99% 以上, FeCl₃ 除去 Zn⁶⁵ 可达 99% 以上, 而对 Cs¹³⁷ 四种絮凝剂效果都不好, 最大仅有 40% 的除去率。初步探讨了去污效率不同的原因。对 Sr⁹⁰ 的水溶液进一步研究了各种络合剂对除去率的影响。

前 言

低水平放射性废液的体积一般很大, 种类很多, 一方面是来自反应堆贮池中的水和中水平废液处理后剩下的液体, 另一方面是来自各个应用同位素的实验室的废液。在英国是经过化学处理后排入海中, 美国则采取地下埋藏法。两种方法都必须有严格控制, 以保证安全。在苏联^[6]则利用化学凝聚、过滤、蒸发、离子交换等步骤, 使净化后的水的放射性强度达到允许含量。有关各种絮凝剂的沉淀效率和离子交换法去污效率, 近来研究得很多。絮凝法主要是研究 FeCl₃、Fe₂(SO₄)₃、Ca₃(PO₄)₂ 等各种絮凝剂对各种放射性同位素的共沉淀效率。长寿命的