

研究简报

原子吸收光谱法测定 ^{137}Cs 源浸泡 液中微量 Cs

陆惠宝 吴建宏 周国君

(原子能研究所, 北京)

关键词 原子吸收光谱法, 谱线干扰, 消电离剂, ^{137}Cs 。

一、前言

原子吸收光谱法测定微量 Cs, 具有操作简便、方法灵敏、快速和受干扰少等特点。文献中曾报道用此法测定油田水及卤水中的 Cs^[1,2]和矿石中的 Cs^[3]等。

本工作研究用原子吸收法测定 ^{137}Cs 源浸泡液中的微量 Cs, 从而为 ^{137}Cs 放射源的研究选择最佳工艺条件, 并为在各种情况下, 可能造成的环境污染提供分析数据。

二、实验部分

1. 仪器及测量参数

- (1) 日立厂 518 型原子吸收分光光度计, 入射狭缝宽为 1 mm, 出射狭缝的光谱通带宽为 18 Å。
- (2) 红色滤光片, 苏州光学仪器厂 1m 光栅光谱仪备件。
- (3) Cs 空阴极灯, 工作电流 13 mA, 上海光电器件厂产品。
- (4) 测量谱线波长 852.1 nm。
- (5) 水冷三缝燃烧器灯头, 测量高度 10 mm。
- (6) 空气-乙炔火焰, 空气压力 1.8 kg/cm², 流量 12 l/min, 压力 0.5 kg/cm², 流量 2.5 l/min。
- (7) 测量低浓度 Cs(0.1—1 μg/ml) 时, 稍加标尺扩展。

2. 试剂及溶液配制

- (1) 试剂 分析纯 CsCl; 一级 KCl; 光谱纯 NaCl 和 RbCl; 优级纯 HNO₃ 和 HCl。
- (2) 消电离剂溶液 用 KCl、NaCl 和 RbCl 溶于水配成。贮存液中的 K、Na、Rb 的浓度均为 20 mg/ml, 用时稀释。
- (3) Cs 的标准溶液系列 低浓度系列: Cs 浓度为 0.1、0.3、0.5、0.7、1.0 μg/ml。高浓度系列: Cs 浓度为 1、3、5、7、10 μg/ml; 标准溶液中含 K 2 mg/ml。

三、结果及讨论

1. 标准曲线弯曲的原因

在绘制标准曲线的试验中, 虽对测量条件多次试验, 但得到的曲线总是朝浓度座标方向严重弯曲, 且吸光度很低(见图 1-1)。我们认为出现这种弯曲的现象可能是由于存在不被基态 Cs 原子吸收的, 又不能被单色器分开的其它光束, 在通过出射缝进入检测器后引起的。

在原子吸收光谱分析中, 吸光度与分析元素浓度之间的关系应满足兰柏-比尔公式: 即

$$A = \lg \frac{I_0}{I_t} = kLC \quad (1)$$

如果存在一束不被基态原子吸收的, 又不被单色器分开的其它光束(I'_0)进入检测器, 则此时测得的吸光度(A')必小于式(1)中的吸光度 A 。用较小的吸光度 A' 代替式(1)中的 A 时, 便会致标准曲线向浓度座标方向弯曲。 I'_0 越大, 则曲线弯曲越厉害。

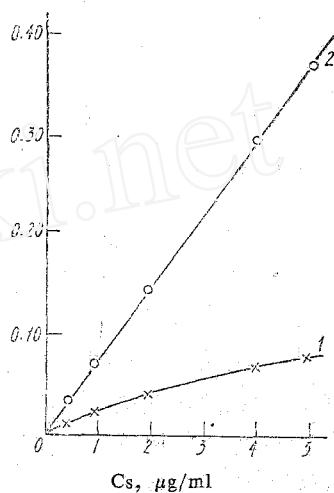


图 1 标准曲线

1——未加滤光片; 2——加了红色滤光片

2. 标准曲线弯曲的克服及干扰光束的探讨

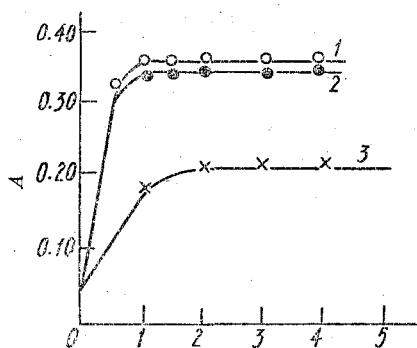
干扰光束 I'_0 的来源可能三个: (1) 杂散光; (2) 光源发出的与分析谱线 Cs 852.1 nm 重迭的谱线; (3) 光源发射的短波谱线的二级光谱与 Cs 852.1 nm 重迭。

首先, 改变仪器狭缝, 观察标准曲线的弯曲程度是否改善。结果, 狭缝减到最小, 标准曲线依然弯曲, 没有改善。在仪器入射狭缝前面加置一块红色滤光片进行试验, 结果标准曲线的弯曲得到克服, 而且吸光度大为提高, 约增加四倍(见图 1-2)。上面试验结果表明, 干扰光束 I'_0 主要是光源发射的短波谱线的二级光谱引起的。

为探讨 I'_0 的波长, 首先在不加滤光片的情况下, 分别对 Na 空阴极灯和 Cs 灯, 在 420.0—428.0 nm 波长范围扫描。结果两个灯都扫出 421.8 nm、422.8 nm、423.8 nm、425.1 nm、425.9 nm、426.6 nm、427.2 nm 和 427.8 nm 等几条 Ar 谱线波峰; 在加滤光片的情况下, 在 850.0—854.0 nm 波长范围扫描, 两个灯都扫出 852.1 nm 谱线。其次对两个灯的两条谱线 425.9 nm, 426.6 nm 和 852.1 nm 在不加和加滤光片的情况下, 观察光强的变化情况。结果, 加滤光片后, 两个灯的 425.9 nm 和 426.6 nm 的谱线光强都从 1000 下降到 0。而 852.1 nm 的光强变化, Cs 灯下降约 70%, Na 灯下降约 95%。由此证明, 干扰光束 I'_0 的主要来源是载气 Ar 425.9 nm 和 Ar 426.6 nm 的二级光谱引起, 而 Ar 852.1 nm 对 Cs 852.1 nm 的影响很小。

3. 消电离剂的比较及用量选择

Cs 是极易电离的元素。在空气-乙炔火焰中, 浓度为 $10^{-3}M$ 的溶液有 90% 左右的 Cs



消电离剂浓度, mg/ml
图 2 三种消电离剂的比较
1—Rb; 2—K; 3—Na

被电离^[4]。为提高 Cs 的测定灵敏度, 应在 Cs 溶液中加入足够量的其它易电离的硷金属元素, 以增加火焰中的电子密度, 抑制 Cs 的电离, 增加 Cs 的基态原子。

试验中还比较了 Na、K、Rb 的消电离效果, 结果示于图 2。由图 2 可知, Rb 的消电离效果最好。从实用角度考虑, 选用 K 做消电离剂为宜, 浓度选用 2 mg/ml。

4. 溶液酸度对测 Cs 的影响

文献[5]指出, 用原子吸收法测 Cs 时, HNO₃、HCl 等均具有干扰作用。在制备 ¹³⁷Cs 放射源的试验过程中需要使用酸处理样品。为此, 观察了试液中 HNO₃ 和 HCl 对 Cs 测定的影响。结果列于表 1。

由表中数据可知, 溶液中含 2% HCl 时, 使 Cs 的吸光度明显下降, 而 HNO₃ 的影响较小。

表 1 溶液酸度对测 Cs 的影响

酸浓度, % (V/V)	0	0.5		1.0		2.0	
		HNO ₃	HCl	HNO ₃	HCl	HNO ₃	HCl
吸光度	0.164	0.162	0.159	0.161	0.152	0.153	0.136

5. 共存元素及三种浸泡液对 Cs 测定的影响

¹³⁷Cs 放射源系由放射性 ¹³⁷CsCl 和蒙脱土 (Al₂O₃·4SiO₂·xH₂O) 混合后压片, 在高温下灼烧而成。因此, 在 ¹³⁷Cs 源的浸泡液中, 可能含有一定量的 Al、Si、Na、Ca 和 Mg 等元素。故试验了上述元素及不同的水介质对 Cs 测定的影响。结果见表 2。当有 2 mg/ml K 消电离剂存在时, 一般的河水、井水中的杂质不影响 Cs 的测定。

表 2 共存元素及河水井水对测 Cs 的影响

介质	去离子水	加杂质*	河水**	井水**
吸光度	0.091	0.091	0.092	0.092

Cs, 0.5 μg/ml; K, 2 mg/ml.

* 杂质 Na 40 μg/ml; Ca 20 μg/ml; Mg 10 μg/ml, Al 100 μg/ml; Si 24 μg/ml。(上述各元素浓度比全国 25 条河的平均水质浓度高 3—10 倍。)

** 均指北京房山县地区的水样。

表 3 大量 Na 存在对 Cs 的影响

Na 浓度, mg/ml	0	0.25	0.50	1.0	2.0
吸光度	0.175	0.174	0.168	0.162	0.160

C. K 做消电离剂时, 大量 Na 共存的影响

用 K 做消电离剂时, 大量 Na 共存会降低 Cs 的吸光度。实验结果表明, Na 浓度为 1 mg/ml 时, 就使 Cs 的吸光度开始降低 (见表 3)。这种影响可能是由于 Na 量较大时, 改

变溶液的物理性质所致。因此,如遇含 Na 浓度较大的样品,宜用标准加入法测定。

7. 样品分析

我们用人工合成样品(Cs 浓度为 $0.5 \mu\text{g/ml}$)和实际样品对方法进行考验。相对标准偏差($n=6$)为 $\pm 1\%$, 平均回收率($n=6$, 重加量为 $2 \mu\text{g/mlCs}$)为 103% 。

参 考 文 献

- [1] 地质科学院编,《原子吸收光谱分析经验交流会技术资料选编》,第1版,北京,地质出版社,1975年,54页。
- [2] 王继森等,分析化学,5(1)5,1977年。
- [3] 同[1];63页
- [4] 原子吸收光谱分析编写组,原子吸收光谱分析,北京,地质出版社,1973年,30页。
- [5] 同上,203页。

(编辑部收到日期:1983年5月31日)

高效液相色谱分析 Na^{125}I 溶液

陈素珍

(原子能研究所,北京)

关键词 高效液相色谱分析, Na^{125}I 溶液, $^{125}\text{I}^-$, $^{125}\text{IO}_3^-$, $^{125}\text{IO}_4^-$ 。

一、引 言

放射性碘化钠(Na^{125}I)溶液的放化纯度是指放射性核素(^{125}I)所标示的碘化钠(^{125}I)的放射性活度与溶液中碘化钠(^{125}I)和杂质碘酸根(^{125}I)等离子的总放射性活度之比。按中国药典(1977年版)推荐的鉴定方法是纸层法^[1],该方法分析时间较长,分析过程中碘易挥发^[2,3]。文献[4,5]报道采用阴离子交换色谱法,在17分钟内能分离出 $^{125}\text{I}^-$ 和 $^{125}\text{IO}_3^-$ 。

利用反相色谱法分析鉴定 Na^{125}I 的放化纯度目前在国内外文献中尚未发现同类工作报道。本文应用反相色谱法研究了 I^- 、 IO_3^- 和 IO_4^- 各组分的分离行为及 Na^{125}I 溶液中 $^{125}\text{IO}_3^-$ 和 $^{125}\text{I}^-$ 的分离行为。

二、实 验

1. 试 剂

碘化钾、碘酸钾、过碘酸钾、磷酸二氢钾、次氯酸钠和甲醇等均为分析纯。所用水为二次蒸馏水。

2. 样 品

- (1) 放射性碘化钠(Na^{125}I)标准溶液($27 \mu\text{Ci/g}$)。
- (2) 放射性碘化钠(Na^{125}I)溶液($<100 \text{ mCi/ml}$, $\text{pH}9$, 放化纯度 $>99\%$)。
- (3) 放射性碘酸钠($\text{Na}^{125}\text{IO}_3$)溶液: 1 ml Na^{125}I 溶液中加入 $50 \mu\text{l}$ NaClO 氧化而得。