

四、结 论

^{233}Pa 在 $0.1\text{M}\text{HNO}_3-6\%\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $0.1\text{M}\text{HNO}_3-0.7\text{M}\text{NH}_4\text{F}$ 介质中的电泳行为表明, 它生成带负电荷的阴离子, 迁移距离 5 厘米左右, 纸条没有因为电流大, 蒸发现象严重而被烧断的情况。结果的重现性较好。

参 考 文 献

- [1] Th Wieland und E. Fischer, *Naturwiss*, **35**, 29 (1948).
- [2] В. П Шведов и др., *Радиохимия* **1**, (4) 400 (1959).
- [3] A. G. Maddock et al., *J. Chem. Society*, (Supplementary 2), 258 (1949).
- [4] J. Shankar et al., *Inorg. Nucl. Chem.*, **25**, 57 (1953).
- [5] E. Merz, *J. Anal. Chem.*, **211**, 331 (1965).
- [6] J. Vernois, *J. Chromatography*, **2**, 155 (1959).
- [7] Z. Jakovac et al., *J. Chromatography*, **1**, 289 (1958).
- [8] 贺先运, 魏启慧, 原成[74]-008, 内部资料。

植物样品中 ^{137}Cs 灰化回收率测定

谢运棉 胡征兰

粮食和蔬菜是人民的主要的主、付食。要估算由于食物对广大群众造成的剂量, 需测定食物中放射性核素的含量。目前测定食物中放射性核素的方法, 有物理方法和放化分析两种。由于普通植物中放射性核素的含量极少(例如 ^{90}Sr 约为 10^{-12} 居里/公斤), 测量方法的灵敏度又有限, 因此, 必须将植物样品灰化, 以浓集放射性核素。放化分析约需 5—10 克灰(大约相当 1 公斤鲜样品), 而 γ 谱仪测量需要更多。这就需灰化大量的鲜样品, 故在一般生物监测中, 常采用简便的温度较高的干法灰化。

由于温度较高, 有些元素如 ^{137}Cs , ^{131}I , ^{106}Ru , ^{60}Co , ^{65}Zn 等, 会挥发损失。为了确定损失的百分数, 需做这方面的测定工作。同时, 由于影响生物样品中核素损失的因素除温度和时间外, 核素的化学状态也有较大影响^[1-5], 布林科(G. Blincoe)^[6]还提出了阴离子的性质对 ^{137}Cs 的损失影响也很大。然而, ^{137}Cs 存在于生物样品中的化学状态通常是不知道的, 因此不同生物样品实际的灰化回收率必须通过实验测定。

本文采用了三种体内标记的植物样——玉米粒、玉米叶、草样, 做了不同温度下灰化不同时间的回收率实验。

实 验

1. 使用设备

- (1) 马弗炉。炉膛尺寸: $50 \times 20 \times 12$ 厘米, 功率 4 瓩, 温度 950°C 。
- (2) XGT-101 型动圈式温度指示调节仪及镍铬-镍铝 EU-2 型热电偶。控制点误差不

超过全量程±1%。

(3) 150 毫升平底陶瓷坩埚。

(4) NaI(Tl) γ 谱仪及多道分析器。

2. 样品 实验中使用的样品是在放射性核素污染的土壤中种植的作物。成熟后整株拔下,分成根、茎、叶、种子,分别洗净,晾干后供实验用。

3. 实验程序

(1) 样品准备。将洗净的玉米粒 50 克, 切碎的玉米叶 3 克和草样 5 克, 分别放入无放射性污染的干净的 150 毫升平底陶瓷坩埚中, 外面用干净的塑料布包好, 用 NaI(Tl) γ 谱仪测其 ^{137}Cs 的 γ 放射性, 即为灰化前样品的放射性强度。

(2) 碳化。测过放射性强度的样品连同坩埚一起, 放在电炉上碳化至不冒烟(严禁着火)。

(3) 灰化。碳化好的样品编组后, 放入马弗炉内灰化。灰化温度分别为 400°C、450°C、500°C、550°C、600°C, 灰化时间分别用 4 小时、8 小时、12 小时、24 小时, 灰化到规定时间后, 将样品取出冷却, 将灰捣碎, 摊平, 测量灰样厚度并记录灰化情况, 然后仍用塑料布包好, 用 NaI(Tl) γ 谱仪测其 γ 放射性, 此即灰化一定时间和时间后的放射性强度。

灰化后的放射性强度与灰化前的放射性强度之比即为灰化回收率。

4. 实验结果 植物样品在灰化前与灰化后体积变化很大, 在测量时未进行样品厚度校正, 但计算回收率时必须校正测量的几何条件。为此, 我们测了厚度校正曲线, 如图 1 所示。曲线是在总放射性强度不变下, 逐渐加入无 ^{137}Cs 放射性的玉米面稀释, 搅匀后测定其不同厚度时的放射性强度绘制的。后面的玉米叶、草样均用此曲线进行校正。

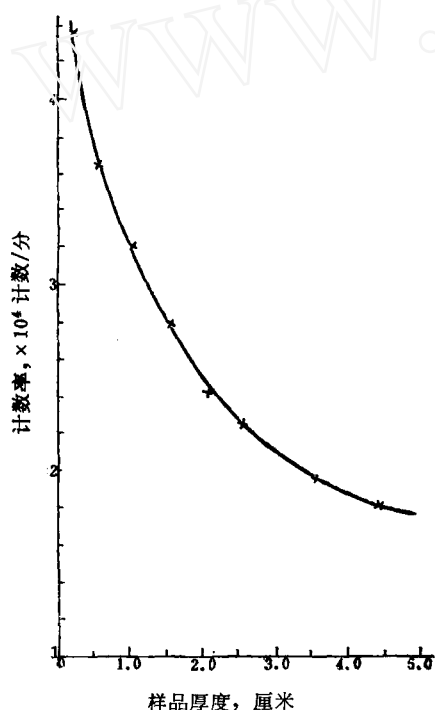


图 1 样品厚度校正曲线

$$\text{灰化回收率} = \frac{\text{灰化后放射性强度}}{\text{灰化前放射性强度}} = \frac{n_2}{K n_1},$$

其中

$$K (\text{厚度校正系数}) = \frac{\text{灰化后灰样厚度对应的计数率}}{\text{灰化前样品厚度对应的计数率}}$$

n_1 为灰化前干生物样品的计数率; n_2 为灰化后灰样的计数率。

样品灰化前后相应厚度对应的计数率可由图 1 样品厚度校正曲线查得。

按公式计算的回收率列于表 1。

讨 论

1. 由表 1 可见, 同样的样品, 随着灰化时间和温度的不同, 回收率也不同。同一温

表 1 ^{137}Cs 的干法回收率 (%)*

样品	温度 °C		400				450				500			
	时间, 小时		4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
玉米粒			103±4	98±5	94±2	93±2	—	—	—	—	100±2	93±4	92±1	90±3
玉米叶			92±4	88±6	84±8	82±2	90±0	88±3	81±2	80±3	86±9	84±8	77±5	77±12
草样			93±14	91±12	83±8	81±12	92±1	81±6	78±3	76±7	92±9	81±10	75±6	74±5

样品	温度 °C		550				600				600			
	时间, 小时		4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
玉米粒			99±2	91±4	89±4	89±4	94±2	92±4	92±6	89±5	74±7	73±6	70±4	—
玉米叶			—	—	—	—	85±10	84±9	77±1	77±10	—	—	—	—
草样			—	—	—	—	74±10	60±7	49±14	43±10	—	—	—	—

* 1. 玉米粒皆为 4 个平行样品的平均值, 玉米叶和草样为 3 个平行样品的平均值, 误差为标准偏差; 2. 炉膛温度的变化范围为 $\pm 10^\circ\text{C}$; 3. 玉米粒在 800°C 灰化时熔融, 与坩埚作用, 回收率数据不准。

度, 灰化时间越长, 损失越大。若灰化时间一样, 灰化温度越高损失越大。但是, ^{137}Cs 的损失主要发生在开始 12 小时内, 时间再延长, 损失较缓慢, 回收率趋于稳定。

2. 不同样品, 同样的灰化温度和时间, 损失不同。这可能是由于 ^{137}Cs 在不同种类的样品中存在的化学形式不同引起的。这就是说, 对不同种类的生物样品需测定其特殊的灰化损失, 而且需采用体内标记样品。

3. 实验观测表明, 400°C 时灰化不完全, 含碳量很多。玉米粒在 500°C 、12 小时条件下灰化已完全; 玉米叶、草样取 450°C 、12 小时灰化条件也比较满意, 回收率也较高。这说明, 常规监测中干法灰化仍是可取的。

4. 有些样品, 随灰化时间的延长, 损失增加很快。例如, 草样在 600°C 下灰化 4 小时, 回收率为 74%, 而 600°C 灰化 24 小时, 回收率只有 43%。

参 考 文 献

- [1] R. Nakamura et al., *J. Radiat. Res.*, **13**, 149 (1972).
- [2] G. R. Doshi et al., *Curr. Sci.*, **38**, 206 (1969).
- [3] A. Martin et al., *Analyst*, **94**, 441 (1969).
- [4] B. Boppel, IAEA-SM-148/4, 1971.
- [5] C. Blincoe, *Anal. Chem.*, **34**, 715 (1962).