

食品中 ^{241}Am 的测定

沈维明 李巧珍 张寿华

(苏州医学院放射医学系放射化教研室)

关键词 食品, PMBP-TOPO协同萃取, 微型萃取柱色层, 镅。

^{241}Am (α 辐射体)为极毒的放射性核素,它对环境引起放射性污染后可经过生物链进入人体产生危害,且长期存留,不易排出。因此,对食品中 ^{241}Am 的测定正日益受到人们的重视。

自从1963年以来,关于尿、组织、大便和空气滤料等样品中镅的测定方法报道较多^[1-7],而食品中镅的测定方法则至今未见详细报道。本文参照文献[7]中的某些实验条件,拟定了1克食品灰样中 ^{241}Am 的测定程序。全程操作3个样品的时间为一天半(不包括放射性测量)。

一、实验部分

1. 试剂与仪器 镅载体:5毫克 La^{3+} /毫升。协萃剂:0.05M PMBP-0.025M TOPO-环己烷溶液。PMBP的纯化方法见文献[8]。色层粉:50%(W)HDEHP-Kel-F^[7]。氧化剂:0.3M $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ - 3×10^{-3} M AgNO_3 -0.1M HNO_3 溶液,使用时新鲜配制。还原剂:20%硫酸锰溶液。放射性示踪核素: ^{241}Am 、 ^{242}Cm 、 ^{239}Pu 和 ^{237}Np 的硝酸溶液,均为中国科学院原子能研究所产品,其中 ^{239}Pu 溶液使用前用0.5M TTA-二甲苯纯化; U_3O_8 和 $\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 分别为光谱纯和分析纯。实验所采用的全部待测食品均为苏州市售商品。待测食品均于450—500℃下干法灰化,然后用王水加热溶解、蒸干、灼烧,再用硝酸溶解成溶液供实验用。

微型萃取色层柱^[9]: $\phi 1.5 \times 28-30\text{mm}$ 。FJ-332 α 低本底测量仪:本底为 0.0056 ± 0.0039 计数/分。

2. 分析程序 步骤如下:

(1)共沉淀 取10毫升(含1克食品灰)灰样溶解液于萃取管中,滴加过量浓氨水,搅匀并放置5分钟;离心,上清液滴加2滴镅载体溶液,搅匀、放置10分钟;离心分离,加3毫升1M氨水洗涤沉淀一次,然后滴加浓硝酸溶解沉淀,再用氨水调节溶液 $\text{pH} = 2$ 。

(2)萃取 用2份3毫升协萃剂接连萃取2次,每次混摇5分钟后离心分相;萃余水相再用1毫升苯萃洗1分钟,离心分相后将苯吸入有机相中。

(3)反萃取 用2份3毫升5M硝酸溶液接连反萃取2次,每次混摇3分钟后离心分相,水相再用2份2毫升苯接连萃洗2次,分相后将水相吸入50毫升瓷蒸发皿中,并在电炉上蒸

1983年7月14日收到。

至刚干。

(4)氧化 用2毫升0.1M硝酸溶液分3—4次溶解上述残渣并转入萃取管中,再加入1毫升新鲜配制的氧化剂。在90—95℃水浴中氧化10分钟,然后在冰水浴中冷却5分钟。

(5)萃取分离除铜 用2份2毫升协萃剂接连萃取2次,每次混摇5分钟,水相再用1毫升苯萃洗。

(6)还原 向水相中加入5滴还原剂,搅匀后放置5分钟,再用3M氨水调节溶液的pH=2—2.5。

(7)色层分离 色层柱在使用前先通入2毫升0.01M硝酸溶液,再将上述含镅溶液通过微型色层柱,并控制流速为1滴/10—15秒。然后用约1.5毫升0.01M硝酸溶液分3次进行洗涤。最后以自然流速用0.6毫升3M硝酸溶液淋洗镅至测量盘中。

(8)制源与测量 向上述测量盘中加入1滴3M氨水,于红外灯下烘干,电炉上灼烧至白烟冒完,冷却后于低本底 α 测量仪上测量。用 ^{239}Pu 标准源刻度本仪器的探测效率为28%。

二、实验结果

1. 萃取色层法分离 ^{241}Am 的回收率 准确移取0.100毫升 ^{241}Am 示踪剂于试管中,加入2毫升稀硝酸溶液,用3M氨水调节溶液pH=2—2.5。然后按分析程序中(7)、(8)操作,其中淋洗液的用量加倍并改用2个测量盘收集。测定结果列于表1。

表1 萃取色层法分离 ^{241}Am 的回收率

加入量*, 计数/分	回收量, 计数/分		第一小盘的回收率, %	测定次数
	第一小盘	第二小盘		
54.7	51.8±5.0	1.5±1.4	94.7±9.1	6

* 为6个平行样品测量的平均值;测量时间20分钟。

2. 一些食品中 ^{241}Am 的回收率 将0.100毫升 ^{241}Am 示踪剂(相当于3.26贝可)加到1克食品灰的溶解液中,按上述分析程序进行操作。结果列于表2。

表2 食品中 ^{241}Am 的回收率

(加入 ^{241}Am 量为3.26贝可)

食品名称	^{241}Am 回收率, %	标准偏差, %	测定次数
大 白 菜	70.6	5.7	7
甘 蓝	80.4	7.3	6
大 米	60.3	6.9	10
面 粉	61.2	10.8	6
奶 粉	65.4	9.3	7
蚕 豆	64.0	8.0	10
山 芋	69.3	6.2	6
鸭 蛋	75.3	5.5	6
鲢 鱼 肉	76.1	6.2	6
瘦 猪 肉	68.9	9.0	6

对1克大白菜灰溶解液,当 ^{241}Am 的加入量降为1.07计数/分(6.4×10^{-2} 贝可)时的回收率为 $72.9 \pm 8.0\%$ (测定次数为12次,每次测量3小时)。

3. 程序的去污系数 实验结果列于表3。

表3 本程序对某些核素的去污系数

核素	加入放射性, 计数/分	测得放射性, 计数/分	去污系数
U	3018	0.92 ± 0.44	3.4×10^3
Th	114	0.075 ± 0.02	1.5×10^3
^{237}Np	2.25×10^4	15.0 ± 5.3	1.5×10^3
^{239}Pu	1.09×10^4	0.1 ± 0.03	1.1×10^5
^{242}Cm	1.45×10^4	14.4 ± 3.0	1.0×10^3

注: 对各核素的测定次数均为6次, 测量时间按计数率的高低分别为20分—3小时。

三、讨论和结论

1. 本文拟定了1克食品灰样中 ^{241}Am 的一种测定程序。当样品中 ^{241}Am 含量为3.26贝可,本程序对 ^{241}Am 的回收率可大于60%。当大白菜样品中 ^{241}Am 含量低达 6.4×10^{-2} 贝可,对 ^{241}Am 的回收率仍可大于60%。本方法的最低检出下限值按仪器本底平均值标准偏差的3倍来确定,则为 1.2×10^{-3} 贝可/克灰。按照文献[9]中关于食品中 ^{239}Pu 限制浓度的确定方法,同样可推算出 ^{241}Am 的限制浓度为3.70贝可/克食品灰,因此本方法能够适用于常规监测食品中的 ^{241}Am 。用本方法对苏州市售大米、面粉、鱼、肉等1克食品灰样中的 ^{241}Am 本底值作了测定,结果均在检出下限以下。

2. 本程序对食品中铀、钍、 ^{237}Np 、 ^{239}Pu 和 ^{242}Cm 的去污系数均大于 10^3 ,能满足常规分析的要求。

3. 由于环己烷凝固点(5.5°C)较高,以及室温较高时锰容易从溶液中析出,故本程序要求在 $10-25^\circ\text{C}$ 下操作。

4. 本方法省去了电沉积制源步骤,结果仍能达到要求。具有设备简单、操作方便等优点,但程序较为繁琐。

参 考 文 献

- [1] 程荣林等译, 环境放射性监测技术手册, 内部资料, p. 126—129, 1976.
- [2] Peppard, D.F. et al., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **25**, 1175(1963).
- [3] Horm, I.F., *Health Phys.*, **20**, 641(1971).
- [4] Sill, C.W. et al., *Anal. Chem.*, **41**, 1624(1969).
- [5] Pattiet, F. et al., *Radioprotection*, **6**, 149(1971).
- [6] Delle, S.A., *J. Radioanal. Chem.*, **14**, 45(1973).
- [7] 赵敏等, 核防护, **2**, 1(1980).
- [8] 范元发等, 科技, **4**, 392(1981).
- [9] 张寿华等, 科技, **4**, 463(1982).

(下转第217页, Continued on p.217)

参 考 文 献

- [1] 许寒生等, 黑龙江化工, 1, 12(1982).
 [2] Snell, F.D., Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis, Vol. 4, Interscience Publishers, 1967, p. 175
 [3] 程鎔时, 高分子通讯, 4(3), 159(1960).

THE CONTROL OF MOLECULAR WEIGHT OF ACRYLAMIDE- ACRYLIC ACID COPOLYMER PREPARED IN AQUEOUS SOLUTION BY RADIATION INITIATION

JI HONGJIAN CHEN LIPING YANG LIANJUN

(Changchun Institute of Applied Chemistry, Academia Sinica)

ABSTRACT

The method and law of controlling the molecular weight of acrylamide-acrylic acid copolymer prepared by γ -radiation initiation copolymerization were studied. The molecular weight of copolymer can be effectively controlled by the addition of different amounts of chain-transfer agent, by changing the absorbing dose rate, the pH in reaction system and the water-bath temperature, and by using various monomer concentration. Conversion of 97—100% can be reached; and water-soluble copolymer with an intrinsic viscosity (η) of 2 to 32 dl/g can be obtained under the condition of mole ratio of the carboxyl group to the amide group being 29/71.

Key words Acrylamide, Acrylic acid, Copolymer, Absorbing dose rate, Controlling molecular weight.

(上接第247页, Continued from p.247)

DETERMINATION OF ^{241}Am IN FOOD

SHEN WEIMING LI QIAOZHEN ZHANG SHOUHUA

(Division of Radiochemistry, Suzho Medcal College)

ABSTRACT

A method for the determination of ^{241}Am in food is reported in this paper. ^{241}Am in food is first separated and purified by PMBP-TOPO-cyclohexane synergistic extraction and HDEHP-Kel-F micro column extraction chromatography, and then collected and prepared directly into a source for further determination. The recovery of ^{241}Am in one gram ashed sample of food is over 60%. The decontamination factors of U, Th, ^{237}Np , ^{239}Pu and ^{242}Cm are all over 10^3 . It is suitable for routine analysis of ^{241}Am in ordinary food.

Key words Food, PMBP-TOPO synergistic extraction, Micro column extraction chromatography, Americium.