

碘的微堆超热中子活化法测定

王 珂 侯小琳¹⁾ 张永保

(中国原子能科学研究院反应堆工程研究设计所,北京 102413)

1)(中国科学院高能物理研究所应用部,北京 100080)

对碘的超热中子活化分析法进行了研究。利用该方法在微堆上测定了血液、食品及土壤中的碘含量,计算了该方法对全血及血清中碘的探测下限。

关键词 碘 超热中子活化分析 微型反应堆

碘是一种生命必需的微量元素,是甲状腺激素的组成部分,一旦缺乏或过量就会给人体带来很大危害。我国是世界上碘缺乏病流行最广的国家,病区人口达4.25亿,占世界受碘缺乏病威胁人口的40%^[1]。为了实现在2000年消除碘缺乏病,我国政府制定了“智力工程”计划。在碘缺乏病的预防、控制和研究中,需要对各种生物、环境样品中的碘进行准确测定。目前用于碘的分析方法主要有:催化比色法^[2]、离子选择电极法^[3]、伏安法^[4]、X-射线荧光法和中子活化分析法^[5,6]。由于碘是一种易挥发元素,又易氧化和还原,一般化学方法难以准确测定。中子活化法对碘的分析灵敏度较高,但作为主要元素存在于生物或环境样品中的Na、Cl、K、Al和Mn严重干扰碘的测定。生物标准参考物质中碘的定值通常采用同位素稀释质谱法和放射化学中子活化法,由于方法复杂、费时,故极少应用。微堆是一座轻水欠慢化堆,中子照射孔道内超热中子份额较大。由于碘的超热中子活化截面($I/\sigma=24.8$)大于干扰元素的截面($I/\sigma<1.0$),故在微堆上使用超热中子活化法可极大地改善碘的探测下限。本工作利用该特点研究血液、食品及土壤中碘的测定方法。

1 实验部分

1.1 样品及标准的制备

准确称取各种固体样品及标准参考物质约100mg,热封于洁净的聚乙烯薄膜内。对于液体样品,如血液,取0.5或1.0ml分别热封于0.8ml或1.2ml聚乙烯小瓶中,然后再将其封于洁净的聚乙烯薄膜中。

准确称取一定量优级纯KIO₃,用纯水配制成11.20μg/ml的碘标准溶液,取该溶液100μl滴于φ8mm定量分析滤纸上,于室温下晾干,封于聚乙烯薄膜中,用作固体样品分析时的单比

收稿日期:1995-11-13 收到修改稿日期:1996-04-05

较化学标准。另取该溶液100 μ l于聚乙烯小瓶(0.8ml或1.2ml)中,再加入0.4ml或0.9ml高纯水,热封后再将其封于洁净的聚乙烯薄膜中制成与待测液体样品几何条件相同的单比较化学标准。

1.2 照射及 γ 谱测量

在所有样品和标准参考物质外面再包一层聚乙烯薄膜后放入氮化硼(BN)屏蔽盒中^[8],将屏蔽盒放入跑免盒内,固定密封。用快速气动传输装置送入中国原子能科学研究院微型反应堆孔道内照射10—15min,热中子注量率 $\phi=8\times 10^{11}\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 。液体样品和标准直接放于大跑免盒中,送入微堆超热中子孔道照射10—20min,热中子注量率 $\phi=4.00\times 10^{11}\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 。微堆辐照孔道分布示于图1。样品出堆冷却5min后,用微机多道分析系统测量,谱分析采用 γ 谱和中子活化专用软件PCA I/NAA。通过对¹²⁸I的443keV峰测定对碘进行定量分析。样品和标准在相同位置测量10—20min,仪器死时间小于10%。

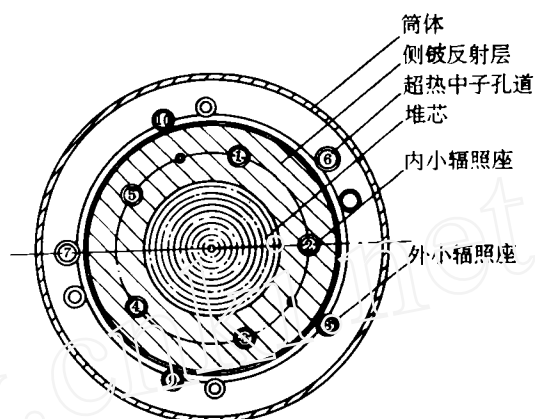


图1 微型反应堆堆芯及辐照座分布图

2 实验和结果

2.1 血清中碘的测定及其生物利用度研究

利用超热中子活化法测定了人体血清样品中碘含量,并与北京医科大学合作对不同类型碘制剂的生物利用度进行了研究。选取11名成年健康男性作为受试对象,分别在碘剂服用前及服用后不同时间抽取一定量血液,并在1h内分离得 $\sim 2\text{ml}$ 血清样品。24h内制成待分析样。表1列出服药后不同时间血清中碘的质量浓度。从表1可以看出,人体在服药后1—1.5h血清中碘含量最高,三种碘制剂的吸收规律无明显差异。

表1 11例受试者口服三种碘制剂后血清中碘的质量浓度

取血时间	水剂	片剂	颗粒剂	ng/ml
0 ¹⁾	52.0 \pm 10.7	56.1 \pm 9.4	52.3 \pm 18.8	
20min	52.1 \pm 63.8	38.0 \pm 32.0	26.8 \pm 16.2	
40min	54.1 \pm 31.4	43.9 \pm 28.2	45.4 \pm 26.7	
1h	110.4 \pm 61.2	85.1 \pm 37.1	89.1 \pm 28.5	
1.5h	79.0 \pm 66.4	61.9 \pm 28.5	72.3 \pm 39.9	
2h	63.6 \pm 53.0	33.0 \pm 22.4	63.6 \pm 67.6	
3h	41.9 \pm 45.8	25.3 \pm 22.4	57.9 \pm 43.7	
4h	39.9 \pm 38.1	18.5 \pm 14.5	22.7 \pm 13.4	
5h	52.9 \pm 66.8	26.0 \pm 16.9	52.5 \pm 36.8	
6h	27.7 \pm 18.1	26.6 \pm 21.7	49.1 \pm 38.2	
8h	20.5 \pm 24.7	23.2 \pm 24.7	34.5 \pm 24.8	
12h	26.4 \pm 44.8	8.2 \pm 13.4	20.0 \pm 18.7	

注:1)0为服用制剂前的血样,是测定血碘浓度的基础值,服用制剂后各时间血碘浓度值皆已减去本人基础值

根据 Currie 公式^[9]可计算得出,本实验条件下本方法对血清中碘的探测下限为8ng/ml。

2.2 膳食样品中碘含量测定

表2列出了北方某地区11类膳食样品中的碘含量(质量分数 w_1)和全堆谱活化及超热中子活化法对这几类样品中碘的探测下限。从表2可以看出,对不同类型样品,碘的探测下限是不同的,但一般超热中子活化法对碘的探测下限优于全堆谱中子活化法3—4倍。

表2 我国北方某地区膳食样品中碘含量(质量分数 w_1)分析结果及该方法对碘的探测下限

样品名	$w_1/10^{-6}$	探测下限/ 10^{-6}	
		全堆谱活化	超热中子活化
谷类	0.35±0.07	0.051	0.034
豆类	0.27±0.05	0.076	0.023
薯类	0.31±0.06	0.043	0.014
肉类	0.37±0.07	0.175	0.049
蛋类	1.00±0.12	0.193	0.059
水产类	1.26±0.10	0.070	0.022
乳类	0.57±0.06	0.038	0.014
蔬菜	0.76±0.17	0.126	0.056
水果类	0.08±0.01	0.161	0.007
糖类	0.019±0.004	0.0089	0.002
饮水	0.002±0.0004	0.0032	0.001

注:1)4次测量计算结果的平均值及标准偏差

2.3 地质和环境样品中碘的测定

一般地质样品中碘含量较生物样品稍高,但它们的基体较为复杂,干扰元素的含量常比生物样品高一、二个量级且干扰元素较多,故其测定也较困难。本工作用超热中子活化法测定了几种地质和环境样品中碘含量,分析结果列入表3。从表3可以看出,虽然样品中碘含量较高,但分析精密度并不比生物样品好。

表3 几种地质和环境样品中碘含量(w_1)的测定 $\times 10^{-6}$

浙江红壤	浙江青紫泥	西红柿叶	海底沉积物
13.51±1.10	14.82±1.20	0.95±0.07	8.52±0.68

2.4 标准参考物质中碘的测定

为了检验分析结果的可靠性,本工作分析了美国标准参考物质 NIST-SRM-1571(果叶), NIST-SRM-1566(牡蛎)和我国标准参考物质 GBW-0310(沉积物)中碘含量,分析结果列入表4。从表4可以看出,分析结果与推荐值吻合较好,说明该方法的分析结果是可靠的。

表4 三种标准参考物质中碘含量(w_1)测定结果 $\times 10^{-6}$

样品	w_1 (测定值)	w_1 (推荐值)
NIST-SRM-1571	0.169±0.010	0.170
NIST-SRM-1566	2.880±0.040	2.80
GBW-0310	1.95±0.23	1.80

3 结 论

应用微堆超热中子活化法测定碘,样品照射前后不需进行任何化学处理,从而避免了碘的丢失和沾污,分析准确度较高。由于 ^{128}I 的半衰期仅约25min,要求分析每个样品的时间较短,采用本方法分析大批量样品,每个样品的分析时间小于30min。另外,该方法的探测下限为1—60 ng,可以满足大部分样品中碘的分析要求。

参 考 文 献

- 1 吕建国. 全球碘缺乏病的最新统计. 中国地方病杂志,1994,13(4):222.
- 2 杨 林,钱 沁. 催化比色法测定饲料中碘含量. 分析测试通报,1989,8(5):15.
- 3 谢声洛. 离子选择性电极分析技术. 第1版. 北京:化学工业出版社,1985.
- 4 Ortiz K, Marquez OD, Marquez J. Cathodic Stripping Determination of Iodides in Mixtures. *Anal Chim Acta*,1988,215(1/2):307.
- 5 Povel J, Fille M, Frey V. Determination of Iodine in Biological Materials by X-ray Fluorescence Spectrometry. *Fresenius J Anal Chem*,1988,331(1):51.
- 6 Rao RR, Chatt A. Preconcentration and Radiochemical Neutron Activation Analysis of Low Level of Iodine. *Trans Am Nucl Soc*,1991,64:12.
- 7 Dermelj M, Stibiji V, Stekar J, et al. Simultaneous Determination of Iodine and Selenium in Biological Samples by Radiochemical NAA. *Fresenius J Anal Chem*,1991,340(4):258.
- 8 Hou Xiaolin, Wang Ke. MNSR Epithermal Neutron Activation Analysis and Its Application. *J Radioanal Nucl Chem*,1996, in press.
- 9 Currie LA. Limits for Qualitative Detection and Quantitative Determination. *Anal Chem*,1968,40(3):586.

DETERMINATION OF IODINE WITH EPITHERMAL NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS ON MINIATURE NEUTRON SOURCE REACTOR

Wang Ke Hou Xiaolin¹⁾ Zhang Yongbao

(China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275(75), Beijing 102413)

1)(Institute of High Energy Physics, the Chinese Academy of Science, P. O. Box 2732, Beijing 100080)

ABSTRACT

Epithermal neutron activation analysis is used to determine the content of iodine in human serum, Chinese diets, some geological and environmental materials. The detection limit of iodine under the experimental conditions is calculated.

Key words Iodine Epithermal neutron activation analysis Miniature neutron source reactor