

用HDEHP萃淋树脂分离测定尿中 ^{90}Sr

陈炳坤 徐剑英

(成都五洲同位素研制所)

关键词 HDEHP萃淋树脂, 尿, ^{90}Sr 。

前言

文献[1]报道, 萃淋树脂是一种含萃取剂的树脂, 一般是以苯乙烯-二乙烯苯为骨架, 基本上是大孔结构和含有一种选择性萃取剂的共聚物的总称。其外观与一般圆球状的离子交换树脂相同, 其中的活性组分为萃取剂。因此它具有离子交换树脂和萃取剂两者之优点, 具有水力学性能好, 萃取剂流失少、使用寿命长(比采用一般担体的萃取色层法含萃取剂量要高)、装柱简单、流速快等优点。本文就 HDEHP 萃淋树脂对钷的分离作了一些探讨, 并成功地运用于尿中 ^{90}Sr 的快速测定。方法简单、快速, 对Sr, Ca, Mg的分离较满意, 对其他裂变元素去污是好的, 钷的放化收率与化学收率相一致, 近90%; 方法可探测下限为 $7.5 \times 10^{-2} \text{Bq/l}$ 。

试剂和仪器

1. 试 剂

(1) HDEHP 萃淋树脂(CI-P₂₀₄) 60-75目, HDEHP 含量约60%, 北京铀矿选冶研究所产品。

(2) 铬黑T指示剂 称取0.25g铬黑T与25g NaCl 混合, 磨细, 贮于棕色瓶内, 保存于干燥器中。

(3) EDTA 二钠溶液 1.00ml溶液约含3.00mgY。

(4) 锌滴定液 1.0ml滴定液约相当于2.0mgY。

(5) 铈载体溶液 50mgSr/ml, 0.1mol/l HNO₃溶液。

(6) 钷载体溶液 15mgY/ml, 0.5mol/l HNO₃溶液。

标定 吸取四份1.00ml钷载体溶液于100ml烧杯中, 加入10ml EDTA 二钠溶液、5ml 1:3三乙醇胺溶液和50ml水, 用氨水调节溶液pH至8-9, 加入少量铬黑T指示剂, 用锌滴定液滴定至终点。

2. 仪 器

(1) FJ-332 β 低本底测量仪, 国营二六二厂生产, 对 ^{90}Y 的探测效率为17.6%, 仪器本底为1.0计数/min。

(2) 可卸式玻璃漏斗, 自制。

(3) 玻璃萃取色层柱 见文献[2], 内径6mm; 称取1.1g HDEHP 萃淋树脂, 用水浸泡24h, 湿法装入下端垫有玻璃毛的萃取色层柱内, 上面再盖上少许玻璃毛, 柱高约100mm。

1986年3月1日收到。

实验结果和讨论

1. 萃取色层柱对钇的分离—正交试验法^{〔8〕}

(1) 因素和水平表, 见表1。

表1 因素和水平表

编号	吸附酸度, pH	吸附流速, ml/min	解吸时HNO ₃ 浓度, mol/l	解吸流速, ml/min
1	0.5	1.0	5.0	0.5
2	1.0	2.0	6.0	1.0
3	1.5	3.0	7.0	1.5

(2) 实验方法及结果 根据拟定的吸附酸度、吸附流速、解吸时HNO₃浓度、解吸流速, 按正交表L₉(3⁴)安排实验。控制上柱吸附体积为20ml, 用40ml 1.5mol/l HNO₃洗涤, 20ml解吸液解吸, 用铈滴定液滴定来确定钇载体的收率。共进行九号试验, 每号试验重复三次, 钇载体收率以三次试验的平均值表示, 结果列入表2。

表2 色层柱对钇分离试验直观分析表

试验号	吸附酸度, pH	吸附流速, ml/min	解吸时HNO ₃ 浓度, mol/l	解吸流速, ml/min	钇载体收率, %
1	1	1	1	1	96
2	1	2	2	2	91
3	1	3	3	3	80
4	2	1	2	3	93
5	2	2	3	1	92
6	2	3	1	2	81
7	3	1	3	2	96
8	3	2	1	3	93
9	3	3	2	1	83
K ₁	267	285	270	271	
K ₂	266	276	267	268	
K ₃	272	244	268	266	
$\bar{K}_1$	89.0	95.0	90.0	90.3	
$\bar{K}_2$	88.7	92.0	89.0	89.3	
$\bar{K}_3$	90.7	81.3	89.3	88.7	

(3) 各因素与钇平均回收率的关系直观图 其图示于图1。图1表明, 对钇的回收率主要影响因素是吸附流速, 其他三个因素在试验范围内影响不显著。本实验所选定参数如下: 吸附酸度为pH=0.5—1.0; 吸附流速为1.0—2.0ml/min; 解吸时HNO₃浓度为6.0mol/l; 解吸流速为1.0ml/min。

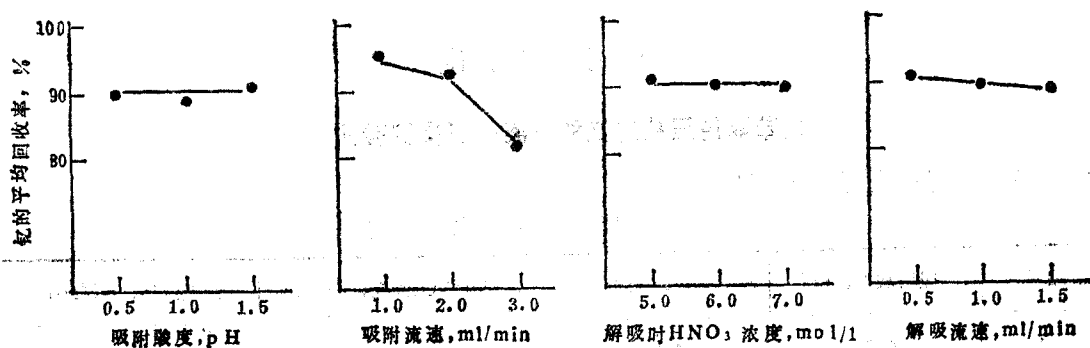


图1 各因素与钇平均回收率的关系

2. 解吸曲线

在选定的条件下, 钇的解吸曲线如图2所示。由图2表明, 20 ml 6 mol/l HNO_3 足以定量解吸钇。

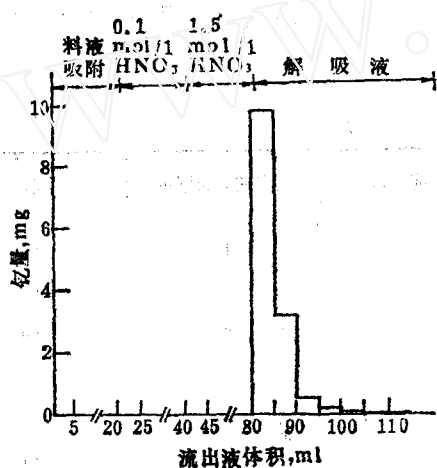


图2 钇的解吸曲线

均达 10^4 。经衰变测量及最小二乘法进行半衰期的实际计算, 钇的半衰期为 63.6h, 它与文献[4]值相接近。

表3 裂变产物中主要放射性核素的去污

核素名称	^{137}Cs	^{134}Cs	^{144}Ce	^{106}Ru	^{95}Zr	^{95}Nb	^{125}Sb
加入量, Bq	5.2×10^5	2.1×10^4	1.8×10^6	4.7×10^5	2.7×10^3	6.5×10^3	2.1×10^4
去污系数	6.3×10^4	$> 3.3 \times 10^3$	1.6×10^3	$> 6.9 \times 10^3$	7	$> 7.0 \times 10^2$	$> 8.1 \times 10^2$

5. 方法全程放化收率与化学收率

在 750 ml 尿中加入一定量已达平衡的 ^{90}Sr - ^{90}Y 标准源, 按推荐程序快速法操作, 结果列入表4。

表4 方法全程放化收率与化学收率

试验号	加入Y量, Bq	回收Y量, Bq	放化收率, %	加入Y载体量, mg	回收Y载体量, mg	化学收率, %	相差, %
1	2.93	2.75	93.9	14.98	13.59	90.7	3.2
2		2.72	92.8		13.35	89.1	3.7
3		2.50	85.3		12.84	85.7	-0.4
4		2.57	87.7		12.96	86.5	1.2
5		2.50	85.3		13.37	89.3	-4.0
6		2.60	88.7		13.84	92.4	-3.7
7		2.58	88.1		13.17	87.0	0.2
$\bar{X} \pm S$			88.8 ± 3.4			88.8 ± 2.5	

从表4可见, 放化收率与化学收率相一致。

6、方法可探测下限

本方法的试剂本底(包括仪器本底)为 1.1 ± 0.17 计数/min(试验8例, 测量30 min)。可探测下限按其平均值标准偏差的三倍来确定, 其值为 7.5×10^{-2} Bq/l。

小 结

应用HDEHP萃淋树脂分离测定尿中 ^{90}Sr , 方法简单快速, 一个工人在一个工作日可完成6个尿样的测定; 色层柱可重复使用15次, 不降低Y的收率。方法对Ca, Mg, Sr及其他裂变元素去污良好。它适用于大量低水平尿样的常规监测和事故监测, 也适用于水及其他生物样品中 ^{90}Sr 的测定。

推 荐 程 序

1、尿样预处理

(1) 量取750 ml尿样于1 l烧杯中, 加入15 mg钇载体、50 mg锶载体, 再加10 ml HNO_3 、5 ml H_2O_2 , 加热煮沸15 min。

(2) 用氨水调节尿样pH至7左右, 加入10 ml饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ 溶液, 继续手搅2 min, 于冷水浴中冷至室温后倾去上清液, 抽滤, 依次用少量水、无水乙醇洗涤沉淀。

(3) 将沉淀连同滤纸移入250 ml烧杯中, 用15 ml的6 mol/l HNO_3 溶解沉淀并洗涤滤纸(弃滤纸), 加入5 ml H_2O_2 加热蒸至近干。再用2 ml的2 mol/l HNO_3 溶解残渣, 以水稀释至20 ml左右。

2、快速法分离和测定

(1) 色层柱预先用20 ml 0.1 mol/l HNO_3 平衡, 将试料上柱吸附, 记下吸附中间时刻为锶、钇分离时间。用20 ml 0.1 mol/l HNO_3 洗涤, 流出液合并供放置法测 ^{90}Sr 用, 再用40 ml 1.5 mol/l HNO_3 洗涤色层柱。流速均为1-2 ml/min。

(2) 用20ml 6mol/l HNO₃解吸钇, 流速为1ml/min。

(3) 解吸液中加入5ml饱和草酸, 加热至70—80℃, 用氨水调节溶液pH至1.5—2.0, 于冷水浴中冷至室温。

(4) 用可卸式玻璃漏斗抽滤, 依次用少量0.5%草酸、水、无水乙醇洗涤沉淀并抽干。

(5) 将沉淀连同滤纸固定在不锈钢测量小盘中, 在红外线灯下烘干后, 于低本底β测量仪上测量30min。测量后将沉淀用10ml EDTA二钠溶液溶解, 加入5ml 1:3三乙醇胺, 50ml水和少许铬黑T, 用铈滴定液滴定, 求算钇的化学收率。

3. 放 置 法

将2(1)流出液合并收集于50ml容量瓶中, 以0.1mol/l HNO₃稀释至刻度。取1ml于原子吸收分光光度计上测定铈含量, 计算铈的化学收率。向容量瓶中加入1ml(15mg) 钇载体溶液, 放置14d待⁹⁰Sr-⁹⁰Y平衡后, 从2(1)开始同快速法一样分离和测定。

董灵英同志曾对本工作给予帮助和指正, 特此致谢。

参 考 文 献

- [1] 董灵英, 铈矿冶, 3, 33(1983)。
- [2] 陈炳坤等, 辐射防护, 5, 392 (1983)。
- [3] 方荣利等, 核防护, 2, 47 (1980)。
- [4] 马崇智等编, 放射性同位素手册, 科学出版社, 北京, 1979年, 559页。

SEPARATION AND DETERMINATION OF ⁹⁰Sr IN URINE WITH HDEHP LEVEXTREL RESIN

CHEN BINGKUN XU JINGYING

(Wu Zhou Institute of Isotope Develop, Chengdu)

ABSTRACT

In this paper, a method for the rapid determination of ⁹⁰Sr in urine is described. After the urine sample is concentrated by carbonate coprecipitation, the ⁹⁰Y is separated with HDEHP levextrel resin. Then, it is precipitated as Y₂(C₂O₄)₃ for measurement of its β-activity. According to the β-counts, the amount of ⁹⁰Sr in the urine can be calculated.

The method is simple and rapid. The separation of Sr, Ca, Mg is satisfactory, the decontamination for fission product elements is good. The recovery of radiochemical Y is consistent with its chemical recovery, about 90%. The detection limit of the method is 7.5×10⁻² Bq/l.

Key words HDEHP levextrel resin, Urine, ⁹⁰Sr.