

11-15

沉积物中 ^{210}Pb 的测量方法

宋树林 陈 琳

(国家海洋局第一海洋研究所, 青岛, 266003)

P736.41

A

摘 要 本文介绍了一种测定沉积物中 ^{210}Pb 的方法。沉积物中的 ^{210}Pb 用 HNO_3 和 HF 消化, 然后 ^{210}Po 在 $85\sim 90^\circ\text{C}$ 下从 0.5mol HCl 介质中自沉积在银片上, 其全程放化回收率为 $85.0\pm 4.9\times 10^{-2}$ 。

关键词 ^{210}Pb 测定方法 自沉积 全程放化回收率

^{210}Pb 是天然放射性铀系的一个成员, 半衰期 22.26a 。它极易与颗粒物质结合, 而且一旦结合不易解吸, 在地质层中一般也不发生迁移。另外, 它的子体 ^{210}Po 比较容易测量, ^{210}Pb 方法测量沉积物的时间跨度为 100a 左右。因此它作为地球化学示踪剂, 测定江河、湖、港湾和近海沉积物的沉积速率、地质年代和污染史得到广泛的应用。

本文介绍了一种快速、准确地测定沉积物中 ^{210}Pb 的方法, 并对 ^{210}Po 自沉积时的最佳条件进行了讨论。

1 主要试剂和仪器

1.1 ^{208}Po 示踪液

^{208}Po 的标准溶液由中国科学院原子能研究所提供。用 2mol 盐酸把标准溶液稀释为 336mBq/cm^3 的标准使用液。

1.2 自沉积装置

自沉积装置由 150cm^3 玻璃杯、电热恒温磁力搅拌器和一套特别的聚四氟乙烯电镀架组成。电镀架的具体结构如图1所示。

2 分析程序

2.1 样品消化

称取 $5\sim 10\text{g}$ 研磨好的底质样品, 放入聚四氟乙烯消化罐中, 缓慢地加 6cm^3 浓 HNO_3 ,

本文于1993年12月13日收到, 修改稿于1994年4月28日收到。

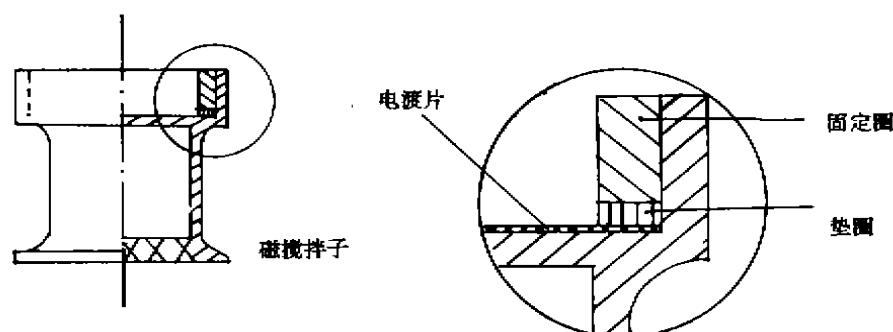


图1 电镀架示意图

和 6cm^3 浓 HF , 反应平缓后加 0.5cm^3 ^{208}Po 标准使用液。将消化罐放到恒温水浴中消化 6h , 水浴温度保持在 95°C 。

2.2 自沉积溶液的制备

用 0.5molHCl 把消化罐中的溶液和沉积物残渣一起转移到聚四氟乙烯烧杯中, 然后在电热板上加热煮沸。当样品差不多干了便加入 20cm^3 浓 HCl , 再煮到差不多干, 重复蒸煮两次。

用 0.5molHCl 溶解残渣并把它们转移到 50cm^3 离心管中。用 $10\sim 20\text{cm}^3$ 0.5molHCl 洗涤残渣两次并离心分离, 合并上清液。加 0.5g 抗坏血酸和 1g 盐酸羟胺, 最终溶液的体积控制在 100cm^3 左右。

2.3 自沉积过程

用细金相砂纸去掉银片(或镍片)上的氧化层, 然后依次用甲醇和蒸馏水清洗其表面。把银片(或镍片)放在带有磁搅拌子的电镀架上, 放入装有自沉积液的烧杯中。将烧杯放在恒温电磁搅拌加热器上, 在 $85\sim 90^\circ\text{C}$ 下自沉积 6h 。

从电镀架上取银片(或镍片)依次用甲醇和蒸馏水洗涤, 让其在培养皿中自然干燥。

2.4 样品测量

样品干燥后, 用国产 FH1908 型低温 α 谱仪 Φ_{12} 金硅面垒探测器配合 4906 道脉冲高度分析器测量 ^{208}Po 的活性, 测量误差小于 3×10^{-2} 。

3 结果和讨论

3.1 消除 Fe^{-3} , Se^{+4} 和 Te^{-4} 的干扰

底质样品中存在 Fe^{-3} , Se^{+4} 和 Te^{-4} 等离子, 它们都能在弱酸介质中沉积在银片(或镍

片)上,干扰 ^{210}Po 的沉积,减小沉积效率。在 ^{210}Pb 测量的早期工作中,通常都用沉淀的方法浓集 ^{210}Po 和消除这些离子的干扰。后来,Flynn做了大量实验,发现加入一定量的盐酸羟胺和降低溶液的 pH 可以消除上述离子和其它氧化剂的干扰,不需要做预处理,当向溶液中加入 1g 盐酸羟胺, pH 为 2 时,100mg Fe^{+3} 和 10mg Te^{+4} 的存在不影响放化回收率^[1]。在我们的实验中,除了向溶液中加入 1g 盐酸羟胺外,还加了 0.5g 抗血酸,以便进一步消除 Fe^{+3} 的干扰。

3.2 沉积温度和回收率的关系

沉积温度和回收率的关系表示在图 2。随着溶液温度的增加,离子运动速度加快,有利于自沉积,所以随着温度的增高回收率逐渐增加。但随着温度的升高,银片的表面容易出现气泡,影响沉积。温度越高,气泡越容易形成,所以温度一般控制在 $85\sim 90^\circ\text{C}$ 。为了减少银片表面上形成气泡,我们采用了特殊构造的电镀架,其底部与电磁搅拌子形成一体,搅拌子旋转时,电镀架也随着旋转。由于离心力的作用,银片上不易形成气泡。这一改进省掉了每隔一段时间就需要去掉银片上气泡的工作,同时提高了化学回收率。

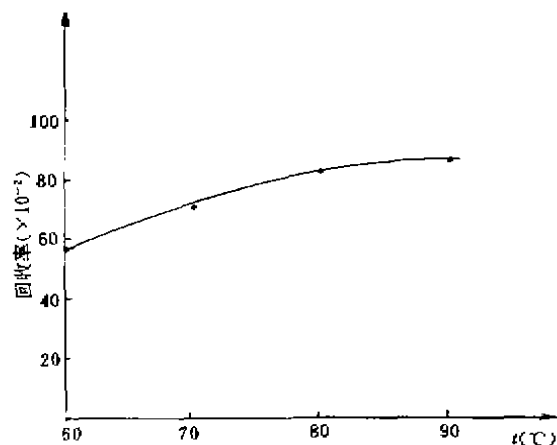


图 2 沉积温度和回收率的关系

3.3 沉积时间和回收率的关系

沉积时间和回收率的关系表示在图 3。从图 3 可以看到,回收率随着沉积时间的延长而增加。在起始阶段回收率增加得比较迅速,沉积时间为 1h,回收率达 43×10^{-2} ,但后来增加得就越来越慢,沉积时间由 4h 增加到 6h,回收率只增加了约 6×10^{-2} ,所以不能靠无限延长沉积时间来提高回收率。从实验结果来看,沉积时间以 4~6h 为宜。

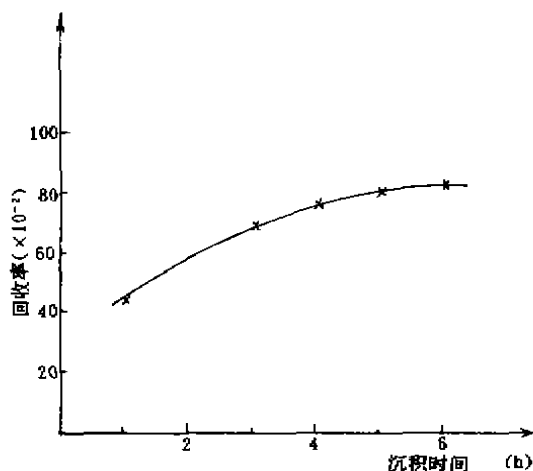


图 3 沉积时间和回收率的关系

3.4 不同电镀材料对回收率的影响

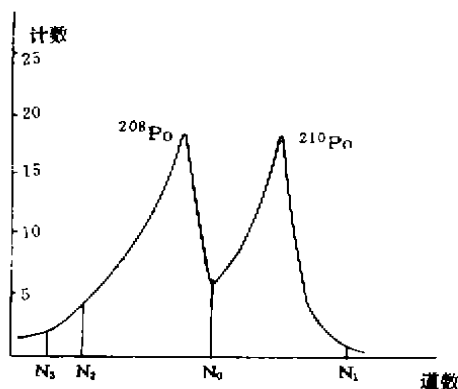
^{210}Po 自沉积时使用的电镀片一般是银片,但银片的价格较高。据Richard报道:镍片可以做 ^{210}Po 自沉积的电镀材料,而且在 α 谱上测量有很好的分辨率^[2]。我们使用银片和镍片在实验条件下进行了自沉积实验,其实验结果列于表 1。结果表明,使用镍片的回收率比使用银片的仅低 3.8×10^{-2} ,但镍片价格便宜而且比较容易获得,所以镍片是银片的理想替代材料。

表 1 不同电镀材料对回收率的影响

样品	电镀片材料	示踪活度 (Bq)	测得活度 (Bq)	自沉积效率 ($\times 10^{-2}$)	平均效率 ($\times 10^{-2}$)
1	Ag	0.271	0.230	84.9	86.8
2	Ag	0.271	0.254	93.7	
3	Ag	0.271	0.222	81.9	
4	Ni	0.271	0.212	79.7	83.0
5	Ni	0.271	0.229	84.5	
6	Ni	0.271	0.230	84.9	

3.5 样品测量中的“尾巴校正”

所有的 α 谱都有一条从主峰向低能区延伸的“尾巴”,当沉积在电镀片上的物质增加或电镀片腐蚀程度增加,尾巴就变大^[3]。我们在样品分析中使用 ^{208}Po 作内示踪,测定 ^{210}Po 的化学回收率。 ^{208}Po 和 ^{210}Po 放射的 α 粒子能量分别为 5.11MeV 和 5.31MeV。它们的 α 谱如图 1 所示。由于能量比较接近,目前的 α 谱仪并不能把它们完全分开来, ^{210}Po 谱的尾部

图 4 ^{208}Po 和 ^{210}Po 的 α 谱图

与 ^{208}Po 谱的前沿交迭在一起。为了减少计算误差,必须对测得的图谱进行尾巴校正。如果 N_0 至 N_1 道相应的 ^{210}Po 峰总计数为 S_1 ,令 $N_0 - N_2 = N_1 - N_0$ 则 N_2 至 N_0 道相应的 ^{208}Po 峰总计数为 S_2 , N_3 至 N_2 道相应的计数为尾巴计数 S_3 。那么,参照百得福实验室的经验,经过尾巴校正后 ^{210}Po 的计数为:

$$S = \frac{S_1 \cdot S_2}{S_2 - \frac{S_1 \cdot S_3}{S_2}}$$

实验结果表明,回收率为 $(70 \sim 80) \times 10^{-2}$ 时,如果不进行尾巴校正,可能引起 10×10^{-2} 左右的误差。

我们用上述方法分析了 4 个渤海表层沉积物样品,其 ^{210}Pb 的比活度平均为 $0.045 \pm 0.005 \text{ Bq/g}$,其全程放化回收率为 $85.0 \pm 4.9 \times 10^{-2}$ 。

参 考 文 献

- 1 Flynn, W. W., The Determination of Low Levels of Polonium-210 in Environmental Materials, *Anal. Chem. Acta*, 1968, 43, 221~227.
- 2 Richard, L. B., Rapid Determination of Lead-210 in Environmental Samples by Deposition on Nickel, *Anal. Chem.*, 1966, 38, 189~192.
- 3 Sill, C. W., Some Problems in Measuring Plutonium in the Environment, *Health Physics*, 1975, 29, 619~626.

The Method for Determination of ^{210}Pb in Sediment

Song Shulin Chen Mao

(First Institute of Oceanography, SOA, Qingdao, 266003)

Abstract

In this paper, a method is described for the determination of ^{210}Pb in sediments, which was leached by nitric acid and hydrofluoric acid, and ^{210}Po deposited spontaneously on the silver disc from the solution of 0.5mol HCl in 85~90°C. The whole radiochemical recovery was $85.0 \pm 4.9 \times 10^{-2}$.

Key words: ^{210}Pb determination method spontaneous deposition whole radiochemical recovery