

# 海泥和土壤中 $^{137}\text{Cs}$ 的盐酸回流浸取方法\*

孙积涛 赵淑权 杨笑梅  
(山东省卫生防疫站) (山东省医学科学院) (天津卫生防疫站)

海泥和土壤中  $^{137}\text{Cs}$  的浸取, 通常采用  $\text{HCl}$  或  $\text{NH}_4\text{Ac}$  溶液<sup>[1]</sup>。这些方法的缺点是, 时间长, 浸取率低, 并且需要人工或机械搅拌, 比较烦琐。我们运用  $6\text{N HCl}$  回流浸取方法<sup>[2]</sup>, 对海泥和土壤中的  $^{137}\text{Cs}$  作了浸取试验。其结果表明, 该方法适于大量样品的测定, 需时少 (3—5 小时), 浸取率高, 无须搅拌, 同时也避免了酸的蒸发损失。

## 实验部分

### 1. 试剂与设备

试剂为  $6\text{N HCl}$ , 标准  $\text{NaOH}$  溶液,  $20\%$  柠檬酸铵水溶液, 铯载体溶液等; 设备为回流装置 (1000 毫升蒸馏瓶和冷凝管), 离心机,  $\gamma$  谱仪等。

### 2. 程序

(1) 回流浸取程序: 向蒸馏瓶中加入经  $\gamma$  能谱鉴定的 200 克 (或 100 克) 样品, 加入铯载体, 再加入 400 毫升  $6\text{N HCl}$  (如进行  $^{144}\text{Ce}$  分析, 可加入 30—40 毫升  $30\%\text{H}_2\text{O}_2$ ), 摇匀。装上冷凝管, 接通冷凝水。沸腾回流浸取 3 小时, 冷却。经自然沉降后, 抽滤, 水洗, 收集滤液于 1000 毫升容量瓶中, 水稀释至刻度, 摇匀。取适量测酸度 (如进行第二次浸取, 可沸腾回流 2 小时)。浸取液备用。将残渣于  $104^\circ\text{C}$  烘箱中烘干、称重, 计算样品的损失量, 进行  $^{137}\text{Cs}$  的  $\gamma$  谱仪鉴定, 求出浸取率。 $^{137}\text{Cs}$  的放射化学测定, 采用磷钼酸铵法。

(2) 浸取液酸度的测定: 取适量浸取液于三角烧瓶中, 用水稀释, 加入 1 毫升  $20\%$  的柠檬酸铵溶液, 2 滴酚酞指示剂, 用标准  $\text{NaOH}$  溶液滴定至由黄变红, 由  $\text{NaOH}$  的用量, 计算

浸出液的酸度。同时进行空白试验。

## 结果与讨论

### 1. 样品中 $^{137}\text{Cs}$ 的浸取率和铯的回收率

取 100—200 克海泥或土壤, 加入铯载体, 用  $6\text{N HCl}$  加入  $\text{H}_2\text{O}_2$  回流浸取 3 小时。用放射化学法测定铯的回收率, 由  $\gamma$  谱仪鉴定  $^{137}\text{Cs}$  的浸取率, 其结果 (见表 1) 表明: 铯的回收率和  $^{137}\text{Cs}$  的浸取率是一致的, 均在  $80\%$  左右。

表 1 海泥中  $^{137}\text{Cs}$  的浸取率和铯的回收率

样品 编号	$\gamma$ 谱仪鉴定的 浸取率 <sup>1)</sup>		放射化学法测定回收率	
	%	平均 (%)	%	平均 (%)
1	75.3		78.9	75.5
2	79.1		84.0	79.5
3	80.2	$79.0 \pm 2.6$	79.7	78.2
4	81.3		70.8	—

1) 经  $\gamma$  谱仪鉴定的 200 克样品, 再分为两份浸取。

### 2. 不同浸取方法对 $^{137}\text{Cs}$ 浸取率的影响

取 200 克样品, 加入铯载体。分别用  $\text{NH}_4\text{Ac}$  法、 $6\text{N HCl}$  加热法和  $6\text{N HCl}$  回流法浸取。用放射化学法测定  $^{137}\text{Cs}$  的含量和铯的回收率, 用  $\gamma$  谱仪鉴定  $^{137}\text{Cs}$  的浸取率, 结果见表 2。表 2 表明:  $\text{NH}_4\text{Ac}$  浸取法最差,  $6\text{N HCl}$  加热法次之,  $6\text{N HCl}$  回流法最好。如果用前两种浸取方法进行实验, 测铯的回收率与  $\gamma$  谱仪鉴定的  $^{137}\text{Cs}$  的浸取率并不一致, 虽然铯的回收率可达  $70\%$  左右, 但  $^{137}\text{Cs}$  的实际浸取率较低。

\* 本文得到了李培泉同志的帮助, 谨致谢忱。

表2 不同浸取方法对200克样品中<sup>137</sup>Cs的浸取率

样品	残渣重 (克)	浸取方法	放射化学法 分析结果 ( $\mu\text{Ci/g}$ )	铯的回收率 (%)	$\gamma$ 谱仪鉴定 <sup>137</sup> Cs 的浸取率 <sup>3)</sup> (%)
海泥	198	NH <sub>4</sub> Ac 浸取	0.05	64.4	19.6
	181	6N HCl 加热	0.228	76.7	44.5
	143	6N HCl 回流	0.310	78.1	79.0
	140 <sup>1)</sup>	6N HCl 回流	未测	未测	82.2
土壤	200	NH <sub>4</sub> Ac 浸取	0.165	36.3	0
	185	6N HCl 加热	0.486	75.1	13.8
	142 <sup>2)</sup>	6N HCl 回流	未测	未测	91.8

1), 2) 样品中未加铯载体;

3) 浸取率 =  $\frac{\text{浸取前 } \gamma \text{ 谱仪测定值} - \text{浸取后 } \gamma \text{ 谱仪测定值}}{\text{浸取前 } \gamma \text{ 谱仪测定值}} \times 100\%$ 。

### 3. 对海泥、河泥样品实际测定

用6N HCl回流浸取, 二种方法测定(见表3)表明: 测定结果比较吻合, 精密度较高。

表3 样品中<sup>137</sup>Cs的含量分析结果( $\mu\text{Ci/g}$ )

样品	$\gamma$ 谱仪法测定	放射化学法测定
海泥	0.29±0.01	0.31±0.05
河泥	0.99±0.01	1.08±0.17

### 4. 回流浸取各步观测和浸取液酸度测定

(1) 沸腾回流过程中, 在冷凝管顶端用湿pH试纸鉴定, 逸出的酸可以忽略。沸腾温度为115°C。无爆沸现象, 十分安全。

(2) 浸取液的酸度变化见表4。取200克样品, 进行两次回流浸取(第二次沸腾回流2小时)。表4表明: 第二次浸取基本不消耗酸。酸的损耗, 主要是因酸与样品的化学作用造成的。

表4 浸取液的酸度(N)

样品	第一次		第二次		最后 1升	浸取酸的 损耗 (克当量)
	浸取前	浸取后	浸取前	浸取后		
海泥	6.10	3.95	6.10	5.90	3.02	1.68
土壤	6.10	4.56	5.77	—	3.62	1.13

(3) 浸取液酸度测定中的掩蔽: 在用标准NaOH溶液滴定浸取液时, 因含大量杂质, 滴入碱后产生沉淀, 为此须加入掩蔽剂。试验表明: 柠檬酸铵溶液较好, F<sup>-</sup>无效; EDTA溶液可起一定的掩蔽作用, 但杂质量大时仍生成沉淀。

### 参 考 文 献

- [1] 《环境放射性监测方法》编辑组, 1977. 环境放射性监测方法. 原子能出版社, 第187页。
- [2] Folsom, T. R. et al., 1970. Reference Methods for Marine Radioactivity Studies, pp. 129—186.

# HYDROCHLORIC ACID REFLUX METHOD FOR EXTRACTION OF CAESIUM-137 FROM SEDIMENT AND SOIL

Sun Jitao

(Provincial Sanitation and Anti-epidemic Station, Shandong)

Zhao Shuquan

(Provincial Medical Research Institute, Shandong)

Yang Xiaomei

(Municipal Sanitation and Anti-epidemic Station, Tianjin)

## Abstract

Hydrochloric acid or ammonium acetate solution is routinely used for extracting caesium-137 from sediment and soil. Both these two extraction methods take a relatively long time of manual or mechanical stirring, and the extraction rate is low. Another method for extracting  $^{137}\text{Cs}$  from sediment and soil by reflux with HCl (1:1) is discussed in this paper. The results show that this method has several advantages. It needs a shorter duration (3—5 hrs.) for extraction without disturbance. The extraction rate is up to 80%, and the evaporation of acid which usually occurs, may be avoided. This method is suitable for large scale treatment.



## 海港钢管桩脂肪酸盐绷带-阴极极化防腐蚀法研制成功

“海港钢管桩脂肪酸盐绷带-阴极极化防腐蚀法”成果鉴定会，于1982年5月12—14日在上海金山举行。参加鉴定会的代表包括科研、教学、生产等方面的十八个单位共三十三人。中国科学院学部委员、复旦大学教授吴浩青和中国科学院上海冶金研究所研究员、中国腐蚀与防护学会副理事长石声泰等主持这次鉴定会；中国科学院海洋研究所副所长、研究员刘瑞玉和上海石油化工总厂副厂长王观泽出席了会议。

到会代表听取了“海港钢桩潮间区脂肪酸盐绷带-阴极极化联合防腐蚀法的研究”、“脂肪酸盐绷带防腐蚀法在陈山原油码头钢桩的应用”和“海港钢桩潮间区脂肪酸盐-阴极极化联合防腐蚀法的工艺和技术”等三个报告；观看了关于这一防蚀方法的现场资料影片；并到陈山原油码头拆除了一个钢桩的部分绷带，对保护效果进行了现场检验观察。大家进行了热烈的

讨论和认真的审查。

会议认为，中国科学院海洋研究所进行的海港钢管桩防腐蚀法的研究，是一项为国民经济服务的课题，包括实验室实验、青岛海边模拟试验、上海陈山原油站码头挂片试验和实桩运行实验，以及保护机理的初步探讨等，做了大量的工作。与陈山原油站共同进行了三年实桩运行，试验表明，防腐效果明显，为在我国解决海港钢管桩在浪溅区和潮间带之腐蚀问题，提供了一种新方法。与常用的油漆保护相比较，这一方法具有对被保护表面的预处理要求不高，适于对已经建成的钢管桩追加保护，可以在防火区施工、施工时无毒、施工后不需要固化时间，使用期限长且比较经济，所需材料来源方便等特点。建议在海况相似的地区推广试用。

与会代表还建议：对这一方法的作用机理作深入的研究和开展施工工艺的研究，进一步提高、完善、改进本方法，扩大成果的应用范围。

(胡葵英)

