

# 液体闪烁法测定微量 $\alpha$ 辐射体 核素的研究

孟祖贵 庄永能 王守忠

(清华大学核能技术研究所)

本文用液体闪烁计数法研究了水溶液中微量  $\alpha$  辐射体核素( $^{233}\text{U}$ 、 $^{239}\text{Pu}$ 和 $^{241}\text{Am}$ )的定量测定条件及无机酸( $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 和 $\text{HCl}$ )、水等化学物质的猝灭效应。确定了九种闪烁剂(TP、PPO、POPOP、二甲基-POPOP、PBD、丁基-PBD、BPO、BBO和BBOT)的适宜浓度。结果表明, 化学物质的猝灭效应不仅与猝灭剂的本性有关, 而且与其加入量(浓度与体积)有关。本文以硝酸溶液的猝灭效应为例, 从大量实验数据中导出了一个猝灭效应的经验公式。猝灭效应不仅影响脉冲幅度的大小, 当猝灭严重时, 还会影响计数效率。液体闪烁法是测定  $\alpha$  辐射体核素的灵敏、准确和迅速方便的有效方法。

(关键词: 液体闪烁、猝灭效应、液体闪烁剂、 $^{233}\text{U}$ 、 $^{239}\text{Pu}$ 、 $^{241}\text{Am}$ )

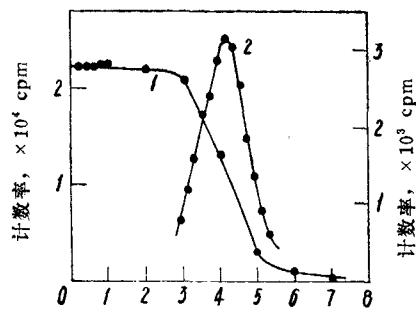


图 1  $^{233}\text{U}$   $\alpha$  粒子的微积分谱  
1—积分曲线; 2—微分曲线。  
闪烁液组成: PPO(4克/升)-POPOP(0.8  
克/升)-萘(100克/升)-二氧六环。  
 $^{233}\text{U}$ : 21741 dpm;  $\text{HNO}_3$ : 0.093 N (0.5ml)。

## 一、引言

近十几年来,  $\alpha$  粒子的液体闪烁测量和应用, 发展较为迅速。它在锕系元素的萃取化学、人体和动物体内  $\alpha$  核素的聚集和代谢、放射性废水和环境样品中  $\alpha$  核素的监测等方面都有广泛的应用。

本工作是用液体闪烁计数法, 研究水溶液中微量  $^{233}\text{U}$ 、 $^{239}\text{Pu}$  和  $^{241}\text{Am}$  的定量测定条件及硝酸、硫酸和盐酸等化合物的猝灭效应。其具体步骤是将含  $\alpha$  核素的水溶液样品, 引入以萘-二氧六环为溶剂的各种闪烁体溶液, 测出  $\alpha$  计数的微分、积分曲线(图 1), 分别得出待测核素的蜕变率和脉冲高度(微分谱峰值处的阈值)。

## 二、实验部分

### 1. 仪器和试剂

- (1) 双道液体闪烁计数器, FJ-353 G1 型, 国营二六二厂产品。
- (2) FH 51 甲烷气流式  $2\pi$  计数装置, FRIESEKE  $\varepsilon_T$  HOEPFNER G.m.b.H。
- (3) 二氧六环, 分析纯, 上海试剂三厂产品。

(4) 萘，分析纯，北京化工厂产品，经再升华提纯。

(5) 有机闪烁剂：共用九种，它们是 TP、PPO、POPOP、二甲基-POPOP、PBD、丁基-PBD、BPO、BBO 和 BBOT。

## 2. 实验步骤

待测核素的标准溶液为稀硝酸溶液。用前，将其吸入带有尖咀毛细管的聚乙烯小瓶，用称量法将标准溶液滴入盛有闪烁液的测量瓶，旋紧瓶盖后小心摇震。然后将测量瓶置于闪烁仪的暗箱中，十几分钟后进行测量。制样时要防止引入其他杂质，以免引起不必要的猝灭效应。由于二氧六环的凝固点为  $10 \sim 11.5^{\circ}\text{C}$ ，因而样品的温度不能过低。为防止待测核素在器壁上的“沉积”，必须保持一定的酸度或加入一定量的 TOPO(三辛基氧化膦)<sup>[1]</sup>。

## 三、结果和讨论

### 1. 闪烁溶液体积对计数效率和脉冲高度的影响

由图 2 可见，在我们实验的体积范围内， $^{233}\text{U}$  的  $\alpha$  计数效率不随闪烁液体积的增加而变化，而脉冲高度则随体积的增加而升高，约到 10 毫升处趋于一饱和值。

### 2. 待测样品介质酸度对计数稳定性的影响

当样品水溶液的酸度太低时， $^{233}\text{U}$  的计数效率随闪烁计数液放置时间的延长而降低。如图 3 所示，样品的 pH 值等于 3.0 时，在 5 小时内计数基本是稳定的。当放置约 40 小时后，计数效率下降约 7%。这可能是核素在器壁的吸附沉积造成的。如果向计数溶液中加入适量的稀硝酸，计数效率在 100 小时内仍能保持恒定。若使用某些塑料瓶<sup>[2]</sup>，器壁的吸附就会大为减少。加稳定剂 TOPO 可使锕系元素的液体闪烁计数溶液稳定，并可降低猝灭效应<sup>[1]</sup>。我们的实验证实，当闪烁液中的 TOPO 浓度为 4.0 克/升时，脉冲高度提高

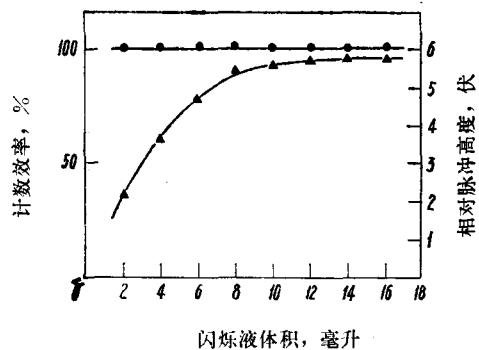


图 2 液体闪烁液体积对  $\alpha$  计数效率和脉冲高度的影响  
 ●— $^{233}\text{U}$  计数效率曲线；  
 ▲—脉冲高度变化曲线；  
 闪烁液组成同图 1。

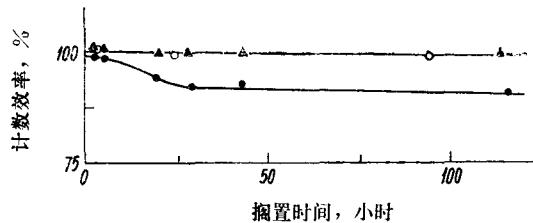


图 3 介质酸度对  $^{233}\text{U}$   $\alpha$  计数稳定性的影响  
 ●—只加  $^{233}\text{U}$  标准液 (pH 3.0)  
 0.0597 g, 未外加稀  $\text{HNO}_3$  溶液；  
 ▲—外加 0.093 N  $\text{HNO}_3$  0.50  
 ml；○—外加 0.093 N  $\text{HNO}_3$   
 0.05 ml；闪烁液组成同图 1。

约 13%，且闪烁计数溶液放置 35 天后，脉冲高度和计数效率仍保持稳定。TRPO(三烷基  
氧膦，R 为 C<sub>6</sub>~C<sub>8</sub>)的这种效应不及 TOPO 显著，脉冲高度仅提高了 3~4%。

### 3. 猝灭效应

(1) 纯水和无水乙醇的猝灭效应 结果如图 4 所示。从图 4 看出，脉冲高度随水量的增加而呈指数函数下降。因此应尽可能减少待测水溶液样品的体积。当 10 毫升闪烁液中加入的纯水量达 3.5 毫升时，溶液分相。所以在室温(22℃)条件下，10 毫升闪烁液中最大的水容量不能超过总体积的 25%。当水量增至 4.5 毫升时，尽管计数溶液分成两相，但计数效率仍保持 100%。这是由于分出的两相中均含有一定量的闪烁剂所致。乙醇的猝灭效应比纯水的小，它对 α 脉冲高度的影响也服从负指数规律。10 毫升闪烁液中加入的无水乙醇量直到 7 毫升时，仍不影响计数效率。

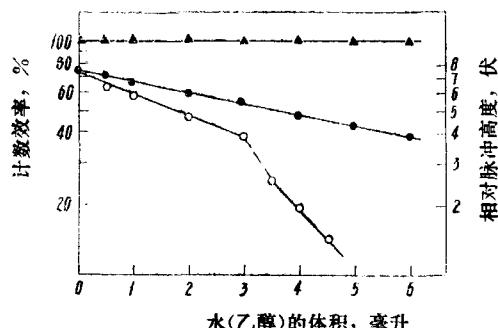


图 4 水和乙醇的猝灭效应

▲—计数效率曲线；●—乙醇的脉冲高度变化曲线；○—水的脉冲高度变化曲线。  
闪烁液组成同图 1。

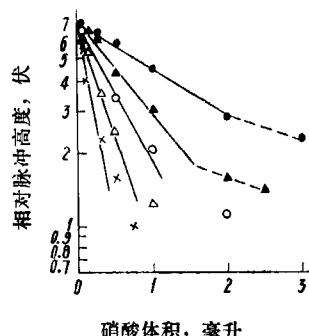


图 5 硝酸的猝灭效应

●—0.0930 N, ▲—0.4653 N, ○—0.9127 N, △—1.823 N, ×—3.669 N。  
闪烁液组成同图 1。

(2) 硝酸溶液的猝灭效应 我们对 0.0930~3.669 N 范围内硝酸溶液的猝灭效应，进行了较详细的实验。硝酸溶液对脉冲高度和计数效率的影响如图 5 和图 6 所示。从图 5 看出，各种浓度的硝酸溶液对 α 粒子在闪烁计数溶液中引起的脉冲高度的影响，也服从负指数规律。硝酸浓度太高时(如 3.669 N)，不仅猝灭严重，而且还使闪烁剂(如 POPOP)遭到破坏。随着酸量的增加，计数溶液逐渐分相，致使猝灭曲线后部的数据点偏离原来的直线。

设硝酸体积为零时的脉冲高度为  $H_0$ (此处其相对值为 7.1 伏)。当硝酸浓度为  $C_i$  (克当量/升)，体积为  $V_{HNO_3}$ (毫升)时的脉冲高度为  $H_i$ ，根据猝灭效应的负指数规律，可将脉冲高度表示为：

$$H_i = H_0 e^{-K_i V_{HNO_3}} \quad (1)$$

式中  $K_i$  为一常数，它是浓度为  $C_i$  时的猝灭曲线的斜率。不同浓度时的猝灭曲线的斜率也各不相同，浓度越高，猝灭越严重，其猝灭曲线的斜率就越大。所以斜率  $K_i$  是浓度  $C_i$  的函数。

从图 5 中的 5 种硝酸浓度的猝灭曲线，可分别求出各浓度相应的  $K_i$  值，结果列入表

2.  $K_i$  对  $C_i$  作图, 所得曲线如图 7 所示。这条直线的斜率为 1.06, 它在纵轴上的截距为 0.36, 实际上, 硝酸溶液的猝灭效应是由硝酸和水(包括其中的微量杂质)的混合物造成的。当硝酸浓度  $C=0$  时, 这条直线在纵轴上的截距  $K_0=0.36$ ,  $K_0$  值是由溶液中水的猝灭造成的。它可以从图 4 中水的猝灭曲线的斜率求得, 两者基本相符。

表 2 各种浓度  $HNO_3$  的猝灭曲线的  $K_i$  值

$HNO_3$ 浓度, 克当量/升	0.0930	0.4653	0.9127	1.823	3.669
$K_i$	0.42	0.35	1.32	2.28	4.24

由图 7 曲线可得出:

$$K_i = 0.36 + 1.06 C_{HNO_3} \quad (2)$$

将(2)式代入(1)式得:

$$H_i = H_0 e^{-(0.36 + 1.06 C_{HNO_3}) V_{HNO_3}} \quad (3)$$

(3)式可近似化简为:

$$H_i = H_0 e^{-(0.36 + C_{HNO_3}) V_{HNO_3}} \quad (4)$$

当猝灭剂硝酸的加入体积确定时, 可导出

$$H_i = H_{i_0} e^{-\frac{0.693}{C_{1/2}} \cdot C_{HNO_3}} \quad (5)$$

式中  $C_{1/2}$  为半猝灭浓度(即脉冲高度降低一半时的浓度), 它是猝灭剂加入体积的函数;  $H_{i_0}$  为  $C_{HNO_3}$  等于零时的脉冲高度。由于不同体积水的猝灭, 不同体积的猝灭曲线, 此值也是不同的。

从上可以看出, 脉冲高度是猝灭剂硝酸的浓度及其体积的函数。

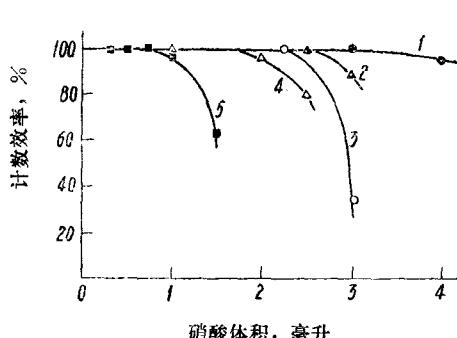


图 6 硝酸体积对计数效率的影响  
硝酸浓度:

1—0.0930 N; 2—0.4653 N; 3—  
0.9127 N; 4—1.823 N; 5—3.669 N。

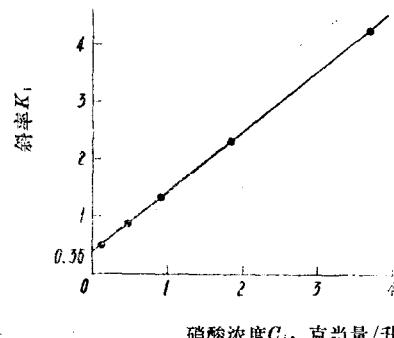


图 7 硝酸浓度与猝灭曲线斜率的关系

硝酸的猝灭效应对  $\alpha$  计数效率的影响如图 6 所示。当硝酸的加入量超过一定体积后, 计数效率就随之而下降。因此,  $\alpha$  液体闪烁法中, 猝灭效应不仅使脉冲高度降低, 而且当猝灭严重时, 还可影响计数效率。从图 6 中的曲线可查得, 使计数效率开始下降的各种浓度硝酸的极限体积  $V_{极限}$ , 在实际工作中是有意义的。

我们对三种酸的猝灭效应进行比较证明, 它们的猝灭效应的大小顺序为:  $HCl >$

$H_2SO_4 > HNO_3$ 。盐酸的猝灭效应最严重，硫酸在低浓时与硝酸的猝灭效应相近，而在浓度较高时其猝灭效应比硝酸的大。

#### 4. 闪烁溶质和第二溶剂(萘)浓度的变化对 $\alpha$ 计数效率 和脉冲高度的影响

在 $\alpha$ 液体闪烁法的有关文献中，所采用的闪烁溶液的组成及浓度各不相同，对此尚未见到较完整系统的报道。我们以 $^{233}U$ 为 $\alpha$ 辐射体，对九种闪烁溶质分别和闪烁溶剂萘相配制成的25种二氧六环闪烁液的浓度影响进行了实验，其结果如图8—11所示。图中所用闪烁液(除注明无萘者外)萘的浓度均为100克/升。从这些曲线图可以看出，脉冲高度对闪烁溶质和闪烁溶剂萘的浓度有较大的依赖关系，尤其是单溶质的闪烁液。而计数效率则对它们浓度的依赖关系较小，只是在TP浓度很低时(图10)，计数效率随TP浓度的增加而升高，逐渐趋于100%。对单溶质(或萘)的闪烁液，脉冲高度随浓度增大而增高，最后趋于一恒定值(最佳浓度)。而BBOT的浓度增至约10克/升(图8)时，脉冲高度达最大值，之后则随浓度增高而逐渐降低。这是由于它的浓度过高时，溶质对光子的自吸收造成的。闪烁剂TP的闪烁溶液在无萘时比有萘(100克/升)时有更大的脉冲高度(图10)，因此，在选用TP作闪烁剂时，以不加第二闪烁溶剂萘为好。

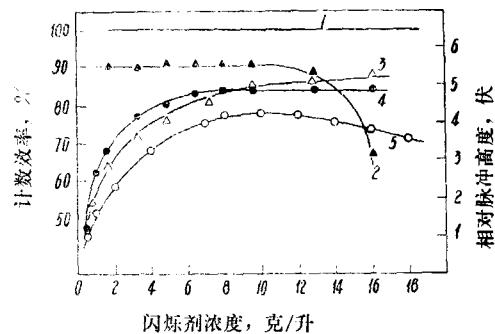


图8 闪烁剂浓度的影响

1—计数效率；2—PPO-POPOP(1.2克/升)；  
3—b-PBD；4—PBD；5—BBOT。

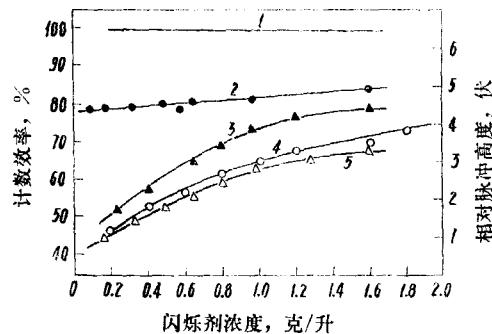


图9 闪烁剂浓度的影响

1—计数效率；2—PPO(4.5克/升)-POPOP；  
3—POPOP；4—二甲基-POPOP；5—BBO。

测定软 $\beta$ 的文献中指出，第二闪烁溶质(如POPOP等)起光谱位移剂的作用。第二溶质从第一溶质获得激发能，并发出波长更长的光波，使之更有效地与光电倍增管的灵敏光谱响应范围相匹配。从我们配制的几种双闪烁剂组成的闪烁液所测结果看出，用GDB 52双碱型光电倍增管测PPO作第一闪烁溶质中的 $\alpha$ 时，加第二闪烁剂——POPOP、BBO和BBOT等是不必要的，这与Lindenbaum等人<sup>[3]</sup>所得结论是一致的。由图11可看出，如果没有第二溶剂萘(萘浓度为零时)，闪烁液的脉冲高度值很低(TP例外)，因此加萘是必需的。升华提纯的萘与分析纯的试剂萘相比较，没有显著的优越性。我们的实验证实，前者只比后者的脉冲高度约高4%。用PPO(4.5克/升)-萘闪烁液作萘浓度影响时发现，不加萘时计数效率仍达100%。

为了便于比较，将各种闪烁剂(或萘)最佳浓度时相对脉冲高度值汇总于表3。使用时应根据具体情况，选择适宜的闪烁剂品种及浓度。尽管TP的相对脉冲高度值小，但它的价格便宜。

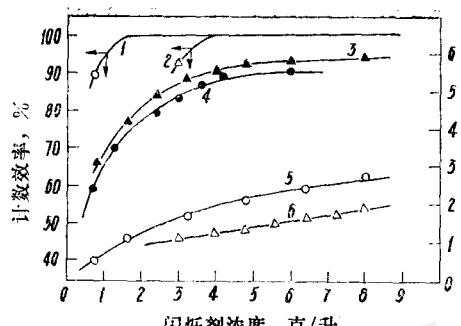


图 10 闪烁剂浓度的影响  
1,2—分别为 TP(无萘)与 TP 的计数效率曲线;  
3—BPO; 4—PFO; 5—TP(无萘); 6—  
TP。

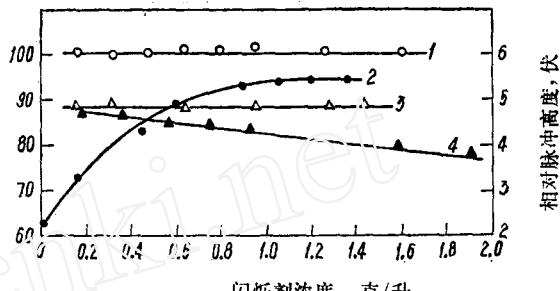


图 11 闪烁剂(或萘)浓度的影响  
1—计数效率曲线; 2—PPO(4.5 克/升)-萘\*;  
3—PPO(4.5 克/升)-BBO; 4—PPO(4.5 克/  
升)-BBOT\*\*。

\*: 此曲线的横座标值扩大 100 倍, 当萘浓度为零时, 计数效率仍达 100 %;

\*\*: 此曲线的横座标值扩大 10 倍。

表 3 最佳闪烁剂(或闪烁溶剂萘)浓度时的相对脉冲高度比较\*

第一 闪 烁 剂		第二 闪 烁 剂		相对脉冲高度比值
简 称	浓 度, 克/升	简 称	浓 度, 克/升	
TP	8.0	—	—	1.00
TP(无萘)	8.0	—	—	1.42
BBO	1.4	—	—	1.68
二甲基-POPOP	2.0	—	—	2.16
BBOT	9.0	—	—	2.26
POPOP	1.4	—	—	2.32
PBD	8.0	—	—	2.55
b-PBD	10.0	—	—	2.64
PPO	4.5	—	—	2.89
PPO(无萘)	4.5	—	—	1.16
BPO	4.5	—	—	3.00
				2.53
PPO	4.5	BBOT	2.0	
PPO	4.5	BBO	0.2	
PPO	2.0	POPOP	1.2	
PPO	4.5	POPOP	1.4	
PPO	4.5	POPOP	0.8	
PPO	4.5	POPOP	0.2	
PPO	4.5	POPOP	0.1	

- \* 1. 闪烁液均为 10 毫升(外加 0.5 毫升 0.093  $NHNO_3$ )。
- 2. 所有闪烁液(除注明无萘者外)萘浓度均为 100 克/升。
- 3. 为便于比较, 表中的相对脉冲高度比值是以 TP(8.0 克/升)-萘(100 克/升)的二氧化环闪烁液的脉冲高度值为 1.00 相比较而算出的。

### 5. $\alpha$ 辐射体核素( $^{233}U$ 、 $^{239}Pu$ 和 $^{241}Am$ )的测定误差、 探测下限及杂质对测定的干扰

(1) 测定误差和探测下限 选定的闪烁溶液是 10 毫升 PPO(4.5 克/升)-萘(100 克/升)。

升)的二氧六环溶液。在测低计数样品时,降低本底计数就成为重要的事。我们采用提高仪器甄别阈值或向测量溶液中加入更大体积的稀硝酸溶液,来增大猝灭效应的办法,以降低本底计数。由于 $\alpha$ 计数的积分曲线“坪区”较长,且斜率甚小,所以选取“坪区”某一阈值处进行测量,不会造成计数的明显损失。测定结果列于表4。由于测量瓶器壁的厚薄不一,重量相差较大,致使本底计数有较大差异,所以在测量低计数样品时,需逐一测“空”闪烁液的本底计数。另外,测定低计数样品时,待测样品闪烁液的磷光和化学发光对

表 4  $^{233}\text{U}$ ,  $^{239}\text{Pu}$  和  $^{241}\text{Am}$  的测定结果及误差

核 素	加入量*, dpm	测定样品数	平均测得量 cpm	计数统计涨落误差, %	结果的标准偏差 $\sigma$ , cpm	相对平均误差, %	20 dpm 相对应的量, 克
$^{233}\text{U}$	20.32	5	21.00	$\pm 3$	1.3	3.4	$\sim 9.3 \times 10^{-10}$
	201.2	6	203.0	$< \pm 1$	2.8	0.9	
	2008	6	2011	$\pm 0.7$	9.9	0.2	
	20096	6	20191	$\pm 0.2$	95	0.5	
$^{239}\text{Pu}$	20.64	6	19.76	$\pm 3$	1.4	4.3	$\sim 1.5 \times 10^{-10}$
	205.4	6	194.3	$< \pm 1$	4.4	5.4	
	2051	6	2060	$\pm 0.7$	26	0.4	
	21112	5	21022	$\pm 0.2$	297	0.4	
$^{241}\text{Am}$	21.10	6	19.88	$\pm 3$	1.6	5.8	$\sim 2.6 \times 10^{-12}$
	204.7	6	204.0	$< \pm 1$	6.5	0.3	
	2012	6	2021	$\pm 0.7$	14	0.5	
	20013	5	20123	$\pm 0.2$	93	0.6	

\* 以  $2\pi$  计数法标定结果为基准。

计数的贡献是不可忽视的。因此测量前应使样品在暗箱中放置一定时间。我们的测量系统的本底计数率约为 40 cpm, 如果放射性测量的统计涨落误差为 10%, 本底和样品的测量时间为 30 分钟时, 则探测下限约为 20 cpm。如果本底和样品的测量时间为 1 小时, 则探测下限约为 12 cpm。尽管探测下限受仪器和玻璃样品瓶本底较高的限制, 结果还不是很理想。但从所测结果看出, 本方法的灵敏度和准确度还是很高的。20 cpm 的  $\alpha$  核素的测定误差小于 10%,  $2 \times 10^3$  dpm 的测定误差小于 1%。

## (2) 杂质干扰

① 放射性杂质的干扰: 由于 $\alpha$ 粒子的能量比一般 $\beta$ 粒子高得多, 因此可用提高甄别阈的办法来消除低能 $\beta$ 核素对测定的干扰。我们的实验证实, 在测定 $^{233}\text{U}$ 、 $^{239}\text{Pu}$ 和 $^{241}\text{Am}$ 时, 像 $^{147}\text{Pm}$ 这样的低能 $\beta$ 核素( $E_\beta = 0.225$  MeV), 当它在样品中存在的放射性强度与待测核素相近时, 仅带来约 2% 的测定误差。Horrocks<sup>[4]</sup>的实验证实, 只有 $\beta$ 粒子的能量大于 350 keV 时, 才能在 $\alpha$ 粒子测定区增加本底。

②  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{Al}^{3+}$  和  $\text{Fe}^{3+}$  等无机离子的干扰: 当待测水溶液样品中含有可溶性的无机盐时, 闪烁计数溶液的猝灭效应加剧, 影响待测核素的测定。我们选用在实际工作中经常遇到的几种无机离子进行实验, 它们均以硝酸盐溶液形式引入闪烁液体系。选用的闪烁液是 10 毫升 PPO(4.5 克/升)-荼(10.0 克/升)-二氧六环溶液。有时为消除干扰离子的影响, 向闪烁液中加入一定量的 TOPO 和稀硝酸, 所测结果列于表 5。从表中可以看出,  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{NH}_4^+$  离子对 $^{233}\text{U}$  测定的干扰较严重, 当待测样品中含有 0.1N 硝酸铁和硝酸铵时, 其加入量不能超过 0.5 毫升。如果闪烁液中含有 TOPO (4.0 克/升), 且保持一定酸度条件下, 上

表 5  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Al}^{3+}$  和  $\text{Fe}^{3+}$  离子对测定计数效率的影响

核 素	杂 质			闪烁液中 TOPO含量, 克/升	0.47 $\text{NHNO}_3$ 加入量, ml	计数效率, %
	名 称	浓 度, N	加入量, ml			
$^{233}\text{U}$	$\text{NaNO}_3$	0.10	2.5	—	—	100.1
		0.10	4.0	—	—	98.9
		0.50	0.25	—	—	96.5
	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	0.10	2.0	—	—	101.8
		0.10	3.5	—	—	99.1
		0.50	1.0	—	—	97.6
		1.0	0.75	—	—	97.4
		1.0	1.0	—	—	87.1
	$\text{NH}_4\text{NO}_3$	0.10	0.50	—	—	96.6
		0.10	1.0	—	—	92.9
		0.50	0.20	—	—	95.5
		0.50	0.50	—	—	88.9
	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	0.10	0.50	—	—	97.2
		0.10	1.0	—	—	60.0
		0.50	0.20	—	—	44.0
		0.50	0.50	4.0	0.50	76.3
$^{239}\text{Pu}$	混合离子干扰液*	0.10	0.20	—	—	99.2
		0.10	0.50	—	—	97.0
		0.10	1.0	—	—	90.7
		0.50	0.20	—	—	97.9
		0.50	0.20	4.0	0.70	99.1
		0.50	0.50	—	0.40	92.6
		0.50	1.0	4.0	0.40	99.2
		0.50	0.20	4.0	0.50	100.8
	混合离子干扰液*	0.50	0.50	4.0	0.50	99.9
		0.50	1.0	4.0	0.50	98.2
$^{241}\text{Am}$	混合离子干扰液*	0.50	1.0	4.0	0.20	97.5
		0.50	1.0	4.0	0.50	98.2
		0.50	1.0	4.0	1.0	85.2
		0.50	1.0	4.0	1.5	71.6
		0.50	0.20	4.0	0.50	99.2
		0.50	0.30	4.0	0.50	90.4
		0.50	0.50	4.0	—	85.7

\* 表示  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Al}^{3+}$  和  $\text{Fe}^{3+}$  离子各含有 0.1N(或 0.5N)。

述四种离子的允许量可以大为增加(如 0.5N 混合离子干扰液为 1.0 毫升时, 其计数效率仍可达 99%)。在  $^{239}\text{Pu}$  待测样品中含有上述四种离子的浓度各约为 0.33N(硝酸浓度为 0.16N), 加入闪烁液(含 TOPO4.0 克/升)中的样品体积不超过 1.5 毫升时, 仍能进行  $^{239}\text{Pu}$  的定量测定(其计数效率约为 98%)。在  $^{241}\text{Am}$  样品中含有上述四种离子的浓度各约

为 0.14 N (硝酸浓度约为 0.34 N)，加入闪烁液(含TOPO4.0克/升) 中样品体积不超过 0.7 毫升时，对<sup>241</sup>Am 的测定不带来显著干扰 (计数效率约为 99%)。实际上，含有 TOPO 时，TOPO 将待测核素萃取入闪烁液，而干扰离子大部份仍留在分相后的水溶液中，这就是萃取液闪烁测定法的优点所在。

从以上无机盐的干扰实验中可看出，水溶液样品的液闪法存在一些弱点，一是样品中的一些可溶性无机盐、无机酸和水随待测核素一起溶入闪烁液，增加了猝灭效应。由于样品的来源不同，其化学成份各不相同，所含的无机盐、无机酸及其他成份的量也各不相同，致使计数体系的脉冲高度不稳定。猝灭严重时，还会导致计数效率的不稳定。另外，当这些无机盐和无机酸含量较高时，样品不能与闪烁液完全相混溶 (分相或析出无机盐)，致使待测核素不能全部进入闪烁计数液，影响测定结果。如采用有机溶剂萃取-液体闪烁法，就能分离掉干扰及猝熄离子，并将待测核素有选择性地定量萃入闪烁液。

## 四、结 论

用国产 FJ-353G1 型双道液体闪烁计数器，可以对单一的  $\alpha$  核素进行定量测定，探测下限低于 20dpm (相应的<sup>233</sup>U、<sup>239</sup>Pu 和<sup>241</sup>Am 的量分别为  $9.3 \times 10^{-10}$ 、 $1.5 \times 10^{-10}$  和  $2.6 \times 10^{-12}$  克)。如使用石英测量瓶和脉冲形状甄别技术降低本底计数，测定灵敏度还会有很大提高。20dpm 的测定误差小于 10%， $2 \times 10^3$ dpm 的测定误差小于 1%。

当无机离子含量较高时，则需用有机溶剂萃取-液闪法。采用高分辨能力的单光电子倍增管探头和高分辨能力的闪烁剂，有可能同时鉴定、鉴别，并定量测定数个  $\alpha$  核素。本方法适用于任何  $\alpha$  核素的测定。

雷金玲、陈毅东和王莉萍等同志参加了部分实验工作。本工作得到我所朱永瞻教授的指导，郭聚豪等同志的帮助，在此一并致谢。

## 参 考 文 献

- [1] D. L. Horrocks et al., *Organic Scintillators and Liquid Scintillation Counting*, Academic Press, New York and London, p. 879, 1971.
- [2] 生物物理所, 生物化学与生物物理进展, 1, 68 (1979).
- [3] D. L. Horrocks et al., *Organic Scintillators and Liquid Scintillation Counting*, Academic Press, New York and London, p. 951, 1971.
- [4] D. L. Horrocks, *Int. J. Appl. Radiat. Isot.*, 17, 441 (1966).

(编辑部收到日期：1980 年 9 月 8 日)

(上接第479页)

- [10] 格拉斯登、爱德仓著，原子核反应堆理论纲要，科学出版社，1958 年，192 页。
- [11] AECL-1101 (1956).
- [12] DP-817 (1963).
- [13] ANL-5800 (1958), p. 653.
- [14] P. A. Baedecker, *Activation Analyses in Geochemistry and Cosmochemistry*, University for Laget, 1970, p. 175.
- [15] K. Liebscher, *Anal. Chem.*, 40, 1999 (1968),

(编辑部收到日期：1980 年 8 月 29 日)