

为了能满足实验室中低于上述浓度的 DBP 和 MBP 样品的分析需要, 下一步准备研究分离 TBP 的适宜方法。并准备进一步简化甲基化程序。

四、结 论

在本工作中所试制的碲金属离子化检定器对磷有很高的选择性, 适用于含磷化合物和经反应能转变为含磷化合物的样品的分析。它灵敏度高, 寿命长, 结构简单, 制作方便。用于测定 30% TBP-煤油体系中 $1 \times 10^{-5} M$ 到 $5 \times 10^{-4} M$ 范围内的 DBP 和 MBP 样品, 不需要任何分离步骤, 不需要复杂的程序升温装置。在快速、简便和灵敏等方面都有所改进。

铷玻璃是由玻璃固化组的几位同志协助烧制的。

参 考 文 献

- [1] A. H. Samuel et al., SRIA-62 (1962).
- [2] C. J. Hardy, *J. Chromatogr.*, **13**, 372 (1964).
- [3] A. Brignocchi et al., *Anal. Letters*, **6**, 523 (1973).
- [4] A. Brignocchi et al., AEC-tr-7587 (1973).
- [5] A. D. Horton, *J. Chromatogr. Sci.*, **10**, 125 (1972).
- [6] B. G. Brodda et al., *Z. Anal. Chem.*, **273**, 113 (1975).
- [7] V. V. Brazhnikov et al., *Chromatogr. Rev.*, **12**, 1 (1976).
- [8] M. J. Hartigan et al., *J. Chromatogr.*, **99**, 359 (1974).
- [9] B. Kolb, et al., *J. Chromatogr. Sci.*, **12**, 625 (1974).
- [10] A. H. Blatt 主编, 南京大学化学系有机化学教研组译, “有机合成”第二集, 科学出版社, 1964 年, 115, 314 页。

CdTe 计数器在放射性同位素生产工艺 流程中的应用

吳紹云 張文成 毛裕芳 馬呈德

一、前 言

在放射性同位素的系统分离流程中, 直观地监测整个流程, 对提高同位素的回收率和纯度都是很有好处的。若这种监测是以 γ 射线为对象时, 强的 γ 射线场 (强度在几十毫居里—几十居里范围) 使得卤素管计数器的寿命 (10^9 — 10^{10} 次计数) 也不能胜任。NaI(Tl) 闪烁计数器在这样强的 γ 场中, 需要十分庞大的屏蔽, 而且它的价格是昂贵的, 这些问题对同位素生产都是不方便的。我们试验了以 CdTe 探测器作为积分计数器进行同位素生产工艺流程的监测。

CdTe 探测器是一种较新的半导体探测器。由于 CdTe 晶体有较大的禁带宽度 ($E_g = 1.4$ 电子伏, $300^\circ K$) 和较高的原子序数 ($Z = 52, 48$), 因此, CdTe 探测器可以在较大的温度范围内工作, 并且, 它对 γ 射线有较高的探测效率, 例如, 1 毫米厚的 CdTe, 对 ^{137}Cs 放出的 γ 射线就有 0.5% 的探测效率^[1]。我们研制 CdTe 核辐射探测器的初步结果请参阅

文献[2]。CdTe 探测器作为计数器已在辐射防护^[3]，核燃料箱的监测装置中^[4]有了初步应用，同时，GeTe 核医学探针也开始临床研究^[5]。

二、CdTe 计数器的制备及计数特性

制备计数器的 CdTe 单晶是由有色金属研究院提供的。晶体是用改进的布里奇曼法生长的铟(In)掺杂 CdTe，电阻率为 10^8-10^9 欧姆-厘米，材料的电子和空穴的迁移率-寿命积($\mu \cdot \tau$ 积)分别约为 $2 \times 10^{-5}-5 \times 10^{-5}$ 厘米²/伏和 10^{-6} 厘米²/伏。

计数器的制备工艺如下：将 CdTe 锭条切割成 2 毫米厚的片子，取其单晶部分研磨加工成直径为 4—5 毫米、厚度为 1—1.5 毫米的圆片，把圆片抛光后，在溴-甲醇腐蚀液中腐蚀，用甲醇进行淬灭，最后用去离子水清洗。然后，用真空蒸发的方法，在腐蚀的 CdTe 圆片的一个面上全部蒸发上铝(Al)接触，而在另一个面上蒸发沉积上直径为 1 毫米左右的铝(Al)接触。在实验中，计数器需要安装在放化手套箱内，因此器件需要密封，并且必须连接上较长的电缆。我们的器件连接上 160 厘米左右长的高频电缆，装成的计数器的电容为 140 微微法，其中器件本身的电容为 5—8 微微法，电缆电容为 130 微微法左右，这样大的电缆电容对噪声的贡献是比较大的，因此，必须选择有较小漏电流的器件作计数器。计数器在反向正偏压下工作，也就是与器件小电极相连接的电缆中心引线加正偏压，这样可以保证计数器有较高的电荷收集效率。计数器在 100—600 伏偏压下，反向漏电流为 $1 \times 10^{-9}-5 \times 10^{-9}$ 安培。图 1 是计数器的封装简图。

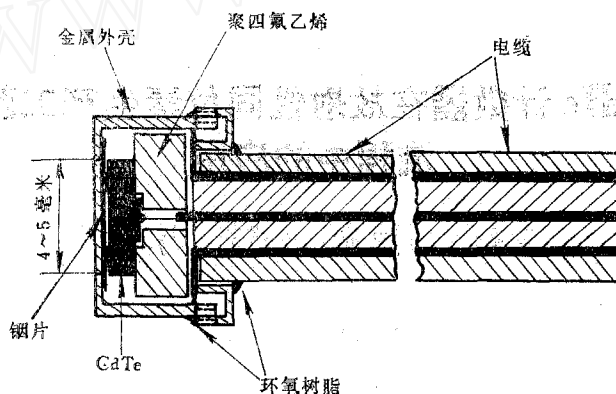


图 1 CdTe 计数器封装简图

实验前我们测量了计数器对¹⁷⁰Tm(84 千电子伏)，²⁰³Hg(279 千电子伏)和¹³⁷Cs(662 千电子伏)的 γ 射线的响应，测量¹⁷⁰Tm 的目的是估价计数器能否胜任实验中监测氙(Xe)同位素(它的 γ 射线能量为 81 千电子伏)的要求。计数器的总噪声大约为 50 至 60 千电子伏，能给出 81 千电子伏的 γ 射线的脉冲计数。

测量 CdTe 计数器的计数率与偏压的关系表明，它的计数率是随偏压增加而增加，这是因为 CdTe 晶体存在严重的俘获，所以，它的电荷收集效率在较高的电压下也不能达到全收集，而是随加到计数器上的电场而变化。图 2 是计数率与偏压的关系。虽然在测量的电压内，计数率还未达到最高计数，但是，考虑到计数器工作在适当低的电压有较好的稳

定性, 同时也能满足实验的计数要求, 一般工作电压用 300—400 伏, 电荷收集效率可达 50% 左右。

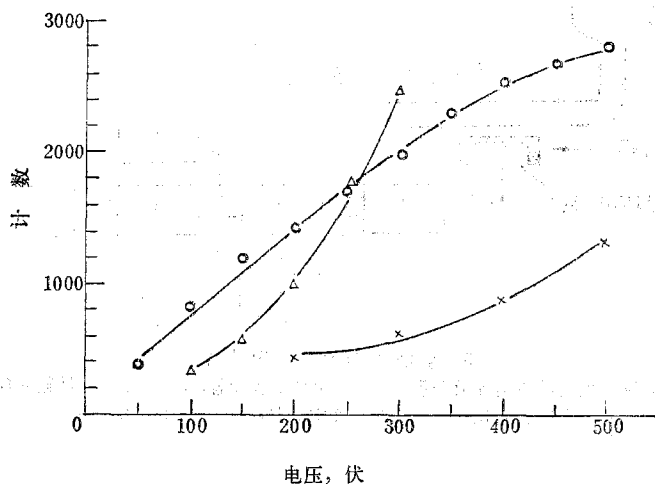


图 2 CdTe 计数器的计数率与工作偏压的关系
 \triangle — ^{177}Tm , \circ — ^{137}Cs , \times — ^{208}Hg ; ^{137}Cs 及 ^{208}Hg 是用 MPI 计数器测量的, ^{177}Tm 是用 MPI 测得, MPI 的体积比 MPIII 大, 它的计数上升略快。

计数率对温度的变化也是灵敏的, 因为当电荷在电场的作用下向电极漂移的过程中会经受俘获和除俘获, 除俘获是由于热激发的结果。因此, 电荷载流子的有效漂移长度随温度升高而加长, 计数率随温度升高几乎成线性增加。伯普(F. Bupp^[4])等证明, CdTe 的计数率在 $-40\sim 65^\circ\text{C}$ 的温度范围内, 是以 $0.35\%/^\circ\text{C}$ 的速度随温度变化。若在常温下使用, 温度的微小变化不会对计数率带来严重的影响。

甄别阈的位置对计数率的影响是重要的, 为了不过多的损失计数, 在实验中我们一般都是选择在去掉绝大部分噪声本底计数(只容许极少数本底计数)的甄别阈位置。

三、实验结果

实验是用 CdTe 计数器对氙(Xe)、碲(Te)和钼(Mo)同位素的分离过程进行监测。每种同位素的放射性总强度至少在几十毫居里以上。为了提高计数器的空间分辨, CdTe 计数器用带孔的铅室屏蔽。测量使用的电子仪器包括: JDHQ-2 型电荷灵敏前置放大器, JBF-1 型放大器, GL-1 计数率仪, YEW 记录仪以及 JDB-2 型定标器。放大器的微积分时间常数选用 1 微秒。计数率仪的计数和时间档根据实际计数情况选用, 甄别阈的位置选用在只容许极少数本底计数通过的位置; 记录仪的记录纸走速根据同位素料液(或料气)的流速选用(60 秒/格, 1.5 分/格, 2.5 分/格等)。图 3 是监测使用的电子学线路的方框图。

图 4, 5, 6 是用 CdTe 计数器记录到的氙、碲和钼同位素的分离过程, 它清楚地显示出流程的详细过程, 要收集的同位素及杂质同位素(铀的裂变产物)的淋洗峰分得很清楚, 直观地提供了同位素到来和离去的时间。这就证明了, CdTe 计数器用于监测放射性同位素的生产流程是可行的。

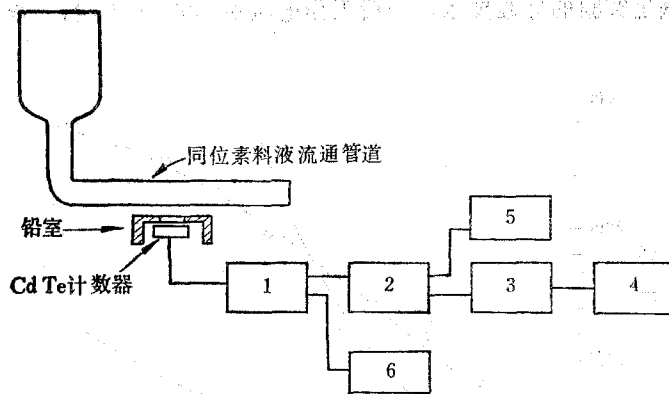


图 3 监测流程的电子学线路方框图
 1—JDHQ-2 电荷灵敏前置放大器; 2—JBF-1 放大器; 3—GL-1 计数率仪; 4—
 YEWW 记录仪; 5—JDB-2 定标器; 6—±3 千伏电源。

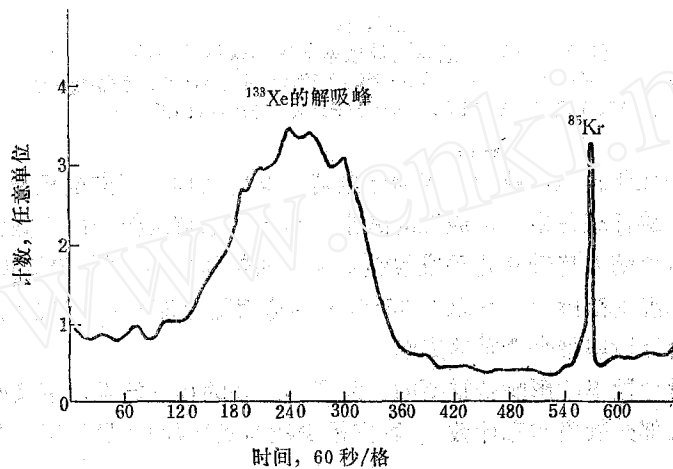


图 4 用 CdTe 计数器记录到的分离氙 (^{133}Xe) 的淋洗曲线
 CdTe 计数器 MPY; 工作偏压 600 伏; 计数率仪: 时间常数 3 秒, 计数 10^2 。

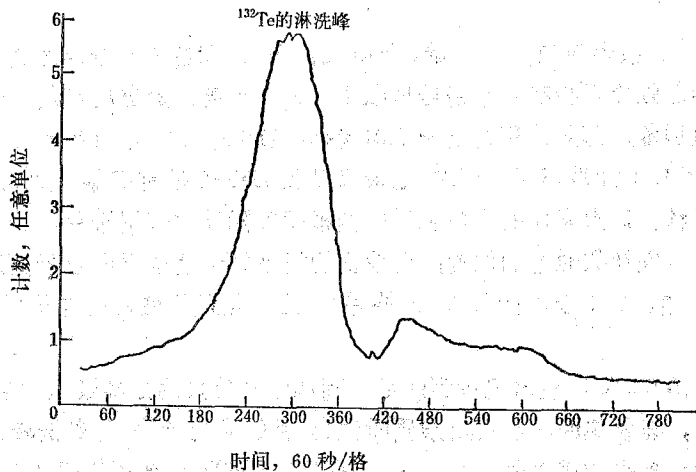


图 5 用 CdTe 计数器记录到的分离碲 (^{132}Te) 的淋洗曲线
 CdTe 计数器 MPⅡ; 工作偏压 600 伏; 计数率仪: 时间常数 10 秒, 计数 3×10 。

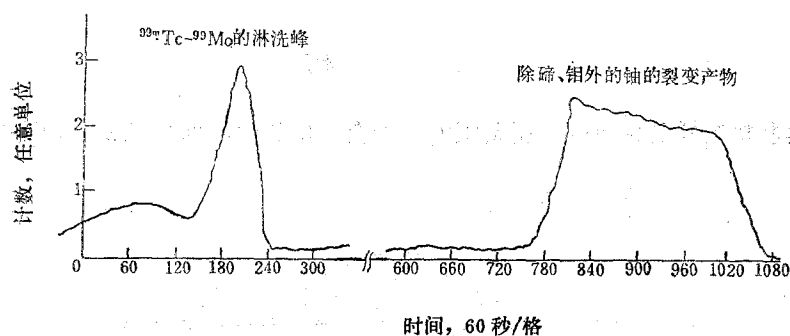


图 6 用 CdTe 计数器记录到的分离钼(^{99}Mo)的淋洗曲线
CdTe 计数器 MP11; 工作偏压 600 伏; 计数率仪; 时间常数 10 秒, 计数 10^3 。

四、结 束 语

目前, 虽然 GdTe 探测器的能量分辨率还差, 尚不能作为 γ 射线谱仪使用, 但是, 实验证明, 它可以在较大的温度范围内作为 γ 射线计数器使用。由于它有较高的 γ 射线探测效率, 因此, 小型的(例如 15—20 立方毫米体积)GdTe 计数器在同位素生产流程这样有较强的 γ 射线的场合中(放射性强度在几十毫居里—几十居里)使用是有效的, 它具有屏蔽简单, 体积小, 空间分辨好, 寿命长等优点。它代替卤素管和闪烁计数器在上述同位素工艺流程中监测工艺流程是胜任的。不要求能量分辨, 只考虑计数的其他类似场合, 采用 GdTe 计数器也应该是可行的。

本工作的同位素流程监测实验是在廖增星等同志的配合下完成的。

参 考 文 献

- [1] В. С. Вавилов и др., *Атом. Энергия*, 28, 6, 505(1970)。
- [2] 吴绍云等, *原子能科学技术*, 4, 369(1975)。
- [3] H. H. Nihole, *Nucl. Appl. Technol.*, 9, 1, 112(1970)。
- [4] F. Bupp et al., *IEEE, Trans. Nucl. Sci.*, NS-20(1), 514(1973)。
- [5] S. G. V. Walford et al., *IEEE, Trans. Nucl. Sci.*, NS-20(1), 318(1973)。

超细不锈钢管的耐压密封联接

李 河 萍

随着液相色谱技术的飞速发展, 液相色谱的应用亦愈来愈广泛。在液相色谱的设备上多采用超细不锈钢管, 因此, 超细不锈钢管的耐压密封联接就成了液相色谱设备的一个关键问题。我们设计了一种联接超细不锈钢管(管子直径由 1.1 到 4 毫米)的卡套联接装置, 经过使用, 性能良好, 现介绍如下。