

# 用 $4\pi\beta$ 计数法绝对测定 $^{228}\text{Ac}$

熊俊芳 尹鸿岐 毛玉婷 董蓓蕾

(北京铀矿选冶研究所)

本文介绍了无载体 $^{228}\text{Ac}$ 的制备。 $4\pi\beta$ 计数源的源托采用6~7微克/厘米<sup>2</sup>的聚氯乙烯-醋酸乙烯酯聚合物膜，镀金厚度为6~10微克/厘米<sup>2</sup>。用鸡蛋白作湿润剂，所制得的源，膜吸收系数不超过1%。源液量为10~40毫克之间在误差范围内无自吸收影响。还测定了 $^{228}\text{Ac}$ 的比放射性强度，相对标准偏差不超过1.3%，准确度好于2%。

由于 $^{228}\text{Ac}$ 半衰期短(6.13小时)，测量时必须进行衰变校正，本文总结了一套校正方法，实验证明，该方法简便、可靠。

采用鸡蛋白作湿润剂制出的源，比一般用胰岛素作湿润剂制出的源，物质颗粒较细，分布均匀，有效的减少了自吸收影响。

## 一、前言

在制备国家镭基准时，要求测定镭原料中 $^{228}\text{Ra}$ 的含量。由于 $^{228}\text{Ra}$ 与其子体 $^{228}\text{Ac}$ (半衰期为6.13小时)在两天多即达平衡，故测定 $^{228}\text{Ac}$ 的0.907 MeV  $\gamma$ 射线光电峰，便可确定 $^{228}\text{Ra}$ 的含量。为了标定 $\gamma$ 谱议对 $^{228}\text{Ac}$ 的0.907 MeV 光电峰的探测效率，我们进行了用 $4\pi\beta$ 计数法绝对测定 $^{228}\text{Ac}$ 的研究。

## 二、基本原理<sup>[1,4-7]</sup>

取出m克待测溶液，滴在喷有金的有机膜上，置于干燥器中自然干燥，然后用 $4\pi\beta$ 计数器测得计数率n(次/分)，则溶液的比放射性 $C_0$ (核衰变数/分·克)可由下式给出：

$$C_0 = \frac{\frac{n}{K_{\text{死}} - n_*}}{K_{\text{膜}} \cdot K_{\text{自}} \cdot m} \quad (1)$$

式中 $n_*$ 为计数管本底计数(次/分)， $K_{\text{死}}$ ， $K_{\text{膜}}$ ， $K_{\text{自}}$ 分别为计数管死时间漏计数，膜吸收和源吸收校正因子。

目前，尚未见文献报道过用 $4\pi\beta$ 计数法绝对测定短寿命同位素的测量方法。由于 $^{228}\text{Ac}$ 的半衰期短，必须进行衰变校正，我们根据衰变公式，采用了一套简便、可靠的校正方法，它对于其它短寿命同位素的测量也具有普遍意义。该方法简述如下。

设 $A_\beta$ 为 $t_1 \sim t_2$ 时间间隔内所测得的计数， $R_{t_0}$ 为 $t_0$ 时刻的计数率，根据衰变规律则有：

$$R_{t_0} = \frac{\lambda}{1 - e^{-\lambda t_0}} A_\beta. \quad (2)$$

若取测量时间  $\Delta t$  为 5 分钟，则根据(2)式， $^{228}\text{Ac}$  的校正公式为：

$$R_{t_0} = 0.2009 A_\beta. \quad (3)$$

为了比较多次测量的精度，将第  $2 \cdots n$  次测得的计数率  $R_{t_n}$ ，都校正到第一次测量的起始时刻( $T_0$ )时的计数率值( $R_{T_0}$ )以便比较。若两次测量时间间隔  $\Delta T$  取 7 分钟，则

$$R_{T_0} = \frac{R_{t_n}}{(0.98)^{n-1}}. \quad (4)$$

表 1 列出了根据公式(3)和(4)的衰变率校正数据处理方法。

表 1 衰变率校正数据处理方法

测定时刻	$A_\beta$	$A_\beta$ 去底	$R_{t_0}$	$R_{T_0}$	$\bar{R}_{T_0}$
21:44	16408	16119	3237.9	3237.9	3224.4
21:51	16295	15904	3195.1	3237.2	
21:58	15929	15538	3121.6	3204.9	
22:05	15758	15367	3087.2	3212.5	
22:12	15638	15247	3063.1	3229.4	

### 三、实验部分

#### 1. 无载体 $^{228}\text{Ac}$ 的制备

从硝酸钍中提取出足量的新钍(3 毫升 0.1 N 硝酸溶液)储于 10 毫升的带塞离心管中，每日用等体积 25% 磷酸二丁酯-四氯化碳(预先与 0.1N 硝酸平衡)萃取，以除去  $^{228}\text{Th}$ ,  $^{228}\text{Ac}$  和  $\text{ThB}$  等。一月后，新钍源便为纯净的  $^{228}\text{Ra}-^{228}\text{Ac}$ 。用 25% 磷酸二丁酯-四氯化碳将  $^{228}\text{Ac}$  萃取入有机相中，用 1 毫升 4 N 硝酸反萃取  $^{228}\text{Ac}$  至水相。水相用  $\text{CCl}_4$  洗涤后，置小烧杯中蒸干，加几滴浓  $\text{HNO}_3$  分解残存有机物，然后加 1 毫升  $\text{HClO}_4$  加热分解所存痕量有机物，以 1 毫升蒸馏水洗下  $^{228}\text{Ac}$  即得无载体  $^{228}\text{Ac}$  溶液。

#### 2. 膜吸收校正

4  $\pi\beta$  源源托为 6~7 微克/厘米<sup>2</sup> 的聚氯丁烯-醋酸乙烯酯聚合物膜。镀金厚度为 6~10 微克/厘米<sup>2</sup>，采用夹层法<sup>[2]</sup>求膜吸收系数。

$$K_{\text{膜}} = 1 - \frac{e_{\text{膜}}}{2} = 1 - \frac{n_1 - n_2}{2(n_1 - n_2)}.$$

式中  $K_{\text{膜}}$  为膜吸收校正因子， $n_1$  和  $n_2$  分别表示单层膜和夹层膜的计数率， $e_{\text{膜}}$  为膜对穿过它的  $\beta$  粒子的吸收系数。

实验测得本实验  $K_{\text{膜}}$  不超过 1%。

#### 3. 源的自吸收校正

由于  $^{228}\text{Ac}$  的半衰期短，不宜用真空蒸发法制得无自吸收源，故我们采用不断增加  $^{228}\text{Ac}$  源液量，以观察计数率的变化来了解源的自吸收情况。

实验表明，源液量在 10~40 毫克之间可认为无自吸收影响。常用的源液量为 15~25 毫克之间。

#### 4. 浸润剂

为了使源液在源托上分布均匀，减少自吸收影响，需在滴加源液前，在有机膜上加一滴浸润剂。据文献报道，过去一般都采用胰岛素作制源浸润剂，近年来采用电喷涂离子交换树脂或硅胶制取高质量薄膜源，但技术较为复杂。本工作通过实验探索出一种效果良好而价廉的鸡蛋白浸润剂。其制法是取鸡蛋白约 0.1 毫升，与约 10 毫升蒸馏水混合，加热至沸，滤去沉淀物，滤液即可作浸润剂。

将两种浸润剂的载源面放大到 140 倍观察，物质分布情况的对比说明，以鸡蛋白浸润剂制出的源，物质颗粒较细，分布也很均匀(如图 1 和图 2)。此外胰岛素价格昂贵，溶液不易保存，使用上亦不如蛋白溶液方便。我们在绝对测定<sup>60</sup>Co 的工作中，也用了鸡蛋白作浸润剂，效果亦比胰岛素好<sup>[8]</sup>。

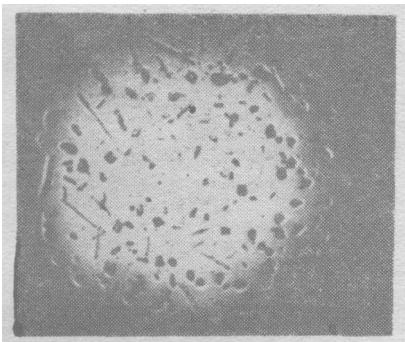


图 1 鸡蛋白作浸润剂的源面物质分布

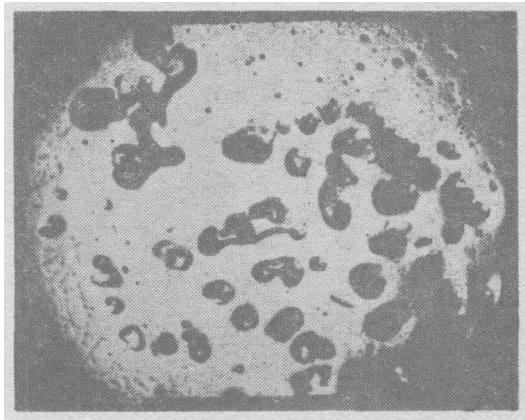


图 2 胰岛素作浸润剂的源面物质分布

#### 四、方法准确度

本方法测定<sup>228</sup>Ac 的比强度相对标准偏差不大于 1.3%，准确度好于 2%。

唐桐永，李朝栋同志参加过部分实验工作，在此致以谢意。

#### 参 考 文 献

- [1] B. D. Pate et al., *Can. J. Chem.*, **33**, 15, 615, 929, 1656(1955).
- [2] W. B. Man et al., *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, **50**, 197(1953).
- [3] L. M. Langer et al., *J. Phys. Rev.*, **77**, 798(1950).
- [4] 熊俊芳、尹鸿岐、毛玉婷、董蓓蕾， $4\pi\beta$  绝对测定的建立，北京铀矿选冶研究所内部资料（1969 年）。
- [5] R. Touzin et al., *Microtecnica*, **XVII**, No. 1(1903).
- [6] N. A. Hallden et al., *Int. J. Appl. Radiat. Isot.*, **14**, 529(1963).
- [7] 由良治，河田燕，*Radioisotopes*, **16**, 283(1967).
- [8] 尹鸿岐，放射性比对测量小结，705 厂内部资料。