

参 考 文 献

- [1] J. P. Barton & M. F. Klozar, *Mater. Eval.*, 31 (9), 169 (1973).
 [2] J. P. Barton, *J. Mater.*, 7(1), 18 (1972).
 [3] J. P. Barton, Development of Neutron Radiography Applications in USA, Radiography with Neutron Conference (1973), British Nuclear Energy Society, London, 1975, p. 157.
 [4] 清华大学核能技术研究所中子照相组, 测量中子照相系统分辨率的 MTF 方法及其计算机程序, 内部资料, 1981 年.

(编辑部收到日期: 1982年3月15日)

射气闪烁法测定煤中镭-226

焉文社 吴锦海 王雅珍 周天豹 任礼华 裴永法

关键词 射气法, 煤, 除尘灰中镭。

一、序 言

用射气闪烁法测定镭-226 是目前较为准确和灵敏的方法之一。在自然界存在四种镭的同位素镭-223、镭-224、镭-228、镭-226。镭-226 是镭的主要放射性同位素。本方法是通过测定镭-226 的子体氡-222 α 粒子对闪烁室壁上的 ZnS 激发闪光在光电倍增管上形成电压脉冲, 定标器记录算出镭-226 含量。

天然煤中也含有镭的放射性同位素, 在燃烧过程中对环境污染有一定的影响。本方法根据煤的特性进行研究, 并拟订了煤中镭-226 的测定方法。

二、原 理

根据镭-226 衰变系 $^{226}\text{Ra} \xrightarrow{\alpha} ^{222}\text{Rn} \xrightarrow{\alpha} ^{218}\text{Po} \dots$, 测定煤中镭-226 是通过测定氡-222 并和已知量的液体源进行比较。首先用放射化学方法将煤中镭定量地溶解到一定体积里, 然后进行封闭, 积累的氡全部转入闪烁室, 通过测定样品中氡-222 算出镭-226 的含量。

三、主要的试剂和仪器

仪器 FH-408 自动定标器; FD-125 室内氡钍分析器。

试剂 过氧化钠 C.P.; 氢氧化钠 C.P.; 无水碳酸钠 C.P.; 氯化钡 A.R.; 盐酸 A.R.。

四、样品预处理

- 1. 灼烧** 准确称取 1 克煤样品于 30 毫升铁坩锅内, 置于 550°C 的马弗炉灼烧 20 分钟。
- 2. 熔矿** 用上述灼烧好的样品加入 5 克过氧化钠, 1 克无水碳酸钠, 0.5 克氯化钡与煤混合均匀, 在 500°C 的马弗炉内灼烧 5—10 分钟 (温度太高, 时间太长, 不利于浸取; 温度太低, 时间太短, 样品熔融不完全), 呈红色的透明流体状取出。
- 3. 提取** 将坩锅外壁用冷水浸洗一下, 再倒在 500 毫升烧杯中, 用 200 毫升温水提

取。

4. 分离 将上述溶液于定性滤纸上过滤，再用 1%NaCO₃-NaOH 混合液洗涤沉淀物 3 次，最后再用蒸馏水洗 1 次，弃去滤液和洗涤液。

5. 溶解 用 10 毫升 30% 热盐酸溶解滤纸上的沉淀物，再用水洗滤纸至无黄绿色，洗涤液合并于扩散器中，洗涤液控制在扩散器的 1/2 左右，封存并记录封闭时间。

五、测量步骤

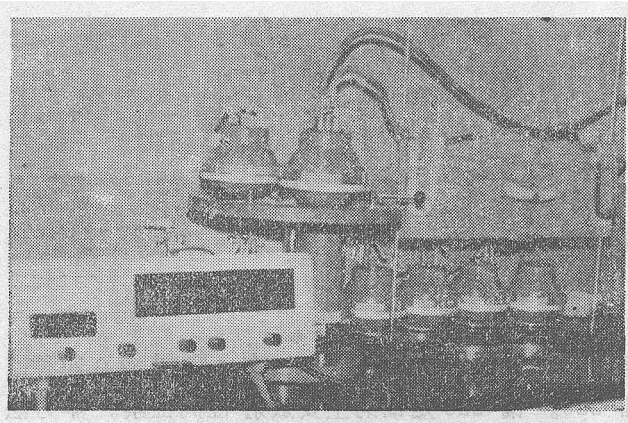


图 1 镭-226 测量装置

1. 送气 将已测好本底抽成真空的闪烁室与盛有样品溶液的扩散器、干燥管和装有活性炭的管子连接起来(见图 1)。送气时先打开扩散器与闪烁室开关，再打开活性炭玻璃开关，利用负压把扩散器里氡气赶到闪烁室里，控制扩散器底部气泡为可数的气流速度，送气不要太快，约在 15 分钟左右结束。

2. 测量 闪烁室送完气，放置 2 个小时，在已经选择好的工作条件下进行测量。

3. 排气 样品测量完毕，需将闪烁室马上与真空泵连接排除闪烁室内氡气及子体。排气过程中，间断地用活性炭或滤布过滤的新鲜空气冲刷闪烁室内壁，使闪烁室很快恢复正常本底。

六、计算

1. K 值计算

$$K = \frac{Q_{Ra标}(1 - e^{-\lambda t})}{I_{标}}$$

式中，K 为闪烁室校正系数 (居里/计数·分)；Q_{Ra标} 为液体标准源含量 (克镭)；1-e^{-λt} 为氡的累积系数；I_标 为测得的标准源计数 (计数/分)。

2. 样品含量计算

$$Q_{Ra样} = \frac{K \cdot I_{样}}{(1 - e^{-\lambda t}) \cdot P}$$

式中，Q_{Ra样} 为煤样品中镭含量 (克镭/克煤样品)；I_样 为被测样品 α 计数率 (计数/分)；P 为被称取煤样品重量 (克)。

3. 误差 测量时间为 5 分钟取一个读数，连续取三个读数，得平均值 \bar{I} 。读数误差允许范围为 $|I_i - \bar{I}| < 2\sqrt{\bar{I}}$ ，不合要求的读数应弃去，再计算平均值。按下面公式计算样品标准差：

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

式中, \bar{x} 为测量样品每分钟的平均计数率; n 为样品个数; S 为样品标准差; x_i 为每分钟的样品计数率。

七、结果与讨论

测量结果见表 1。

表 1 几个产地的煤及除尘灰中镭-226的含量水平

| 煤 的 种 类 | 镭-226 克镭/克煤 | 镭-226 克镭/克灰 |
|------------------|-------------|-------------|
| | 煤 | 除 尘 灰 |
| 河南省平顶山煤 | 1.60±0.00 | 1.45±0.41 |
| 河北省七苔河煤 | 0.52±0.56 | 未 测 |
| 内蒙古石炭井煤 | 0.55±0.04 | 1.46±0.80 |
| 辽宁省开原煤 | 4.50±2.19 | 未 测 |
| 内蒙古石炭井、石子混合煤 | 0.98±0.03 | 3.35±1.39 |
| 山西省大同、陕西省蒲白混合煤 | 2.27±1.50 | 3.05±1.32 |
| 开原、平顶山、临汾(山西)混合煤 | 1.12±0.24 | 1.96±0.37 |
| 七苔河混合煤 | 0.91±0.57 | 未 测 |

1. **测量装置** 检查定标器各参数是否符合要求, 使仪器处于正常工作状态。检查探头及闪烁室系统是否漏光。如漏光应彻底消除。检查闪烁室及送气装置系统是否漏气, 如漏应马上消除。

2. **工作电压** 根据射气测量特点, 测定坪曲线时, 不宜采用固体 α 源, 因为其效果不同, 最好采用钍射气源用降压测定。我们采用镭-226 及氡子体达到平衡的射气源进行坪曲线测量, 选择工作电压为 560 伏 (见图 2)。

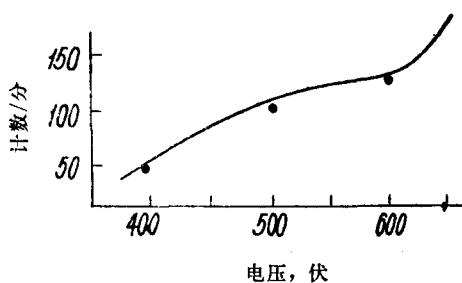


图 2 坪曲线测定

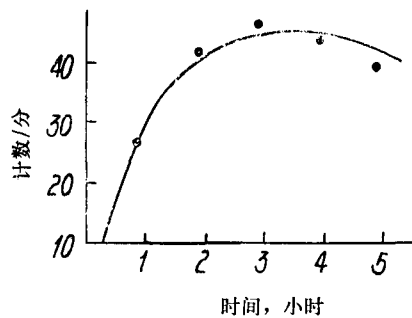


图 3 氡积累平衡时间

3. **氡积累平衡时间** 我们采用煤样品测定氡积累平衡时间, 见图 3。由曲线可见, 闪烁室里 2 小时后达到高峰, 以后变化较为平缓, 测量时间选择在闪烁室充氡气 2 小时后进行。

4. **适用范围** 根据样品制备方法、测量时间等选择, 可以准确测量到 $n \times 10^{-13}$ 克镭/克煤样品。

5. **熔融** 熔融以后由于马弗炉内温度不均匀, 有时可能出现浸不完全 (不能自己完全反应), 加热即可, 不影响回收率。

6. **试剂检验** 由于煤中镭含量较低, 对试剂尤其氯化钡的含镭量必须进行检验, 必

要时做空白实验。

7. 封存时间 煤中镭的含量较低，封存时间选用 15 天左右，以使达到放射性子体平衡。

参 考 文 献

- [1] 徐发中等，矿石的放射性分析，原子能出版社，1977 年，128—160 页。
- [2] 《环境放射性监测方法》编写组，环境放射性监测方法，原子能出版社，1977 年，253 页。
- [3] 《食品检验方法》编辑组，食品检验方法，技术标准出版社，1979 年。

(编辑部收到日期：1982 年 6 月 18 日)

气凝硅胶契伦柯夫辐射体的制作

尚世鑫 赵淑君 许 炳 徐克尊 奚富云

关键词 契伦柯夫辐射体，契伦柯夫计数器，醇凝胶，凝胶时间，熟化时间。

一、引 言

鉴别高能带电粒子常使用契伦柯夫计数器，在 1~5 GeV/c 动量范围内，一般是用加高压的气体契伦柯夫计数器鉴别粒子。由于这种契伦柯夫计数器设备庞大复杂，近几年来，国外制成了一种新型的契伦柯夫辐射体——气凝硅胶 (Silica aerogel)^[1-4]。

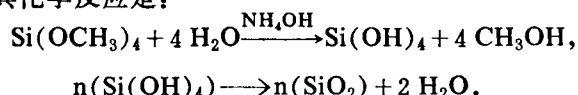
气凝硅胶是一种多微孔的透明固体，其微孔直径只有 30 Å 左右。它的折射率在 1.02 到 1.10 之间，在许多场合可以代替高压气体契伦柯夫计数器在 1~5 GeV/c 动量范围鉴别粒子。

气凝硅胶的优点是体积小、重量轻，特别是由于它呈固体状态使用方便，容易通过改变其化学成份而改变其折射率。缺点是质脆易碎。

二、气凝硅胶的制备

1. 醇凝胶的制备 要想制作气凝硅胶首先要制备醇凝胶。它是由正硅酸甲酯 [Si(OCH₃)₄] 在甲醇溶液中水解而成。水解是在选用碱性催化剂 NH₄OH 的条件下进行的。

制备时先把这些药品按一定比例要求搀合在一起，不停地搅拌，然后静置一段时间，最后聚合成醇凝胶。其化学反应是：



醇凝胶制好后必须搁置相当长的时间称做熟化时间，目的是使其凝胶骨架结构牢固。

2. 气凝硅胶的制备 为了得到气凝硅胶必须除去醇凝胶中的溶剂 甲醇。办法是通过加热使甲醇成气体蒸发掉，然后冷却。这时原来甲醇占有的空间就被空气所填充，从而生成了多微孔的气凝硅胶。为了把甲醇加热到临界温度 (240℃) 以上，又不致由于沸腾而破坏其骨架结构，蒸发还需在临界压力 (80 个大气压) 之上进行。上述过程是在充氮的高