

表 3 高纯硅中痕量

样号	杂质含量						
	Na	Cu	Au	K	As	La	Ga
多晶-82Y	0.404	1.79	0.00096		<0.061	<0.00099	<0.322
多晶-82T6	0.553	<0.0397	<0.000222		0.580	<0.0157	<0.0445
多晶-82Z	0.58	1.12	0.0008		<0.018		<0.218
多晶-日本小松	0.584	3.13	<0.00056		0.028		<0.015
多晶-道康宁	0.485	<0.0052	<0.00010		0.240		<0.0069
单晶-81D	0.35	0.21	<0.0004	<1.6	<0.05	<0.01	<0.03
单晶-81E	0.42	0.11	0.0005	<1.3	<0.02	<0.04	<0.03
单晶-81H	0.41	0.12	0.0004	<1.6	<0.05	<0.02	<0.03
单晶-80L	0.35	0.56	<0.0004	<1.3	<0.03	<0.02	0.03
单晶-82Y	0.33	0.06	0.0007		<0.03	<0.012	<0.24
单晶-1Y	0.51	0.18	<0.0001	<0.6	<0.02	<0.03	<0.03
单晶-82Z	0.64	0.71	<0.0003		<0.06	<0.09	<0.01
单晶-82T6	0.497	0.0615	<0.000285		<0.00192	<0.00179	<0.0828
单晶-82G	0.864	<0.012	<0.000567	<0.503	<0.0263	<0.0486	<0.0169
单晶-82T	0.427	<0.01	<0.000278	<0.65	<0.0453	<0.0386	<0.0107

表 4 硅单晶体内(内)、表层(外)杂质浓度比较

部位	杂质浓度, ppb													
	Cu		Cr		Mo		As		Sb		Fe		Co	
外	1.49	1.28	0.33	0.18	1.26	0.54	0.20	0.14	0.18	0.63	56	245	0.09	0.16
内	0.64	0.25	0.25	0.21	0.54	0.69	0.22	0.11	0.38	0.65	10	2	0.08	0.12

限有所差异。

本工作曾得到孙用钧等活化分析组有关同志的指导与帮助, 特此致谢。

### 参 考 文 献

- [1] A. Currie, *Anal. Chem.*, **40**, 586 (1968).
- [2] 蔺锡类等, 第一次全国活化分析会议资料选编, 原子能出版社, 1981年, 145页.
- [3] S. Niese, *J. Radioanal. Chem.*, **38**, 37 (1977).
- [4] J. E. Barry et al., *J. Electrochem. Soc.*, **116**, 257 (1969).

(编辑部收到日期: 1983年3月19日)

## 钒钛铁矿中钷的中子活化分析

方朝萌 袁 玲 叶彬奇 丁锡祥 陈保观

(原子能研究所, 北京)

关键词 钒钛铁矿, 中子活化分析, 探测极限。

本文介绍了用非破坏性中子活化分析方法测定钒钛铁矿中痕量钷。样品是在原子能研究所游泳池式反应堆中辐照的, 中子通量为  $2 \times 10^{13} \text{ncm}^{-2}\text{s}^{-1}$ 。使用带高分辨率 Ge(Li) 探

杂质 NAA 结果

浓 度 (pbb)										
Cs	Ag	Zn	Cr	Ce	Fe	Ni	Sc	Sb	Mo	W
<0.212	<0.23	<9.86	<2.74 <0.793	<2.74			<0.10	<0.10 <0.023		0.186
<0.79	<1.16									
—	<0.073		1.04			56.75		0.021	<0.087	
—	<0.076		<0.425			<4.98		<0.0088	0.081	
<0.20	<0.31	<4	<1			<26	<0.01	<0.02		
<0.30	<0.30	<2	<0.5	<3	<4	<12	<0.02			
<0.20	<0.31	<10	<0.10	<1.90	<6	<26	<0.10	<0.13		
<0.5	<0.31	<4	<0.10		<5	<26	<0.10			
0.17	<0.19	<8.78	<1.95	<2.29			<0.08	<0.077		
<0.30		<13	<0.5		<5	<12	<0.04			
	<0.0607		<0.581		<16	<5.59		0.0139	<0.0367	<0.0042
	<0.146		<0.81		<40	<10		0.0613	<0.823	
	<0.112		<0.67			<12	<0.0035	<0.0033	<0.197	

测器的多道计算机系统测量。为了验证方法的准确度，平行地分析了美国地质调查所的标准参考物 AGV-1 和 W-1。结果表明，我们的结果与推荐值符合较好<sup>[1]</sup>。对于快中子引起的  $^{46}\text{Ti}(n,p)^{46}\text{Sc}$  干扰反应进行了讨论。当样品中含钪量大于 10ppm 时测量误差为  $\pm 5\%$ ，含量为 2~10ppm 时，测量误差为  $\pm 10\%$ 。

### 一、引言

钪是人们认识较晚的一种元素，本世纪三十年代到五十年代，人们仅对钪的个别物理和化学性质进行了研究。六十年代后，有关钪的研究报道剧增，尤其对钪在矿物岩石中存在形式的探讨更为频繁，并开始研究它在天体和陨石中的分布。

由于钪在地壳中分布十分分散，而提取高纯度的金属钪或化合物，在技术上又很困难，因而金属钪在工业上应用仅是近些年的事。我国攀枝花地区除了蕴藏有丰富的铁矿外，还共生有包括钪在内的各种稀有金属。探明钪的储量及在矿物中分布，不仅有重要的经济价值(钪的合金熔点达 2900°C 以上，是舰艇和宇航工业上的重要材料)，而且对于科学研究工作也具有重大的意义。

随着 Ge(Li) 探测器的发展，堆中子活化分析技术得到广泛应用。对于痕量钪的分析，六十年代初 Kemp 等人报道了用中子活化分析法测定岩石和陨石中钪的含量<sup>[2]</sup>。在 1971 年，Carf 报道了钪在粘土中的中子活化分析结果<sup>[3]</sup>。本实验室也曾对矿物、岩石中钪作过初步分析<sup>[4]</sup>。利用非破坏性的堆中子活化分析方法，对钪的测定可得到十分满意的结果。

### 二、实验方法

钪的堆中子活化分析，利用  $^{45}\text{Sc}(n,\gamma)^{46}\text{Sc}$  反应所生成的放射性核  $^{46}\text{Sc}$ ，可测定它在  $\beta^-$  衰变过程中发射出 889 和 1120 keV 两条  $\gamma$  射线强度。由于游泳池式反应堆快中子成份

较高,对钛磁铁矿中钪的测定,要考虑 $^{46}\text{Ti}(n, p)^{46}\text{Sc}$ 干扰反应。有关本工作的核数据列于表1。

表1 有关核数据

核 反 应	同位素丰度, %	热中子反应截面, b	半 衰 期	被测 $\gamma$ 射线, keV
$^{45}\text{Sc}(n, \gamma)^{46}\text{Sc}$	100	26.5	83.8天	889.1120
$^{50}\text{Ti}(n, \gamma)^{51}\text{Ti}$	5.3	0.179	5.8分	320
$^{48}\text{Ti}(n, p)^{48}\text{Sc}$	7.95	9*	83.8天	889.1120

\* 裂变中子(n, p)反应平均截面。

1. 标准与样品的制备 为了避免操作过程和基体效应引入的误差,制备了单标准和混合标准。用 $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 溶于优级纯的 $\text{HNO}_3$ ,用去离子水稀释,得到浓度为 $9.22 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{mg}$ 的单标准溶液。为了更好地符合样品实际情况,配制了混合标准溶液。溶液内配有Sc, Th, Co, Cr, Hf, 等元素(Sc的浓度为 $0.0108 \mu\text{g}/\text{mg}$ )。用微量移液管定量地将溶液滴在 $\phi 10\text{mm}$ 圆形滤纸上,在红外线灯下烘干, $(80^\circ\text{C}$ 左右)用铝箱包好待用。

为了确保分析的准确度,平行分析了美国地质调查所的标准参考物质AGV-1和W-1。

样品由矿床研究所提供,分原矿)钛铁矿,钛磁铁矿和脉石矿,其中原矿为后三种矿物的混合体。样品经粉碎,颗粒度小于200目。样品取样量为60mg左右,在辐照前将样品在烘箱内烘8小时,箱内温度为 $105^\circ\text{C}$ ,冷却后装在清洁的小铝筒内。

2. 辐照 样品是在游泳池式反应堆中辐照,中心孔道的中子通量为 $2 \times 10^{13} \text{ncm}^{-2}\text{s}^{-1}$ ,照20小时,冷三周。样品中钛的测定是在水平孔道进行辐照,中子通量为 $20 \times 10^{12} \text{ncm}^{-2}\text{s}^{-1}$ 。经照射后的样品分别转移到 $\phi 10\text{mm}$ 聚乙稀小瓶内称重待测量。

3. 测量 本工作使用同轴Ge(Li)探测器,体积为 $136\text{cm}^3$ ,对 $^{60}\text{Co}1332\text{keV}$  $\gamma$ 射线的能量分辨率2keV,数据获取利用SCORPIO-3000多道计算机系统和SPECTRAN谱处理程序。辐照样品“冷却”三周,测量时间为500s,得到了较为满意结果。

### 三、结果和讨论

1. 由于我们所用堆的快中子成份比较多,而钛铁矿样品中钛约占30%,需要扣除 $^{46}\text{Ti}(n, p)^{46}\text{Sc}$ 引起的干扰,为此本实验做了下述工作。

(1) 测定样品中的含钛量。利用 $^{50}\text{Ti}(n, \gamma)^{51}\text{Ti}$ 反应,测出钛的量,放射性核素 $^{51}\text{Ti}$ 放出能量为320keV的 $\gamma$ 射线,其半衰期为5.8min,用快速辐照装置照1min,样品冷15min,标准样品冷7min,所测得的结果列于表2中。

(2) 测定 $^{46}\text{Ti}(n, p)^{46}\text{Sc}$ 生成的 $^{46}\text{Sc}$ 。按通常方法所测得样品中 $^{46}\text{Sc}$ 的值是 $^{45}\text{Sc}(n, \gamma)^{46}\text{Sc}$ 和 $^{46}\text{Ti}(n, p)^{46}\text{Sc}$ 两项反应的总和,第一项是我们要求的,第二项是干扰反应,应予以扣除。

由于上述样品中钛的量已测到,用中子活化相对比较法测得高纯钛片由 $^{46}\text{Ti}(n, p)^{46}\text{Sc}$ 反应产生的 $^{46}\text{Sc}$ 量为 $2 \mu\text{g}(\text{Sc})/1\text{g}(\text{Ti})$ ,并计算出样品中Ti的干扰反应的贡献。

上述实验用的高纯钛片也含痕量钪杂质。由于钪的热中子活化灵敏度比 $^{46}\text{Ti}(n, p)$ 反

表 2 样品中钍含量分析结果(重量%)

样 品 编 号	化 学 法 测 *	活 化 分 析
HT23-Ti	31.0	29.9±1.5
HT24-Fe	3.61	4.05±0.4
HT30-Si	0.91	1.05±0.01
HT25-Y	4.26	4.12±0.04

\* 矿床研究所提供。

应灵敏度高达 1000 倍, 而堆热中子通量至少比快中子通量高一个量级, 所以还必须考虑到钍中  $^{45}\text{Sc}(n, \gamma)^{46}\text{Sc}$  对上述实验的影响。

此实验利用堆的热柱进行的, 将 0.6g 钛片送进热柱辐照 80h, 热柱快中子成份极低, 热中子通量为  $1 \times 10^9 \text{ncm}^{-2}\text{s}^{-1}$ , 实验结果表明钛片中钍的含量为 42.5ppb, 证明引起的干扰可以忽略。

2. 方法的精密度和准确度。影响相对分析方法的精密度和准确度的因素很多, 在此项工作中我们作了周密的考虑, 为了给出方法的精密度, 选了样品 HT22-Ti 进行 6 次独立测定, 结果列表 3 中。

验证方法的可靠性, 除配制两套标准相互核对外, 还平行测定了标准参考物质 AGV-1 和 W-1。结果与推荐值是一致(结果列于表 4)。

表 3 HT22-Ti 六次独立实验结果(ppm)

一	二	三	四	五	六	平 均
24.2	24.6	24.4	24.5	24.8	24.0	24.4±0.3

表 4 AGV-1 和 W-1 测量结果(ppm)

	W-1 钍测定值	AGV-1 钍测定值
推 荐 值 <sup>[1]</sup>	35.2	13.4
本 工 作	36.8	12.8

表 5 部分样品分析结果

样 品	含量, ppm	样 品	含量, ppm	样 品	含量, ppm
HT22-Ti	24.4±0.3	HT28-Fe	7.16±0.30	HT25-Si	43.5±0.9
HT23-Ti	17.8±0.7	HT31-Fe	5.81±0.30	HT23-Y	20.2±0.6
HT31-Ti	30.6±0.1	HT32-Fe	5.87±0.30	HT24-Y	36.0±0.5
TT-Ti	28.8±0.6	HT24-Si	46.6±1.4	HT25-Y	37.7±0.3

3. 探测极限。仪器中子活化分析的探测极限是与样品的基体、取样量、辐照时间、中子通量、仪器的探测效率、测量时间等有关, 由于样品基体是铁矿石,  $^{46}\text{Sc}$   $\gamma$  射线峰正好落在  $^{59}\text{Fe}$   $\gamma$  射线的康普顿谱的边缘上, 影响了分析灵敏度。取样量为 100mg, 辐照 10h,

冷却三周, 测量时间为 1000s, 探测限为  $3.7 \times 10^{-3} \mu\text{g}$ 。本工作部份样品分析结果列表 5 中。

### 参 考 文 献

- [1] Fanagan, F. J., *Geochim. Cosmochim. Acta*, 371 1189, (1973).  
 [2] Kemp, D. A. et al., *Anal. Chim. Acta*, 23 410, (1960).  
 [3] Carf, T. F., *Radiochem. Radioanal. Lett.*, 8 199, (1971).  
 [4] 原子能研究所等, 地球化学, 2(1976), 133

(编辑部收到日期: 1984 年 4 月 2 日)

## 厚样品 $^{170}\text{Tm}$ $\beta$ 放射性的绝对测定

蒋崧生 周祖英 陈 英 严叔衡 杜鸿善 罗德兴

(原子能研究所, 北京)

关键词 厚样品,  $\beta$  放射性, 绝对测定, 模拟源法。

### 一、引 言

$\beta$  放射性的绝对测定广泛应用于核物理、核化学、核工程和核技术应用等方面。除适用于薄膜源的  $4\pi\beta\text{-}\gamma$  符合法外, 要绝对测定出一个样品的  $\beta$  放射性, 都必需知道  $\beta$  探测器的效率。效率中通常包含有两个因素: 1. 样品中发射出的  $\beta$  粒子在到达探测器路程中可能遇到的样品自身、样品与探测器间的空气以及探测器窗的吸收和散射。2. 样品相对探测器所张的有效立体角大小。样品的  $\beta$  放射性自吸收和散射同样品的厚度和成分有着十分密切的关系。对薄样品, 通过对自吸收等的修正, 可以定出  $\beta$  放射性绝对强度。但是, 对于厚样品, 由于它的吸收和散射的严重性, 很难进行修正处理。在这种情况下, 人们不得不采取一些办法, 避开散射吸收问题。

在测定  $^{169}\text{Tm}$  快中子俘获截面时<sup>[1]</sup>, 需测定中子照射后生成的  $^{170}\text{Tm}$   $\beta$  放射性以便定出  $^{170}\text{Tm}$  核数目。为了获得足够的  $\beta$  计数率, 所用样品较厚, 约  $100\text{mg}/\text{cm}^2$  的  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  粉末状样品。通常为了绝对测定这种厚样品的  $\beta$  放射性, 采用依据热中子俘获截面为基准的“快-热比法”<sup>[2]</sup> 刻度  $\beta$  探测器的效率, 以避开样品的自吸收和散射问题。但是由于  $^{170}\text{Tm}$  半衰期较长, 采用这种方法是有困难的。为此我们研究了一种“模拟源法”来刻度  $\beta$  探测器效率, 刻度  $\beta$  探测器效率的误差达到 1.7%, 较之“快-热比法”小得多。

模拟源法的要点在于: 用化学方法将已知量  $^{170}\text{Tm}$  标准溶液均匀地掺入到用于制备模拟源样品的  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  中去; 用这些掺有已知量  $^{170}\text{Tm}$  的  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  制备出不同厚度的模拟源样品(制备方法和封装都同待测样品相同); 然后用它们刻度出  $\beta$  探测器的效率随样品厚度变化的曲线。

### 二、 $^{170}\text{Tm}$ 放射性标准溶液的制备

为了制备模拟源样品, 首先是要设法获得足够的已知量的  $^{170}\text{Tm}$ , 然后制备成溶液进行精确的测定。