


放射化学实验



放射化学实验



江苏工业学院图书馆
藏书章

1958 . 12 .

计数装置和基础测量技术的训练

β -和 γ -射线计数装置的简单说明 测量 β -和 γ -射线的计数装置包括二个主要部分：取样天盖并激励计数管（以后简称为 $G-M$ 计数管），和定标器。

一般常用的 $G-M$ 计数管是圆柱形的或钟形的，它是由圆柱形的阴极和中央阳极（阳极）构成的密闭管子，管内充有一定成分的气体，两极间加上相当高的电压，使得管内气体几乎要放电，当有带电粒子进入管中时，就使气体电离，形成正负离子对（ γ 射线是通过次级电子产生电离的），并且在如此强的电场内迅速繁殖，引起了气体放电，它被计数装置作为一个电脉冲中的信号记录下来，脉冲从计数管进入定标器，先被放大和改造，然后输出一个矩形脉冲。假如不用定标电路的逆位装置，而直接用机械计数器记录时，则每一脉冲触发驱动电路中机械计数器计数一次。

在脉冲均匀地输入的情况下，机械计数器每秒钟均能够记录20次，但是由于放射性现象并不是均匀地发生的，所以就可**能发生**这样的情况：一个既变紧跟着一个既变，或者在测量高放射性的试样时，每秒钟输入的脉冲数目超过了20个，这时机械计数器就不能把它们分别地全部记录下来，为了避免机械计数器可能遗漏一些脉冲，计数率一般应当不超过上述数字的 $\frac{1}{2}$ ，也就是每秒钟输入机械计数器的脉冲数不应超过5个，每分钟不超过300个脉冲，当测量高放射性的试样时，为了减少漏计脉冲的错误，就用定标电路来降低单位时间内输入机械计数器的脉冲数。我们所采用的定标电路是由六级二进制器组成的，选择使计数管每输出64个脉冲 $C_2^6 = 64$ ，机械计数器才跳过一个数字，此时即表示计数器计下了64个脉冲。为了随时可以获得输入脉冲的数目，在每一级二进制器，**电路**上，接上氖灯泡指示进位的情况，计数管每脉冲输入时，氖灯就有

顺序明天的表示。

楊叔

在使用计数装置测量试样的放射性时，应遵循下面的步骤：

1) 正确地将计数管的阴极接地，将阴极与计数管的输入端接好。检查进位器上的“电流”，“检验”电输是否在天上，高压按钮是否还亮到最低处。检查完毕后，将电插柄插上实验室内纳的供电电流；

2) 打开“电流”电输待10—15种（主要是为了予热电子管，使以后计数装置工作时性能稳定）后，依次打开“计数”电输和“检验”电输，观察计数装置是否工作正常。

3) 将“检验”电输天上，根据试样的放射性强度和计数装置的性能，把试样放在离计数管合适距离的托板上；

4) 打开“高压”电输，按顺时针方向缓慢转动“高压”控制旋钮（粗调和细调）至选择的工作电压（根据工作特性曲线）；

5) 将“计数”电输天上，按一下“还亮”钮，使原泡全灭；

6) 将机械计数器上的现有数字记下，打开“计数”电输，同时按停表计时。经过一定的观测时间后，即将“计数”电输天上；

7) 再次记下机械计数器上的数字，将终了的数字减去开始前的数字，所得的差值乘以进位系数（我们实验室内所用的计数装置的进位系数是64），再除以终了时各个亮着的亮管所代表脉冲数，即为观测时间内记录下来的脉冲总数；

8) 测量完毕后，缓慢地将“高压”控制旋钮逆时针方向转到最低，然后依次上“高压”和“电流”电输；

9) 将放射性试样自计数管下搬走。

β -和 γ -射线计数装置的一般装置如图一的正视图所示。实验室内所用国产的定标器的外壳版面如图二所示。

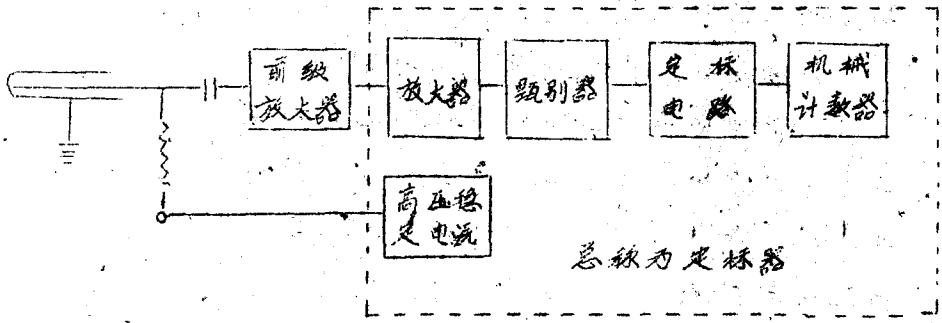


图1 B-和γ-射线计数装置的一般装置

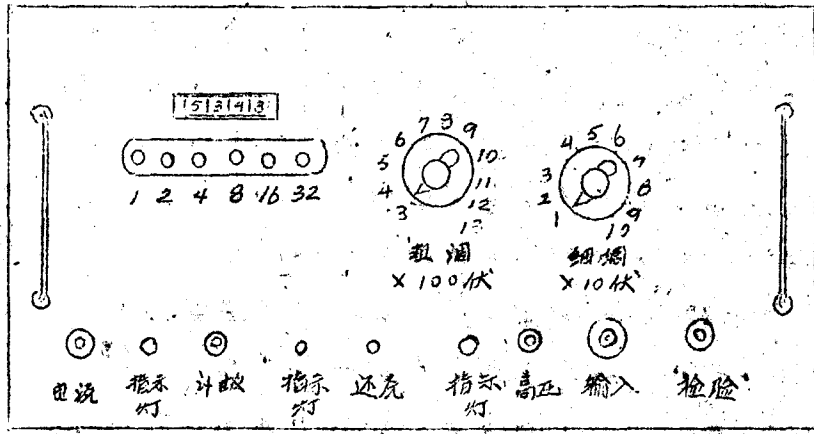


图2 定标器外壳正面的标志

G-M计数管的工作特性曲线 计数管的工作特性曲线表示在放射流强度不变(就是说进入计数管的能引起电离的粒子数目不变)的情况下,脉冲计数率和加在计数管正负极间的电压的相互关系,图3即表示一个计数管的工作特性曲线(或者叫作坪曲线),当电压达到S(起始电压)时,开始有计数(盖革区)与D之前计数率实际上增加很缓慢,通常把曲线中这一段称作计数管的“坪”,当电压超过D时,计数率剧烈地增加,再增加电压,将会导致连续放电,此时计数管易被损坏。所以在用一个计数管之前,必须知道它的工作特性曲线。

一个好的计数管的坪长不应小于100伏特,而斜率不应超过3% / 100伏特(即由坪的起点开始的100伏特区间中,计数

率增加不超过3%)。但在作相对测量时，一个斜率为10%/100伏特的计数管仍可

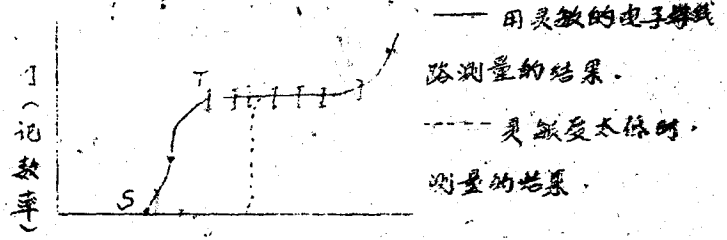


图3 G-M计数管的工作特性曲线

使用，只要电压足够稳定，并用标准源作定期的校正。

根据计数管的工作特性曲线，可以正确地选择计数管的工作电压，一般是选择在从坪的起始电压起三分之一和三分之二之间的区内，工作特性曲线会随计数管使用日期长了而逐渐改变，因此有必要定期地检查和重新调整工作电压这项工作每个月中不应少于一次。

对于没有使用过的计数管，其工作电压的测定必须进行两次，前后两次间隔的为8—10小时，假如工作特性很好地相符，那么进一步研究计数管的“陈旧”问题就多余了；反之要是不相符合的话，就需继续研究直到获得相符的结果。

计数装置的失效时间 计数装置所能记录的粒子数目为计数装置的分辨本领 (Разрешающая способность) 所限制，所谓计数装置的分辨时间或失效时间了，就是当两个脉冲先后都被记录下来所需的最短的时间间隔。它只是计数管、输入放大器和记录器的失效时间 (死时间)，当我们用灵敏度高的输入放大器和增益系数为1/4的记录器进行测量时，整个计数装置的失效时间，主要由计数管的“死时间”来决定。

因为计数装置有失效时间，测量到的计数率比在此时间内进入计数管的粒子数 (真正的计数率) 记录得小，为此应

$$n - n_l = n (m \tau) = \frac{m \tau}{1 - m \tau} \quad (1)$$

$$m = \frac{n}{1+n\tau} \quad (2a)$$

$$n = \frac{m}{1-m\tau} \quad (2a)$$

为了获得精确的测量结果，实验中需要对漏记数加以校正。

计数装置的失效时间可以用双流法测量出来，双流法是两个**别流同时测量**两个强度相近的放射源的计数率，另外还测量本底计数率。由这些测量结果就可由公式计算出计数装置的失效时间常数，故 m_1 ； m_2 ； m_{12} 分别表示流₁；流₂；和流₁₊₂的实际测得的计数率（注意，这些测量值包括本底计数率！）和这些值相应的理想的真正计数率是 n_1 ； n_2 ； n_{12} （也包括本底计数率），而 m_b 和 n_b 分别表示实际测得的理想的本底计数率，则有

$$n_1 + n_2 = n_{12} + n_b$$

假定失效时间和计数率无关，那么

$$\frac{m_1}{1-m_1\tau} + \frac{m_2}{1-m_2\tau} = \frac{m_{12}}{1-m_{12}\tau} + \frac{m_b}{1-m_b\tau}$$

由上式得到下面的近似解（假设了被小）

$$\tau = \frac{m_1 + m_2 - m_{12} - m_b}{2(m_1 - m_b)(m_2 - m_b)} \quad (3)$$

由于失效时间的测定基于在较大的数值间寻求不大的差值，所以为了减小统计上的误差，每次测量应当在较长的时间内（譬如10—20分钟）进行。对于各种类型的计数管来说，失效时间的常数也不相同，由公式(1)可以看出，放射性愈强，计数率愈大，对失效时间所作的校正值也愈大，因此在实际工作中，假如不是特别必须的话，应尽量避免用很强的放射性试样。

几何效率和它对测量的影响 只有落在计数管两端极面的

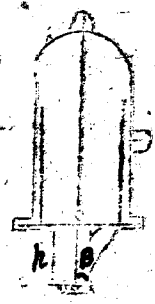
有效空向的粒子，才能被计数装置记录下来。由于试样中放射体粒子是均匀地向四面八方发出射线的，因此到达计数管的只是其中一部分，亦即只有一部分粒子能被记录。有时为了要计算放射体试样在单位时间内所放出粒子总数，就必须将脉冲计数率除以几何效率（试样对计数管所张的立体角，与截面积及角度的函数），锥形计数管的几何效率可以由计数管筒的半径和试样到计数管金属线的距离来决定。这时，试样尺寸应当不太大，它的直径应小于计数管筒的直径，并且完全应当和计数管筒的轴心平行地放置，试样中心应当和计数管金属线的延长线上（见图4）。

顶点在试样中心，圆锥计数管的底面所张的几何效率（相对立体角）等于：

$$\Omega = 0.5 (1 - \cos \beta) \quad (4)$$

$$\cos \beta = \frac{h}{(h^2 + r^2)^{1/2}} \quad (5)$$

此处， h 为试样到计数管金属线的距离， r 为计数管筒的半径。



样品

图 4

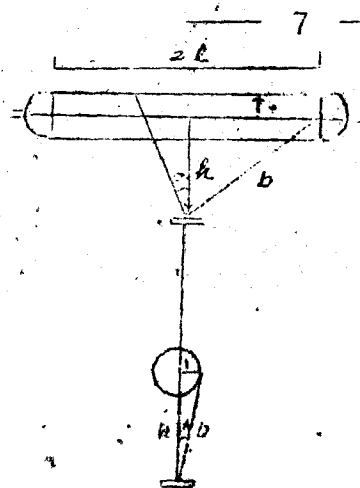
如果试样的大小与计数管筒比较起来不能忽略的话，几何效率可以按透射法云的解析公式来计算，为了避免繁复的计算，可以直接查阅经 Ne T P M a k 和 B a k 二人计算而列成的表格。

如果使用圆锥形计数管，而管和试样的位置位置如图5所示，则在试样直径小于计数管本身的半径时，几何效率可以用近似下面的公式来计算。

$$\Omega = \frac{1}{180} \text{arc} \sin \frac{Y}{h} \quad (6)$$

式中， Y 是计数管阴极的内半径， h 是试样到金属线的距离，在

用这一近似公式时，假设计数管的有效长度 $2l$ 远大于 h ，而在此时 r 大得多。



在进行放射性的相对测量时，放射性试样的几何位置具不致重要的意义，因几何效率没有能很好地固定而引起的误差，随着试样和计数管的接近程度不同而有所不同，当试样离计数管近时，例如由于实验

工作者的疏忽使两个放射性相同的试样，未放在同一几何位置上（譬如说水平距离盖上一个量级），或者在制备试样时一个试样中的放射性物质集中在样品盘的中心，而另一个则集中在边缘上，那末当这两试样被放在离计数管很近时所给出的脉冲计数率就显著地不相符合。当试样被放在离计数管较远时，上述影响就会相对地减小，产生以上现象的原因就在于试样离计数管的距离愈近时，试样的长度（放射性物质在盘中分布不均匀也可以看作一部分试样的长度）所引起的几何效率的改变相对说来也就愈大。

为了减小相对测量中几何效率所引起的误差，我们一般将试样放置在与计数管相距稍远的位上（使几何效率小一些）。

统计误差和它的表示方法 在对半衰期较长的放射性同位素的试样进行测量时，即使完全不顾测量仪器本身所固有的某些缺陷，计数率仍旧不能保持严格的常数，而是起伏在某一平均值附近，同时在某一平均值上下偏差的几率是相同的，这是由于放射性蜕变是无秩序的（可看作自发的彼此独立发生的事件）缘故，它具有统计的性质。这种在测量过程中出现的误差，是由于一定统计规律，所以也称之谓统计误差。

在实验工作中常用**标准偏差**或**标准均方差** σ 来表示统计误差的大小，标准偏差定义式

$$\sigma^2 = \overline{(n_i - \bar{n}_0)^2} \quad (7)$$

式中 n_i 为第 i 次测量的实验值（ i 向 ∞ 内记录的脉冲数，可以是 0 到 ∞ 间任一正整数）， \bar{n}_0 为真正的平均值，这在一般实验中无法求得，只有在测量为无穷多次时，实验结果的算术平均值才趋近于 \bar{n}_0 。

用几率理论可以证明

$$\sigma^2 = \sum_{n=0}^{\infty} (n - \bar{n}_0)^2 p(n) = \bar{n}_0 \quad (8)$$

式中 $p(n)$ 为某段时间 t 内测量结果是 n 个脉冲计数的几率

$$\therefore \sigma = \pm \sqrt{\bar{n}_0} \quad (9)$$

如前所述，由于测量中只能求出有限次数测量结果的算术平均值 \bar{n} ，而无法求得 \bar{n}_0 ，所以必须从有限的、 N 次，的测量数据中求统计平均值，这时，可以证明下式是近似成立的：

$$\sigma^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (n_i - \bar{n})^2}{N-1} \quad (10)$$

这里的 σ 所表示的意义是每作一次测量所得的任一值 n ，落在 $\bar{n} \pm \sigma$ 范围内几率为68.3%，而落在 $\bar{n} \pm \sigma$ 范围之外的几率是31.7%。其次还可以证明，有限次算术平均值 \bar{n} 的标准偏差 $\sigma_{\bar{n}} = \frac{\sigma}{\sqrt{N}}$ ，因而

$$\sigma_{\bar{n}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (n_i - \bar{n})^2}{N(N-1)} \quad (11)$$

式中 $\sigma_{\bar{n}}$ 所表示的意义是，如果再作 N 次测量，再求得一个新

的算术平均值 \bar{n} ，则这一新的算术平均值在 $\bar{n} \pm \sigma_{\bar{n}}$ 范围内的几率是 68.3%， $\sigma_{\bar{n}}$ 称作算术平均值的标准偏差。

在实际工作中，还常常发生对一个试样只进行一次测量的情况，此时很显然，统计误差不能用以上公式来计算，在

$\sigma = \pm \sqrt{n_0}$ 中， \bar{n}_0 本可由 \bar{n} 来近似，但是只要测得的脉冲计数 n 足够大时，就可以用 n 去近似 \bar{n} ，因为 \sqrt{n} 显然与 $\sqrt{\bar{n}}$ 相差不远，因此有

$$\sigma \cong \pm \sqrt{n} \quad (12)$$

这里的 σ 所表示的意义是当再作一次测量时，测得的结果有 68.3% 的几率落在 $n \pm \sqrt{n}$ 范围之内，而有 31.7% 的几率落在 $n + \sqrt{n}$ 范围之外。

相对标准偏差 (或简称百分误差) (可以用下式表示:

$$\epsilon = \frac{\sqrt{n}}{n} = \frac{1}{\sqrt{n}}$$

从上式可以看出总计数愈多，测量结果的相对误差就小。上面讨论的 n 都是时间 t 内测得的总计数，那末计数率 I (单位时间内脉冲计数) 的标准偏差应为 $\frac{\sqrt{n}}{t}$ ，它可以称为标准偏差率，现在用符号 σ_I 来表示。

$$\sigma_I = \frac{\pm \sqrt{n}}{t} = \frac{\pm \sqrt{It}}{t} = \pm \frac{\sqrt{I}}{t} \quad (14)$$

以上面式子中容易看出，当试样放射性强度不变时，增加测量时间可以减小偏差，即提高测量的精确度。

计数率 I 的相对标准偏差 ϵ_I 可用下式表示

$$\epsilon_I = \frac{\sigma_I}{I} = \frac{\sqrt{It}/t}{I} = \frac{1}{\sqrt{It}} \quad (15)$$

比较公式 (13) 和公式 (15) 可以看出，只要总计数是一定的，那末无论取什么时间单位来表示计数率 (脉冲计数/分或脉冲记

数/30秒-----) 相对标准偏差是不会因此而改变的。

对测量 N 次所得的算术平均值来说, 它的相对标准偏差 $\epsilon_{\bar{I}}$ 可以用下式表示:

$$\epsilon_{\bar{I}} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (n_i - \bar{n})^2}{N(N-1)}} / \bar{n}}{\sqrt{\bar{n}} / \tau} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (I_i - \bar{I})^2}{N(N-1)}}}{\bar{I}} \quad (15)$$

由上式可以看出增加重复测量的次数同样可增加测量的精确度。

本底对测量精确度的影响 在实际测量工作中, 本底计数率常常是必须考虑的, 当本底计数率与放射性试样所产生的计数率达到同一数量级时, 本底对测量精确度的影响就显著了。在考虑本底时上面的公式可采用更普遍的形式, 令 I_{A+B} 表示试样和本底的计数率之和 (对样品进行放射线实际测量时必然同时测得本底计数率), 而 I_A 、 I_B 分别表示试样的计数率和本底的计数率, 则有

$$I_A = I_{A+B} - I_B$$

I_A 的标准偏差可以下式表示

$$\sigma_{I_A} = \pm \sqrt{\sigma_{I_{A+B}}^2 + \sigma_{I_B}^2} \quad (17a)$$

其中

$$\sigma_{I_{A+B}} = \pm \sqrt{\frac{I_{A+B}}{t_{A+B}}}, \quad \sigma_{I_B} = \pm \sqrt{\frac{I_B}{t_B}}$$

亦即

$$\sigma_{I_A} = \pm \sqrt{\frac{I_{A+B}}{t_{A+B}} + \frac{I_B}{t_B}} \quad (17b)$$

I_A 的相对标准偏差可以下式表示

$$\epsilon_{I_A} = \pm \frac{\sqrt{\frac{I_{A+\phi}}{\tau_{A+\phi}} + \frac{I_\phi}{\tau_\phi}}}{I_{A+\phi} - I_\phi} \quad (18)$$

另外在均等的测量间隔内测量若干次时，测量结果的标准平均值的标准偏差，在考虑到本底后有

$$\sigma_{\bar{I}_A} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (I_{(A+\phi)_i} - \bar{I}_{A+\phi})^2}{N(N-1)} + \frac{\sum_{i=1}^{N'} (I_{\phi_i} - \bar{I}_\phi)^2}{N'(N'-1)}} \quad (19)$$

上式中 N 和 N' 分别为测量试样和本底的次数，相对标准偏差 $\epsilon_{\bar{I}_A}$ 可以用下式表示

$$\epsilon_{\bar{I}_A} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (I_{(A+\phi)_i} - \bar{I}_{A+\phi})^2}{N(N-1)} + \frac{\sum_{i=1}^{N'} (I_{\phi_i} - \bar{I}_\phi)^2}{N'(N'-1)}}}{\bar{I}_{A+\phi} - \bar{I}_\phi} \quad (20)$$

因此试样的放射性强度可以用下面式子表示：
对一次测量的结果有：

$$I_A = (I_{A+\phi} - I_\phi) \pm \sqrt{\frac{I_{A+\phi}}{\tau_{A+\phi}} + \frac{I_\phi}{\tau_\phi}} \quad (21)$$

对若干次测量结果的标准平均值有：

$$\bar{I}_A = (\bar{I}_{A+\phi} - \bar{I}_\phi) \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (I_{(A+\phi)_i} - \bar{I}_{A+\phi})^2}{N(N-1)} + \frac{\sum_{i=1}^{N'} (I_{\phi_i} - \bar{I}_\phi)^2}{N'(N'-1)}} \quad (22)$$

放射性试样和本底的测量时间的合理选择在遵循下面的关系式

$$\frac{\tau_{A+\phi}}{\tau_\phi} = \sqrt{\frac{I_{A+\phi}}{I_\phi}} \quad (23)$$

合理地选择测量试样和本底的测量时间，可以使误差降到最小值，这对于半衰期短或放射性元素来说很重要，因为每次

测量的时间都是很有限的。

由公式^{18/}~~17~~和公式23可以得出

$$t_{A+\phi} = \frac{I_{A+\phi} + \sqrt{I_{A+\phi} \cdot I_{\phi}}}{\sigma_{IA}^2} \quad (24)$$

$$t_{\phi} = \frac{t_{A+\phi}}{\sqrt{\frac{I_{A+\phi}}{I_{\phi}}}} \quad \frac{t_{A+\phi}}{t_{\phi}} = \sqrt{\frac{I_{A+\phi}}{I_{\phi}}} \quad (25)$$

当在本底和试样放射性强度之比小于给定的精确度时，即 $\frac{I_{\phi}}{I_A} < 0$ 的情况下公式24可以简化成

$$t = \frac{1}{\sigma^2 I} \quad (26)$$

为了使测量结果获得要求的精确度，可以按上述方法进行。在1~2分钟内测得 I_{ϕ} 和 $I_{A+\phi}$ 代入公式(24)或公式(26)将求得的时时 t ，舍去小数点后零数而化成整数(分钟数)，然后在此时间之隔内测量给定试样的放射性强度。

可以确信，按这些的公式来处理测量结果，可以使试样的测量达到预期的精确度。

减小本底计数率对提高测量弱放射性试样的精确度来说，具有原则性的意义。减小本底计数率在实际工作中给予提高测量的精确度较大的可能性。因此测量工作中需采取各种措施来减小本底计数率，如用适当厚度的铅保护盒将计数管屏蔽起来，由于宇宙线中的软成分被吸收掉了，本底计数率就相应地减小。除此之外，应当谨慎地避免铅保护盒，计数管，支架，梳板和其他测量室的放射性污染。利用按照反符合线路连接的计数管组，可以使宇宙线产生的本底降到最小值。

仪器是否正常工作检验 当计数装置正确的工作时，放射性测量的结果服从于以上讨论的统计规律。

为了进行检查，可按 1 分钟、5 分钟和 10 分钟分别进行 5—10 次的测量（三种情况下测量次数保持相同），放射性最好在 1000—5000 脉冲/分，每一系列的测量结果按公式 11 进行处理，这时每一系列放射性测量的精确度应当随每次测量时间的延长的程度而增高。

计数管和所有计数装置是否正常工作还可以用别的方法来验证，按公式 11 处理所得以均等的间隔进行多次，测量的结果的算术平均值的标准偏差，应当用公式 14 所得出的结果为同一数量级或者更小（只有在仪器良好的条件下和测量次数足够多时才更小），此时在公式 14 中必须代入 N 次测量的全部脉冲的总和以及时间的总和 Nt 。

如果上述情况不能被证实，这就说明计数装置不能正常工作，这时必须首先将定标器的“检验”电输打开，研究定标线路是否正常工作，如果定标器发生损坏，则须根据定标器上所附的说明书进行修理。

如果线路中存在着接触不良或绝缘不良，都能引起计数装置的不正常工作，这些毛病可用下述的方法来检查：在计数管上加上比起始电压还要小一些的电压，打开“计数”电输，然后沿着通道的导线轻轻地敲，以检查接触是否良好，当存在着接触或绝缘不良的毛病时，忽地能给出脉冲计数，绝缘材料不好或者绝缘体上有尘埃时能够引起虚假的脉冲计数。

主要仪器和药品

定标器：G-M 计数管；计数管支架和托板；铅保护盒，放射源；停表；直尺。

实验工作：熟悉测量装置和测绘 G-M 计数管的工作特性曲线

(一) 熟悉测量装置：按图 2 熟悉定标器外壳正面各个按钮和电输，熟悉计数管，有机玻璃支架托板为仪器，然后接正确

(8) 按照所得数据绘出所研究的 G-M 计数管的工作特性曲线，报告 G-M 计数管的起始电压 S ，盖革阈电压 T ；坪的斜率；确定计数管的工作电压。

实验工作：双流法测定计数装置的失效时间。

双流法测定计数装置的失效时间时，可遵循以下的步骤：

- (1) 测量本底 5 分钟称出本底计数率 M_b ；
- (2) 将流₁放在托板上的适当位置，使计数率约为 6000 ~ 7000 脉冲/分，测量 10 分钟，称出流₁的计数率 M_1 （包括本底计数率）；
- (3) 在不触动流₁的情况下，把流₂放在同一托板上的适当位置，使两个流的总放射性强度约为流₁的工作，测量 15 分钟，并计数称出流₁+2 的计数率 M_{12} （包括本底计数率）；
- (4) 在不触动流₂的情况下把流₁取走，单独对流₂进行测量 10 分钟，称出流₂的计数率 M_2 （包括本底计数率）；
- (5) 取走流₂，再测量本底 5 分钟称出本底计数率 M_b ；
- (6) 将数据列表表格，本底计数率按两次测量的平均值计算，按公式计算计数装置的失效时间。
- (7) 根据失效时间分别对测量数据进行校正，求出流₁流₂和本底的真正的计数率。

实验工作：几何条件对测量结果的影响

(一) 改变试样水平方向位置对测量结果的影响

(1) 将放射性试样放在距计数管最近的托板上量出放射性试样到计数管中央轴线的垂直距离 h ，然后测量其放射性强度得 I_0 ；

(2) 将放射性试样的中心沿水平方向移动几个毫米 (R_p) 再测量放射性强度得 I_1 ；