

活化分析基础

柴之芳 编著



原子能出版社

活化分析基础

柴之芳 编著

原子能出版社

活化分析基础

柴之芳 编著

原子能出版社出版

(北京 2108 信箱)

国防科工委印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

☆

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ · 印张 $12 \frac{1}{2}$ · 字数 276 千字

1982年12月第一版 · 1982年12月第一次印刷

印数001—3200 · 统一书号: 15175 · 437

定价: 1.55元

内 容 简 介

活化分析是一种核技术，它已成为常用的分析方法。本书对活化分析的各个方面作了比较通俗的介绍。全书共分八章和一个附录。依次叙述了活化分析的性质、特点、基本原理、实验方法、数据处理以及若干有代表性的应用领域。附录中给出了活化分析工作中常用的基本数据。

本书是为想了解活化分析、或准备开展活化分析工作的研究人员写的，对其它有关人员亦有一定参考价值。

序 言

活化分析是一种核分析技术。从本世纪三十年代建立活化分析以来，至今已有四十余年的历史了。初期，活化分析只是作为原子能技术发展进程中的一种副产物，而今天已成为超痕量、痕量、半微量甚至常量分析中的一种重要手段。活化分析法由于具有灵敏度高、准确度高、适应性广、特效性、可分析多元素、非破坏性、无试剂空白以及自动化等优点，而广泛应用于工业、农业、国防和科学技术的各个领域之中。有人说，上至天体、下到地理；大至宇宙、小到细胞；远溯至上古时代、近到现代各种尖端技术，都是活化分析的用武之地。从实际情况看，并未言过其实。

我国早在五十年代末就开展了活化分析工作。在二十年中，我国的活化分析工作者利用堆中子活化、加速器活化等手段为我国的原子能、环境科学、生物医学、材料科学、地球化学等学科作出了一定的贡献，并且在这方面打下了一定的基础。

本书的写作目的是打算为想了解活化分析或准备开展活化分析的科技人员、大专院校师生以及从事科技管理的领导干部提供一本入门的小册子；同时，又考虑到对于活化分析专业人员不乏一定的参考价值。为此，本书把重点放在阐述活化分析的基本原理、实验方法以及应用范例上。对于活化分析的一些新动向，也将给予适当的注意。

全书共分八章和一个附录。第一章对活化分析作一概括性的介绍。第二章叙述活化分析的基础——核反应及其有关知识。随后，依次根据活化分析的工作步骤，将样品和标准的制备、照射、放射化学分离、核辐射测量以及数据处理，分别安排在第三至第七章中讨论。最后一章列举活化分析一些重要的应用领域。附录中给出了活化分析所必需的一些基本数据。

鉴于活化分析涉及的面极为宽广，包括核物理、放射化学、核电子学、数据处理、固体物理、痕量分析以及各个应用领域，再加上目前每年全世界发表的活化分析文章已逾千篇，所以全面地、准确地介绍活化分析非作者能力所及，书中一定会有不少错误，敬请广大读者批评指正。

在本书写作过程中，得到许多单位和同志的热情鼓励和帮助。原子能研究所、原子核研究所、冶金部有色金属研究院、北京第三研究所以及北京大学、北京师范大学等单位对本书的写作提纲提出了宝贵的意见。有一些同志审阅了部分章节，尤其是田伟之同志仔细阅读了全书，并提出了许多中肯的意见。作者在此谨向为本书付出过辛勤劳动的单位和苏崎鑫、孙景信、屠树德、田伟之等同志表示衷心的感谢。

作 者

1980年8月

目 录

序言

第一章 活化分析简介	(1)
第一节 活化分析的本质——核分析方法	(1)
第二节 活化分析发展简史	(4)
第三节 活化分析的分类	(8)
第四节 活化分析的优缺点	(11)
第五节 活化分析的工作步骤	(19)
第二章 活化分析的基本原理	(21)
第一节 活化方程式	(21)
第二节 中子引起的核反应	(26)
一、基本原理	(27)
二、反应热能、阈能和有效阈能	(29)
三、截面和激发函数	(33)
四、堆中子活化	(36)
五、堆中子的反应速率	(40)
六、镅比	(44)
七、14 兆电子伏中子引起的核反应	(45)
第三节 光核反应	(47)
一、 γ 粒子反应	(47)
二、 γ - γ' 反应	(51)
三、光核反应的反应速率	(53)
四、基于光核反应的活化分析	(55)
第四节 带电粒子引起的核反应	(57)
一、一般原理	(57)
二、几种主要的带电粒子反应	(62)
三、带电粒子活化分析的标定方法	(67)

第三章 样品和标准的制备	(72)
第一节 取样及其代表性	(73)
一、取样量的一些考虑	(73)
二、取样方法	(76)
第二节 样品前处理	(84)
一、蒸发	(85)
二、冷冻干燥法	(86)
三、低温灰化	(87)
四、预浓集法	(89)
五、预分离法	(90)
六、样品的溶解	(92)
七、带电粒子活化分析样品的处理方法	(92)
第三节 样品制备时的注意事项	(93)
一、实验室环境中的沉降物	(93)
二、试剂	(94)
三、容器材料	(97)
第四节 样品包装和照射罐	(98)
一、聚乙烯	(99)
二、石英	(100)
三、铝	(102)
第五节 标准	(103)
一、配标准的注意事项	(104)
二、标准类型	(105)
第六节 标准参考物质	(112)
第四章 活化设备	(118)
第一节 反应堆	(118)
一、裂变反应	(118)
二、反应堆的类型和构造	(122)
第二节 中子发生器	(131)

一、中子发生器的构造和工作特性	(133)
二、密封式中子发生器	(137)
三、高通量中子发生器	(138)
四、14 兆电子伏中子通量的测定	(140)
第三节 静电加速器	(141)
第四节 回旋加速器	(144)
第五节 电子感应加速器	(147)
第六节 直线加速器	(148)
第七节 同位素源	(152)
一、辐射中子源	(152)
二、辐射 γ 源	(159)
第五章 放射化学分离	(161)
第一节 分离方法的选择	(162)
第二节 破坏样品的方法	(163)
第三节 载体、反载体和清扫剂	(165)
第四节 化学回收率和去污因子	(167)
第五节 常用分离方法	(169)
一、沉淀法	(169)
二、萃取法	(171)
三、色层法	(172)
四、无机分离剂	(178)
五、蒸馏法	(182)
六、电化学方法	(182)
七、同位素交换法	(184)
八、同位素分离器法	(185)
九、快速分离方法	(185)
第六节 去除基体和主要组分的方法	(188)
第七节 组分离方法	(190)
一、地质样品的组分离流程	(191)

二、生物样品的组分离流程	(195)
三、环境样品的组分离流程	(195)
四、高纯硅的组分离流程	(196)
第八节 自动放射分离法	(197)
第九节 亚化学计量法	(199)
第十节 化学产额的测定	(202)
第六章 核辐射测量	(205)
第一节 核衰变	(205)
一、 α 衰变	(205)
二、 β^- 衰变 (或 β 衰变)	(206)
三、 β^+ 衰变	(207)
四、轨道电子俘获 (E.C.)	(208)
五、 γ 衰变	(209)
六、内转换	(210)
第二节 核辐射与物质的相互作用	(211)
一、 α 粒子与物质的相互作用	(211)
二、 β 粒子与物质的相互作用	(212)
三、 γ 辐射与物质的相互作用	(214)
第三节 辐射探测仪器	(221)
一、基于气体电离的探测器	(221)
二、闪烁计数器	(224)
三、半导体探测器	(232)
第四节 核子仪器基础知识	(246)
一、前置放大器	(246)
二、主放大器	(249)
三、多道脉冲幅度分析器	(251)
四、小型在线计算机	(257)
第五节 γ 能谱测量方法	(260)
一、能谱响应	(260)

二、 γ 谱仪性能测试方法	(267)
三、 γ 谱仪的刻度方法	(270)
第六节 特殊测量方法	(274)
一、低本底测量方法	(274)
二、符合测量方法	(278)
三、低能光子能谱测量法	(280)
四、绝对测量法	(281)
五、康普顿抑制法	(282)
第七章 数据处理和误差分析	(284)
第一节 γ 能谱的定性分析和定量分析	(284)
一、能谱的统计特性	(284)
二、能谱原始数据的光滑	(285)
三、寻峰和定峰位	(288)
四、峰面积及其本底的计算	(292)
五、重峰分析	(297)
第二节 活化分析中的系统误差	(299)
一、样品制备中可能引入的误差	(300)
二、标准制备中可能引入的误差	(301)
三、照射中可能引入的误差	(302)
四、化学分离中可能引入的误差	(307)
五、测量中可能引入的误差	(308)
第三节 统计误差	(309)
一、泊松分布和高斯分布	(309)
二、标准偏差	(310)
三、误差表示方法	(312)
四、误差传递	(313)
五、计数时间的最佳分配	(314)
六、可疑值的取舍	(315)
七、相关系数	(317)

八、非随机误差检验	(317)
九、范围乘数	(318)
十、最小二乘法	(319)
十一、判断极限、探测下限和定量测定极限	(320)
第八章 活化分析的应用	(324)
第一节 在原子能工业中的应用	(324)
一、原子能工业材料的分析	(325)
二、在核燃料勘探、生产和管理中的应用	(326)
三、在核参数测量中的应用	(327)
第二节 在生物学和医学中的应用	(327)
一、研究生物组织中痕量元素的正常浓度 及其新陈代谢过程	(330)
二、利用可活化的稳定同位素示踪剂, 研究体内 各部分中元素浓度随时间变化的规律	(331)
三、体内活化分析	(332)
四、研究各种疾病与痕量元素的关系	(336)
第三节 在环境科学中的应用	(338)
一、大气污染的调查	(338)
二、测定水生环境中的污染	(339)
三、土壤背景值的调查	(342)
四、汞的测定	(342)
第四节 在地球化学和宇宙化学中的应用	(344)
一、研究地壳岩石和矿样的岩性地球化学	(346)
二、研究海洋地球化学	(347)
三、研究陨石和天体样品的宇宙化学	(348)
四、研究地质年代的年代地球化学	(351)
第五节 在材料科学中的应用	(352)
一、半导体材料分析	(352)
二、新型材料	(355)

三、金属材料中氧的分析	(356)
四、有机材料的分析	(357)
第六节 在流线分析中的应用	(357)
附录 1 与活化分析有关的大事年表	(361)
附录 2 热中子活化分析灵敏度	(364)
附录 3 14兆电子伏中子活化分析灵敏度	(374)
附录 4 用20兆电子伏韧致辐射进行 γ 光 子活化分析的灵敏度	(377)
附录 5 带电粒子活化分析灵敏度	(380)
参考书目	(384)

第一章 活化分析简介

活化分析*是一种什么样的分析方法？这种分析方法的基本原理是什么？它与其它分析方法相比有何优缺点？它的基本工作步骤有哪些？本章的目的就是试图回答这些问题，并为以后各章打下一个基础。

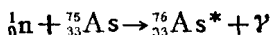
第一节 活化分析的本质 ——核分析方法

从本质上讲，活化分析是一种核分析方法，它的基础就是核反应。该法是用一定能量和流强的中子（包括热中子、共振中子和快中子）、带电粒子（质子、氘子、氦-3、氦-4以及重离子等）或者高能 γ 光子轰击待测试样，然后测定由核反应生成的放射性核素衰变时放出的缓发辐射或者直接测定核反应中放出的瞬发辐射，从而实现元素的定性和定量分析。

由于射线能量和半衰期是放射性核素的特征，因此，通过测定放射性核素的半衰期或者所放出的射线的能量，便能作出定性鉴定，而通过测定射线强度，便可完成定量分析。

* 也有人称之为放射化分析或激活分析。英文名称为 ACTIVATION ANALYSIS；日文名称为放射化分析；俄文名称为 АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ；法文名称为 L'ANALYSE PAR RADIOACTIVATION。

例，用热中子活化分析测定砷，所用的核反应为



或记为 ${}^{75}\text{As}(\text{n}, \gamma){}^{76}\text{As}$ 。由上述核反应生成的 ${}^{76}\text{As}$ 是放射性核素，它的半衰期为26.32小时，它的衰变纲图见图1.1。由图可知， ${}^{76}\text{As}$ 既放 β 射线，又放 γ 射线，因此可用 β 或 γ 计数方法进行测量。图1.2为用锗（锂）探测器测得的 ${}^{76}\text{As}$ 的 γ 能谱图。用这种方法可确定试样中有没有砷，以及有多少砷。

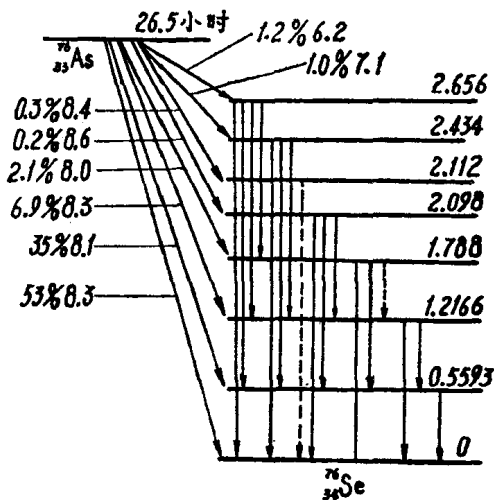


图1.1 ${}^{76}\text{As}$ 衰变纲图

另外，在活化分析中，为了除去试样基体的强放射性，或者要分离掉干扰放射性核素，或者为了降低康普顿连续谱，提高分析灵敏度，往往还需要进行放化分离，这就要依据元素的化学性质，采用适当的化学分离方法。

因此，为了开展活化分析，除了需了解核反应的基础知识和测量技术外，还需掌握元素的化学性质和放化操作。当然，要想成为一个优秀的活化分析工作者，最好还能具备一定程度的电子学、计算机、固体物理及放射性防护方面的知识。

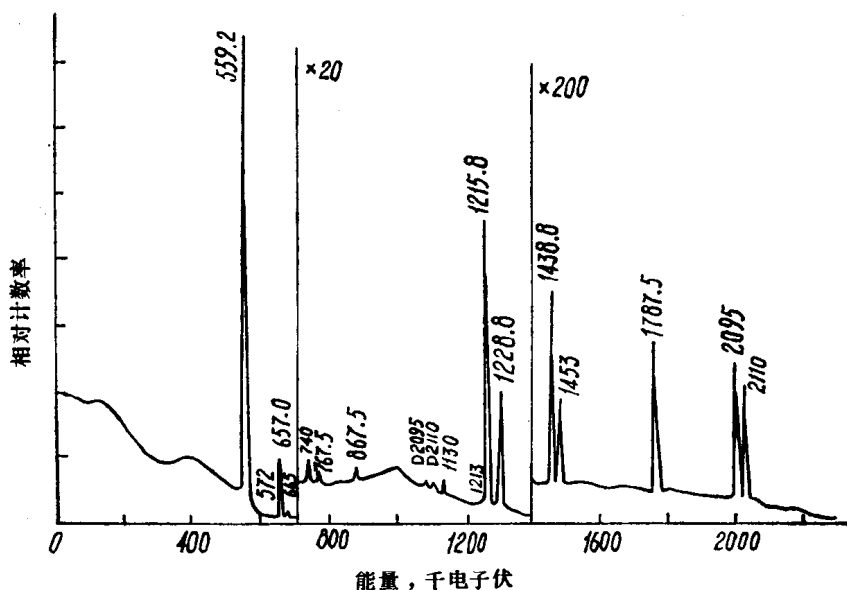


图1.2 用Ge (Li) 探测器测得的 ^{76}As 的 γ 能谱

用活化分析不仅可以测定样品中待测元素的含量（一种元素分析方法），而且可以测定同位素组成。不过，目前除了发现轻元素有不同程度的同位素效应以及在地球化学中通过测定同位素比值来测定地质样品年龄之外，一般可认为同位素组成是恒定不变的，所以，通常把活化分析法视作元素分析方法是可以的。

第二节 活化分析发展简史

活化分析的兴起和发展与任何一门学科的发展过程一样，有其相应的历史背景、物质基础以及学科自身发展的规律性。回顾活化分析四十余年的历史，大体上可分为五个阶段：

1. 开创阶段（1936年至1948年）

从十九世纪末到二十世纪初，随着放射性的发现，放射性元素钋和镭的提炼成功以及放射性衰变规律与原子模型的建立等，原子核物理与放射化学得到了迅猛的发展。当时，新的发现和发明接踵而来。其中与活化分析密切相关的有，1928年研制成功的G-M（盖革-米勒）计数器，1930年出现的高压倍加器，1931年建成的回旋加速器和静电加速器等。特别是在当时镭工业的推动下，于1932年发现了中子。中子的发现引起了科学家的极大兴趣，他们用中子来研究各种 (n, γ) 反应。以费米为首的核物理学家，企图用中子轰击钍来制备超铀元素，经过一番曲折之后，终于发现了核的裂变现象，并据此建成了反应堆。与此相平行的则是化学家海维希和列维在1936年进行了历史上的第一次中子活化分析。当时，他们用200至300毫克的Ra-Be中子源（中子产额约为 3×10^6 中子/秒），通过 $^{164}\text{Dy}(n, \gamma)^{165}\text{Dy}$ 反应（活化截面为 3900 ± 300 靶，生成核的半衰期为139.2分），测定了氧化钇（ Y_2O_3 ）中的镱，定量分析的结果为 10^{-3} 克/克。

1938年，西博格和利文格德用加速器产生的氘束测定了纯铁中的镅，进行了第一次带电粒子活化分析。