

7台连续泄漏的电子显微镜中的5台是由美国无线电公司(RCA)生产,是在75千伏或以上的电压下进行操作的,当电子显微镜高压降低到50千伏时泄漏测不到。另2台RCA显微镜均为EMU-3 G型,在50千伏时没有泄漏现象,更高电压时未作。

为了正确估价在电子显微镜X线泄漏时人员受到辐射照射的程度,必须首先知道辐射场的几何形状(如细微孔隙、路线、束宽)以及辐射进入探测器的能量分布或有效能量探测器对被测量的辐射场的能量和定向反应。辐射场的几何形状可以用胶片放在有关点上经足够时间产生辐射场的潜在显影的方法来确定。辐射场的能量分布可以用闪烁器或与多道分析器相配合的固体型探测器和单纯的衰减测量法来确定。这两个未知量一旦被测定后,一个已知其能量和定向反应的电离室则可用来估计辐射照射的程度。例如:Victoreen 440RF/C型“辐射照射量率测量系统”的能量反应校正系数,其变化

是20千电子伏有效能量时大体一致,在100千电子有效能量时则为大约0.65。如果射线束横切面小于探测器横切面,为说明射入探测器的辐射场的几何形状所需的校正系数,能从电离室的横切面(10平方厘米)与辐射场总横切面的比率而估计出一个近似值。因而,对细微孔隙泄漏来说,射线束几何形状的校正系数是非常重要的。

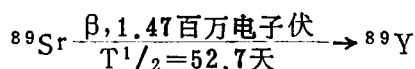
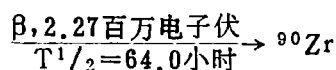
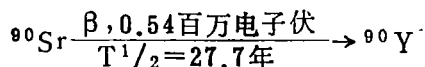
## 建 议

建议辐射防护人员或其他有关人员对所有电子显微镜,特别是用高压在50千伏以上操作的那些显微镜,进行一次甄别性质的辐射调查以确定是否有X线泄漏辐射。鉴于电子显微镜通常是由非放射工作者在非限制地点进行操作这一事实,如果探测出能危及工作人员的X线泄漏,则应采取适当措施(如设置附加屏蔽)将辐射减到可接受的限度。

(Devanney JA 和 Daniels CJ: Health Phys 30(2): 231, 1976(英文) 欧阳光明译 洪班信 蔡宏道校)

## 不作锶钙分离测定水中<sup>90</sup>锶和<sup>89</sup>锶

锶-90是需要广泛和准确督察的最重要的放射性核素之一,因此对它的测定需要一个方便而准确的方法。估计<sup>89</sup>Sr放射性水平对于追踪和记录核武器试验以及测定核装置所释放的裂变产物的年龄方面是有用的。这两种核素都是纯β辐射体,按下式衰变:



通常它们是用盖革计数器计数,而这样一来就要求源的质量很小,因此自钙分离锶是必不可少的。使用发烟硝酸的方法是达到这一

分离的最有效和最常用的。在钙与锶比例高达200:1时,应用该法可以获得满意的锶产额而同时对其它放射性核素有高度去污作用。它的最大缺点是发烟硝酸的危害性,对含钙高的样品使用发烟硝酸的量可达1立升。如用现代的液体闪烁计数器测定契连柯夫辐射,可由契连柯夫计数测定<sup>90</sup>Sr。

应用这一技术测定<sup>89</sup>Sr和<sup>90</sup>Sr有如下所述几个优点:现代的液体闪烁计数完全自动化而且非常可靠;<sup>45</sup>Ca的最大β能量低于水中的契连柯夫阈值(0.27百万电子伏),这样就没有必要从锶中分离钙,源质量可高达3.5克/20毫升;并且计数效率是高的。主要缺点是本底计数率高。必须注意到,在低放射性水平时,两种放射性核素的契连柯夫

谱的差别并不足以使得当一核素存在时能测量另一个核素。因此,必须求助于从 $^{90}\text{Sr}$ 生长 $^{90}\text{Y}$ 。同时,仅在钙和锶的混合物能够充分的去除其它放射性核素的污染时,不进行锶钙分离测定两个放射核素才是可能的。

这一步的完成是一系列清扫以及沉淀出大部分 $\gamma$ 辐射体的结果,如果需要测量,可按照为红外光谱制备溴化钾圆片的方法,将沉淀压成圆片,以便制成紧密而准确的源在Ge(Li)探测器上计数。由于放射性核素 $^{106}\text{Ru}$ - $^{106}\text{Rh}$ 具有高能量( $E_{\max}=3.5$ 百万电子伏)及与其相应的高契连柯夫响应,所以必须非常有效地清除掉。

## 实 验

仪器 Packard "Tricarb" 液体闪烁谱仪。

Perkin-Elmar 306原子吸收光谱仪。

试剂 全部试剂为分析纯。

锶载体溶液:氯化锶标准溶液,  
50毫克锶/毫升。

钇载体溶液:氧化钇的稀盐酸溶液,20毫克/毫升。

镱载体溶液:三氯化镱稀盐酸溶液,5毫克镱/毫升。

铬酸钠溶液:10克/100毫升。

氯化钡溶液:4.5克/100毫升。

氢氧化钠溶液:50克/100毫升。

盐酸:(1+1)。

碳酸铵:固体。

盐酸羟胺:固体。

氨水:比重0.88。

用于天然水的程序:

按照准确度和方便的需要可取适量样品,能直取至100升。用盐酸酸化,加5毫升锶载体溶液和5毫升氯化钡溶液,然后煮沸混合物直至体积缩小到350毫升(如有盐沉淀,则必须处理较大体积)。加入氨水和固

体碳酸铵沉淀氢氧化物和碳酸盐。离心并用水洗沉淀两次。将沉淀溶于盐酸中并稀释溶液至300毫升(在这一步可能出现硅,但将在后面用铬酸钡除去)。

煮沸溶液以除去二氧化碳,并在溴百里酚兰指示下用氢氧化钠调节溶液恰至碱性。

(铁存在可能掩蔽指示剂,但在所要求pH下铁离子的淡黄色将变深至褐色。)加热溶液至沸,加5毫升铬酸钠溶液再煮沸1分钟使沉淀凝聚,经Whatman No.30滤纸过滤并用水洗沉淀两次。合并滤液和洗液加热至沸,加5毫升氯化钡溶液,煮沸溶液,过滤并用水洗沉淀两次。

往已合并的滤液和洗液中加镱载体和钇载体溶液各2毫升及足够的次氯酸钠溶液(约3毫升)使镱氧化产生稻草色。加热至恰好沸腾,加足够量固体盐酸羟胺以还原镱和铬酸盐,然后以氢氧化钠溶液在pH 8时沉淀镱和铬。煮沸溶液凝聚沉淀。放置,在Whatman No 541滤纸上过滤混和物并用水洗沉淀和滤纸一次。用盐酸调溶液恰至酸性,加1毫升镱和2毫升钇载体溶液,重复自“加足够的次氯酸钠……”开始的程序。

加1毫升钇载体溶液,随后加1毫升氢氧化钠和足够的固体碳酸钠沉淀氢氧化物和碳酸盐。离心,用水洗沉淀两次,溶解沉淀于最小量盐酸中并稀释至70毫升。煮沸溶液以赶去二氧化碳,加少量盐酸羟胺结晶并用氢氧化钠溶液调pH至8。煮沸溶液使凝聚沉淀,在Whatman No 541滤纸下过滤以除去氢氧化钇,此时记录时间作为 $^{90}\text{Y}$ 生长起点。用水洗沉淀两次,用几滴盐酸酸化滤液,煮沸使其体积约为22毫升。冷却并移取20毫升到一塑料液体闪烁瓶中。

计数并记录开始测量时间。依据存在的活性和所要求的准确度,经过1~10天的适当的生长期后,再次计数并记下开始测量时间。

化学产额:

确定最终计数溶液中的锶和钙，而如果发现量很多，如用大体积天然水样品，还要确定无载体溶液中的锶。用原子吸收光谱来完成测定，以1%的镧作释放剂。由计数溶液的含钙量计算锶产额，从计数效率图来估计三个放射性核素的计数效率。

平均锶产额为60%。

计数效率图：

计数效率随着计数溶液中钙浓度不同的变化是小的，但可能需要考虑。分析纯钙盐含痕量铁，其浓溶液有颜色并且在无载体时不能用氢氧化物直接沉淀除去。用钇作为载体，然后以碳酸盐形式沉淀钙，将沉淀溶于最小量盐酸中，煮沸溶液以除去二氧化碳。准备三组溶液，均为每20毫升溶液分别含0，1，2和3.5克钙，并且使一组含 $^{90}\text{Sr}$ ，另一组含 $^{89}\text{Sr}$ ，第三组含 $^{90}\text{Y}$ 。使用高水平放射性以使计数时间短而 $^{90}\text{Y}$ 生长较微。对这些溶液作计数，然后画计数效率图。对0~3.5克钙而言。典型的计数效率百分值是 $^{90}\text{Sr}$  0.7~1.7， $^{89}\text{Sr}$  35.8~38.4， $^{90}\text{Y}$  56.5~60.3。

计算：

$$^{90}\text{Sr} \text{ 放射性} = \frac{C_F - C_I D}{K \times R \times V \times 2.22} \text{ 微微居里/升}$$

$$^{89}\text{Sr} \text{ 放射性} = \frac{1}{R \times V \times 2.22} \left[ C_I \left( \frac{1}{E^{89}\text{Sr}} + \frac{Dk}{K} \right) - C_F \frac{K}{k} \right] \text{ 微微居里/升}$$

(在分析时) 其中，

$C_I$  = 进行本底校正的每分钟起始计数

$C_F$  = 进行本底校正的每分钟最终计数

$G_I$  = 首次计数中点的 $^{90}\text{Y}$ 生长因子

$G_F$  = 最终计数中点的 $^{90}\text{Sr}$ 生长因子

$D$  = 在最初和最终计数中点之间已过去时间的 $^{89}\text{Sr}$ 衰减因子

$E^{89}\text{Sr}$  =  $^{89}\text{Sr}$ 部分计数效率

$E^{90}\text{Sr}$  =  $^{90}\text{Sr}$ 部分计数效率

$E^{90}\text{Y}$  =  $^{90}\text{Y}$ 部分计数效率

$R$  = 锶部分化学产额

$V$  = 样品体积，以升表示

$$k = E^{90}\text{Sr}(1-D) + E^{90}\text{Y}(G_F - G_I D)$$

$$K = \frac{E^{90}\text{Sr} + G_I E^{90}\text{Y}}{E^{89}\text{Sr}}$$

用于含钙量高的样品的程序：

如果样品含钙量超过3.5克，须自钙作锶的部份分离。修改方法如下。将第一次碳酸盐沉淀溶于1+1醋酸中，用水将溶液稀释至300毫升，并煮沸以除去二氧化碳。加氢氧化钠溶液调节溶液pH至6，加10毫升饱和硫酸钠溶液沉淀硫酸钙并将混合物加热至沸。冷却，离心，用水洗沉淀两次后，往沉淀加20毫升水和3克碳酸钠，混合物置于沸水浴上加热30分钟。离心，用水洗涤后溶解沉淀于盐酸中。按天然水程序自“溶解沉淀于盐酸中……”以下继续。

该程序已被成功地应用于含10克钙的样品。

用于核装置流出液的程序：

对这类样品通常采用10到400毫升之间的体积就足够了，也不必采用含钙量高样品的程序。适当地按比例缩减天然水的程序并且使用不少于50毫克的锶载体，以使在原子吸收光谱测定锶时，锶放射性核素的放射性维持在一个中意的水平。为了容易掌握和有效的清扫，所使用的镧载体量不少于5毫克，钇载体不少于10毫克。

## 结 果

检出极限：

$^{89}\text{Sr}$ 和 $^{90}\text{Sr}$ 的检出极限是互相牵制的，而彼此存在将互相抬高检出极限。当不存在 $^{89}\text{Sr}$ 时， $^{90}\text{Sr}$ 的检出极限为0.8微微居里，而当不存在 $^{90}\text{Sr}$ 时， $^{89}\text{Sr}$ 的检出极限为1.0微微居里。这些极限值是根据这样的假定来计算的，即如果源计数率大于本底计数率的三倍标准差， $^{89}\text{Sr}$ 将可以检出；当净增长计数率大于本底计数率的三倍标准差时， $^{90}\text{Sr}$ 将可以检出。它们相应的计数时间为500分

钟, 化学回收率为60%, 本底计数率为13个计数/分, 生长周期为8天,  $^{89}\text{Sr}$  计数效率为36%,  $^{90}\text{Sr}$  计数效率为56%。

去污因素:

为了确定最终源被其它放射性核素污染的水平, 进行了去污实验。将含有已知可能污染的放射性的模拟水样按程序操作。对最终源进行计数并在15天后再次计数。按加入母体核素的放射性对样品中显示的  $^{90}\text{Sr}$  或  $^{89}\text{Sr}$  放射性的比率计算去污因素。所得结果列于表 1。

天然水:

应用所述方法和本实验室以前使用的方法检查了来自五个地点的具有一个钙浓度范围的四个不同时期的样品。在一个方法存在有使用发烟硝酸有效地分离和对于  $^{90}\text{Sr}$  的钍源及对于  $^{89}\text{Sr}$  的锆源作盖革计数的问题。样品体积约为 100 升,  $1/4$  到  $1/3$  的样品用所述方法检验, 其余部分样品用以前的方法检验。所得结果列于表 I。

核装置流出液:

用所述方法和本实验室以前用于这种样品的方法检验流出液样品, 后一种方法包括

表 I 去 污 因 素

加入核素	去 污 因 素	
	$^{90}\text{Sr}$	$^{89}\text{Sr}$
铀系的 $^{238}\text{U} - ^{234}\text{U}$	$>9.1 \times 10^4$	$>8.2 \times 10^4$
铀系的 $^{226}\text{Ra} - ^{210}\text{Pb}$	$9.0 \times 10^3$	$1.6 \times 10^5$
$^{210}\text{Pb}$ 加上平衡的子体	$4.6 \times 10^5$	$1.9 \times 10^5$
$^{232}\text{Th}$ 系	$>2.4 \times 10^4$	$>2.2 \times 10^4$
$^{106}\text{Ru}$	$3.8 \times 10^4$	$5.0 \times 10^3$
$^{144}\text{Ce}$	$>4.9 \times 10^4$	$2.1 \times 10^5$
$^{124}\text{Tb}$	$>2.0 \times 10^5$	$>1.6 \times 10^5$
$^{125}\text{Tb}$	$>1.0 \times 10^5$	$7.0 \times 10^4$
$^{60}\text{Co}$	$2.6 \times 10^6$	$3.4 \times 10^5$
$^{137}\text{Cs}$	$>1.0 \times 10^5$	$3.2 \times 10^4$
$^{140}\text{Ba}$	$1.9 \times 10^5$	$5.7 \times 10^3$

用发烟硝酸进行分离以及在除去  $^{90}\text{Y}$  之后对锆源作盖革计数并与同样制作的一个  $^{90}\text{Sr}$  标准源作比较, 并不考虑校正可能存在的  $^{89}\text{Sr}$ 。所得结果列于表 II。

表 I 天 然 水 结 果 的 比 较  
结果用微微居里/升表示

克钙/100升	程 序	时 期 1 $^{90}\text{Sr}$ $^{89}\text{Sr}$	时 期 2 $^{90}\text{Sr}$ $^{89}\text{Sr}$	时 期 3 $^{90}\text{Sr}$ $^{89}\text{Sr}$	时 期 4 $^{90}\text{Sr}$ $^{89}\text{Sr}$
0.13	本文所述的	$2.16 \pm 0.04, <0.29$	$2.41 \pm 0.04, <0.13$	$1.87 \pm 0.02, <0.15$	$2.43 \pm 0.07, <0.22$
	以 前 的	$2.12 \pm 0.03, <0.36$	$2.31 \pm 0.05, <0.19$	$1.74 \pm 0.08, <0.16$	$2.04 \pm 0.04, <0.22$
0.87	本文所述的	$1.14 \pm 0.08, <0.53$	$1.12 \pm 0.05, <0.20$	$1.00 \pm 0.05, <0.30$	$1.14 \pm 0.08, <0.31$
	以 前 的	$0.94 \pm 0.03, <0.66$	$1.08 \pm 0.04, <0.34$	$0.82 \pm 0.03, <0.34$	$1.01 \pm 0.04, <0.20$
4.3	本文所述的	$0.07 \pm 0.03, <0.31$	$0.14 \pm 0.04, <0.15$	$0.07 \pm 0.03, <0.17$	$0.16 \pm 0.04, <0.16$
	以 前 的	$0.11 \pm 0.01, <0.24$	$0.23 \pm 0.01, <0.19$	$0.09 \pm 0.01, <0.15$	$0.07 \pm 0.01, <0.30$
9.8	本文所述的	$0.38 \pm 0.03, <0.22$	$0.39 \pm 0.03, <0.14$	$0.35 \pm 0.03, <0.27$	$0.36 \pm 0.04, <0.15$
	以 前 的	$0.40 \pm 0.02, <0.29$	$0.44 \pm 0.03, <0.09$	$0.33 \pm 0.02, <0.15$	$0.29 \pm 0.01, <0.20$
11.2	本文所述的	$0.19 \pm 0.05, <0.38$	$0.19 \pm 0.07, <0.34$	$0.08 \pm 0.06, <0.36$	$0.17 \pm 0.03, <0.15$
	以 前 的	$0.21 \pm 0.01, <0.18$	$0.13 \pm 0.01, <0.11$	$0.13 \pm 0.01, <0.18$	$0.14 \pm 0.01, <0.16$

计数统计的可信限对于 $^{90}\text{Sr}$ 一项所给出的正负值仅为 $1.64 \times$ 标准差,对 $^{89}\text{Sr}$ 项为 $3 \times$ 标准差。

**表Ⅱ 核装置流出液结果的比较**  
结果用毫微居里/升表示

以前的方法 $^{90}\text{Sr}$ 放射性	本文所用的方法 $^{90}\text{Sr}$ 放射性 $^{89}\text{Sr}$ 放射性	
35.3	35.1	0.6
0.91	0.91	0.02
0.41	0.39	0.04
45.7	44.3	1.5
1.51	1.32	0.02
2.2	1.7	0.1

中子辐照过的铀:

天然的氧化铀置于反应堆中辐照以制成混合裂变产物,然后溶于硝酸中,测量

$^{137}\text{Cs}$ 放射性以能从裂变产物资料计算溶液中的 $^{90}\text{Sr}$ 和 $^{89}\text{Sr}$ 放射性。用所述方法检验一份溶液,放射性为: $^{90}\text{Sr}$ ,计算值0.61,本方法测得值为 $0.78 \pm 0.24$ 毫微居里/升; $^{89}\text{Sr}$ ,计算值为62.4,本方法测得值为 $65.4 \pm 0.1$ 毫微居里/升。

分析时间:

在蒸发后用于天然水所要的时间是很节省的,两个样品一组加上一个空白共需14小时,反之用发烟硝酸法,每个软水样品需14小时,每个硬水样品需30小时。实际上,能够方便地使用的最大计数时间为500分钟,二个样品加一个空白可以在24小时内计数完毕,当然,每个计数杯在100分钟的周期内计数是最好的。

(Regan JGT等: Analyst 101(1198): 32~38, 1976(英文)邵庆翔译 桑国衡校)

## 应用硫酸亚铁-苯甲酸-二甲苯酚橙 测定剂量装置对短治疗源的校正

### 前言

用于短期治疗的针状或管状的封闭辐射源如铯-137,镭-226和钴-60常常是应用充气式电离室来校正的。Gupta发展了一种剂量装置含有0.2mM硫酸亚铁铵,5.0mM苯甲酸和0.2mM二甲苯酚橙的0.05N硫酸溶液。这种剂量装置很灵敏。本文说明该剂量装置对封闭辐射源校正的有效性。

### 实验步骤

所用的硫酸亚铁铵,苯甲酸硫酸是分析纯的。由K和K实验室提供的试剂级二甲苯酚橙四钠盐配制剂量测定溶液。用 $3.12 \times 10^4$ 克分子 $^{-1}$ 厘米 $^{-1}$ 的克分子消光系数值在580毫微米波长和pH10.0的条件下作二甲苯酚

橙的测定。所有剂量测定溶液都用二次蒸馏水配制。配制的详细过程早有记载。

简单的照射管见图1,是一种Pyrex玻璃圆柱形容器。装铈-252针状源内径19.3毫米。玻璃仪器和塑料盖用10%硝酸水溶液洗净,再用水洗几次。然后逐次地用蒸馏水和三次蒸馏水冲洗。

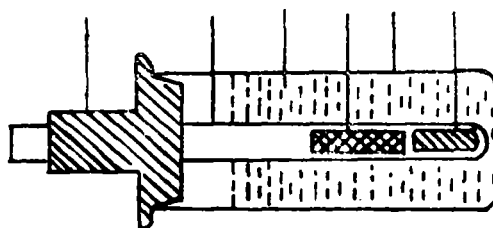


图1. 用于BX溶液照射的装置