

带电粒子活化分析中的重离子束

张维成

带电粒子活化分析的发展与重离子束的应用是分不开的。采用最轻的入射粒子(氢、氦)的活化分析法已为大家所熟悉,并在许多科学领域和工业技术等方面发挥着引人注目的作用。应用重离子束进行分析的报导近年来越来越多了。

应用重离子束的显著特点是对某一靶核可能产生更多的核反应,也可获得较高的产率,能够达到更低的探测极限,从而提高了方法的灵敏度,如表1所示。

目前在重离子活化分析研究中,多采用1MeV/amu的束流。在这样的条件下,库仑势垒限制了被活化的核素 $Z \leq 8$,这时粒子束总射程约几个 mg/cm^2 。从分析的观点看,这可在重基体上不产生放射性干扰下,测定薄层和小试样中的轻元素杂质。

轻离子活化法所使用的靶核原子序数要

表1 轻、重粒子活化分析测定某些元素的灵敏度

被测元素	核反应	入射粒子能量mev	探测极限ppm
B	$^{11}\text{B}(\text{p}, \text{n})^{11}\text{C}$	6.8	0.001
	$^{10}\text{B}(^9\text{Be}, \text{n})^{18}\text{F}$	13.5	0.00025
	$^{11}\text{B}(^9\text{Be}, 2\text{n})^{18}\text{F}$		
C	$^{12}\text{C}(\text{d}, \text{n})^{13}\text{N}$	13.6	0.5
	$^{12}\text{C}(^6\text{Li}, \text{an})^{13}\text{N}$	7.0	0.01
N	$^{14}\text{N}(\text{p}, \alpha)^{11}\text{C}$	10—15	0.001
	$^{14}\text{N}(^9\text{Be}, \text{an})^{18}\text{F}$	13.5	0.0005

大于3,为分析氢和氦获得有用的放射性核素,须用重离子束进行活化。近年来人们对氢、氦的分析十分重视。例如等离子敷熔的氮化硅中的氢含量,无定形硅中氢含量,用于制中子“瓶”的材料表面氢沾污问题,氢对托克马克装置内壁影响,太阳风在月岩上的

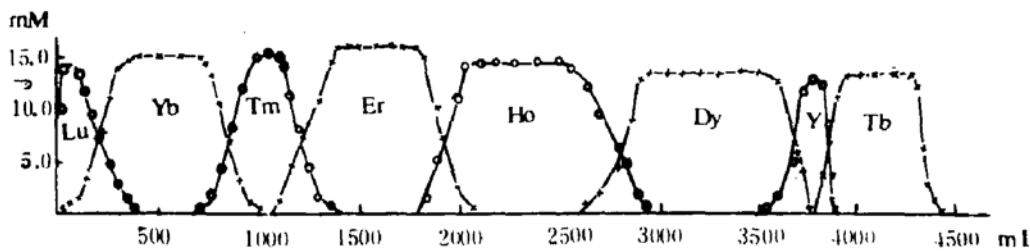


图4 重稀土元素的排出曲线

实验条件:

排代剂: $C_{\text{EDTA}} = 0.015$, $C_{\text{NH}_4^+} = 0.15\text{M}$
 $\text{pH} = 7.50$

温度: $70 \pm 5^\circ\text{C}$

线性流速: $10\text{cm}/\text{分}$

原料所含15个稀土元素均能分开,其中一些重点研究的重稀土元素如铽、镱、铥、钬、铈、镨等的纯度能达到三个9以上。图4给出某次实验的结果。

采用加压离子交换螯合排代法分离重稀

阻滞离子: $\text{Cu}^{++} - \text{H}^+$

柱比: 1:1.7

出料柱: 第三排代柱

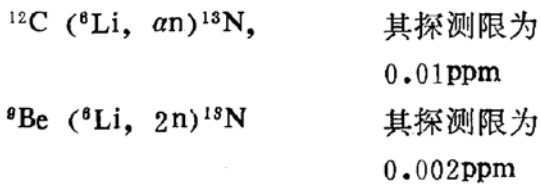
土元素和常压法相比,不仅分离效果好,而且速度快(分离速度提高了20倍),从而大大缩短了生产周期,降低了成本,提高了经济效益,也为进一步开发我国丰富的稀土资源开辟了一条新的途径。

影响, 玻璃制品与水相互作用及其年代测定, 氢含量和 Nb_3Ge 超导材料的临界温度之间关系, 钢和铌等金属的“氢脆”研究, 催化作用中离子转化, 食物、生物医学样品、陨石等中氢的分析, 主要都是用一定能量的重离子束所引起的核反应进行分析的。采用 ^{10}B 、 7Li 、 ^{11}B 、 ^{16}O 、 ^{18}O 、 ^{19}F 、 ^{22}Ne 等重离子活化分析氢, 具有干扰元素少, 表面沾污小, 探测极限可达0.1ppm。例如采用 ^{18}O 通过核反应 $^1H(^{18}O, n)^{18}F$ 测定氢时, O、Al、Si、S、K、Ti、V、Ni、Cu和Zn等都不存在干扰; C、Mg、Cl、Cr、Fe、Cd、Ta、Au和Pb等干扰所占的比例不到1%; 而B和N约为1%。

重离子束也用来分析其它的一些元素。例如:

1. 锂活化分析法

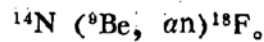
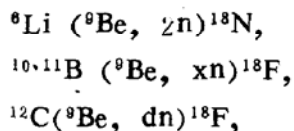
J. F. OJO等人⁽³⁾采用7MeV 6Li 活化轻元素表明: 只有碳和铍产生 ^{13}N , 即:



在无损分析碳中, 唯一可能的干扰是铍。对含有相等含量碳和铍的试样, ^{13}N 的总放射性中, 来自 9Be 的贡献占5%。实际上许多试样中, 碳的含量比铍的含量大得多, 故采用 6Li 活化分析碳的选择性还是很高的。在采用7MeV 6Li 活化测定钢样中的碳, 探测极限为500ppm, 相对标准误差 $\pm 2\%$ 。后来提高 6Li 能量到17.5MeV照射后经化学腐蚀等处理, 探测极限提高到5ppm, 样品中含碳量 10^3 — 10^4 ppm时, 相对标准误差是3%; 含碳量是 10^2 ppm时, 相对标准误差是12%。

2. 9Be 活化分析法

采用 9Be 作为入射粒子, 对锂、硼、碳、氮按下列核反应产生 β^+ 放射体。



采用核反应 $^6Li(^9Be, 2n)^{13}N$ 测定锂, 灵敏度不高, 不如采用 ^{12}C 或 ^{14}N 活化分析好(如后面所述)。

采用 9Be 轰击硼、碳、氮都产生 ^{18}F , 它们的相对产率如表2所示。

表2 采用 9Be 进行活化分析

能量	靶子	生成核	比放射性 cpm/ μg	探测极限 (ng)
13.5MeV	B	^{18}F	2100	0.25
	N	^{18}F	1500	0.50
	C	^{18}F	10	80
7.8MeV	B	^{18}F	180	3
	N	^{18}F	60	9

表2表明, 9Be 很适宜微量B、N的分析。入射粒子能量降为7.8MeV时, B和N的探测极限分别为3和9ng, 而碳检不出, 这样有可能对含碳量较高的样品进行B和N的测定。

3. 碳活化分析法

碳作为入射粒子轰击轻元素所产生的放射性同位素如图1所示

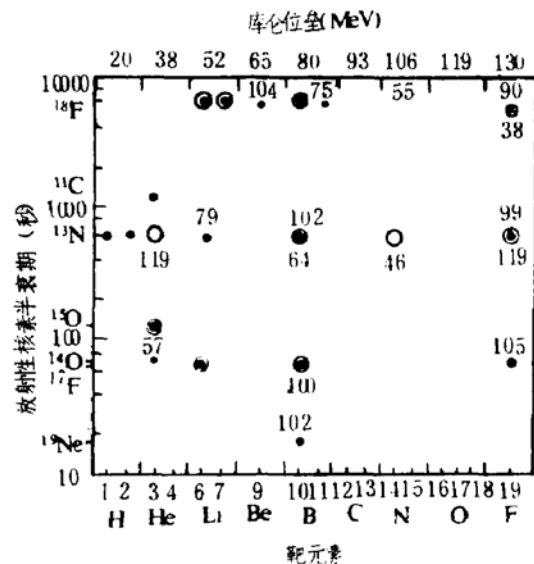


图1 碳轰击轻元素所产生的放射性同位素
图中●表示采用 ^{12}C 轰击
○表示用 ^{13}C 轰击

碳活化分析最适宜锂的分析。如测定岩石中的锂, 探测限0.5ppm。硼的存在有干扰。试样中含等量的B和Li时为5%。另外部份被活化的碳干扰很小。

重离子活化法与自射线照像术相结合,进行样品表面层分析时和薄层分析时深度分辨率取决于离子束流在试样中的有效射程。就1MeV/amu重离子束来说。当样品正对着束流照射时,其射程为5 μ m到10 μ m;若样品与束流方向有一定合适的倾斜角度时,深度分辨率可提高到0.5 μ m。这样通过连续照射、自射线照像、浸蚀等可进行样品深度剖面分析,其深度分辨率的范围从0.5 μ m到5 μ m。例如用 ^{12}C 进行活化与自射线照像术相结合可进行位置分析。此时选用核反应 $^7\text{Li}(^{12}\text{C}, n)^{18}\text{F}$ 具有很好的选择性和较高的放射性比度,对样品中含有 10^{-12} 克的锂也是容易测定的。当采用X射线胶片时,空间分辨率可达40 μ m;若改用可剥离乳胶胶片,分辨可提高到2 μ m。

4. 氮活化分析法

采用氮活化轻元素可获得的放射性同位素如图2所示:

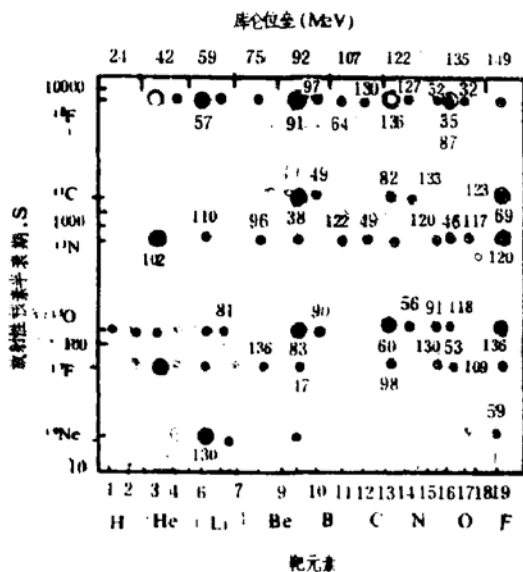
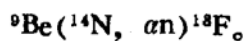
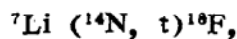
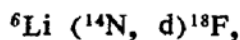


图2 氮轰击轻元素所产生的放射性同位素
图中 ●表示采用 ^{14}N 轰击,
○表示采用 ^{15}N 轰击。

采用12.5MeV ^{14}N 轰击锂、铍按下列反应产生 ^{18}F ;



由锂和铍产生 ^{18}F 的比放射性是一样的,

都是280cpm/ μg ,这样锂和铍都可采用 ^{14}N 活化法进行测定。无损分析探测极限都可达5ppm,经放化分离探测极限提高到300ppb。

5. 氧-18活化分析法

为测定痕量的硼、硅、硫可采用表3所列出的核反应。

表3 ^{18}O 活化法的一些核反应和放射性核素分析参数

核反应	分析参数			
	放射性核素	半衰期	γ 射线能量	γ 射线强度
$\text{B}(^{18}\text{O}, \text{X})$	^{27}Mg	9.48分	843	72
$\text{Si}(^{18}\text{O}, \text{X})$	^{43}Sc	3.59小时	373	25
$\text{S}(^{18}\text{O}, \text{X})$	^{47}V	32.6分	511(β^+)	194

对硼的测定采用34MeV $^{18}\text{O}^{5+}$ 束,所获得的强度足以进行分析检定。能量升高引起更多的干扰,能量降低又导致灵敏度下降。实验表明,C、N、Mg和Al存在对测定B有干扰。当能量为30MeV时C、Mg和Al的干扰可完全消除,而N的干扰则大大降低,这意味着采用较低一些能量的氧束有可能对硼进行无损分析。

对硅和硫的测定,选用39MeV $^{18}\text{O}^{6+}$ 作为入射粒子。测定Si时,Al、P、K有干扰,而 $\text{Si}(^{18}\text{O}, \text{X})^{44}\text{Sc}$ 和 $\text{Si}(^{18}\text{O}, \text{X})^{44m}\text{Sc}$ 核反应也有干扰,这样要对硅进行无损分析是不可能的,采用放化分离法可获得更低的检出量。测定S时无干扰核素,可获得很好的选择性和灵敏度。

总之,采用 ^{18}O 活化分析法可进行多元素分析,即同时测出痕量的硼、硅和硫。检出限量可采用较高的流强,照射更长的时间或采用放化分离方法进一步得到降低。

参 考 文 献

1. C. V. Barros, et al., J. Radioanal. Chem. 53, 173 (1979)
2. J. R. Meginley, et al., Ibid 37, 275 (1977)
3. J. F. OJO, et al., Ibid 60, 261 (1980)
4. C. Friedli, et al., Ibid 64, 239 (1981)
5. B. D. Lass, et al., Ibid 70, 251 (1982)