

14MeV 中子活化分析同时测定植物中的氮、磷、钾

邓洪民 安成福 王怀惠 卢凤英 唐掌雄 肖家祝

(中国农业科学院原子能利用研究所)

氮、磷、钾是植物体中三种重要的元素,通常采用化学分析法测定,样品处理和分析程序比较繁琐,也不能同时测定这三种元素。利用 14MeV 中子活化分析法可进行活体的、三种元素同时的快速测定,为大量植物样品的常规分析提供了新的手段。

N、P、K 有关核数据列表如下。

待测元素	同位素丰度 (%)	核 反 应	主要 γ 射线能量 (keV)	放射性同位素半衰期 (min)	反 应 截 面 (mb)
N	^{14}N 99.6	$^{14}\text{N}(n,2n)^{13}\text{N}$	511	10	57
P	^{31}P 100	$^{31}\text{P}(n,2n)^{30}\text{P}$	511, 2240	2.5	11
		$^{31}\text{P}(n,\alpha)^{28}\text{Al}$	1780	2.3	150
K	^{39}K 93.1	$^{39}\text{K}(n,2n)^{38}\text{K}$	511, 2160	7.7	4

1. 仪器设备

“S”型中子发生器(600kV、1.5mA),带有双道气动样品传送装置;Tridac-C 核数据处理系统,DGL20 同轴锗锂探测器,对 1.33MeV γ 射线的相对效率为 21%,分辨率为 4keV,峰康比为 34;中子通量监测仪。

2. 样品的制备和测量

以固体葡萄糖(AR)为基质,分别配制 N、P、K 的单元素标样和三种元素的混合标样。将标准样品和植物种子样品各称取 1g,分别装入塑料样品盒中,样品盒内贴有圆形高纯铝箔,作为测量的内标物。样品用 $10^9\text{n}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ 中子通量照射 10 分钟、冷却 1 分钟、用 Ge(Li)探测器测量 10 分钟。

所测小麦、玉米、高粱、大豆种子中 N、P、K 的含量如表。其结果与我们分别用凯氏法、钒钼黄比色法、四苯硼钠重量法测定结果相符。

含量(%)	元 素	N	P	K
种子名称				
小 麦 (原 冬 767)		2.44	0.33	0.41
玉 米 (503×177)		1.70	0.14	0.34
高 粱 (P721)		2.04	0.27	0.42
大 豆 (黑龙江)		6.36	0.49	0.20

本实验的相对标准偏差 N 为 3%,P 为 5%,K 为 6%。

3. 讨论

1) 根据标样基体的主要化学组成应与待测物基体相近的原则,我们采用固体粉末葡萄糖为标样的基体(与植物体的基本组成元素碳、氢、氧是相近的)。我们也曾用无灰滤纸、赛璐珞粉、甲基纤维素粉作基体。试验表明,无灰滤纸是适宜的,赛璐珞粉含有干扰元素,不适宜作标样基体。

2) 为了排除中子通量和样品几何位置变化所造成的误差,我们在样品盒内贴上圆形高纯铝箔作内标物,以便校正测定误差。我们也曾用高纯钽粉作内标物,均匀混合在固体粉末样品中也是可行的。

3) N、P、K 的测定是测定 γ 复合谱, 并用小矩阵法解谱。考虑到植物样品中含有少量硅对氮、磷的测定是有干扰的, 所以要扣除硅对 511keV 和 1780keV 峰值的贡献。氮的 511keV 峰值要扣除葡萄糖、磷、钾、硅的 511keV 峰值贡献, 磷的 1780keV 峰值要扣除硅的 1780keV 峰值贡献。

4) 本方法测定的植物样品可不必处理, 直接将种子、茎叶等装入样品盒进行测定, 这对于农业研究中的生物样本的测量颇有益处, 测定过的种子还可以利用。

用 14MeV 中子活化分析测定甘蔗植株 中 N、P、K、Si 元素的含量

胡国辉 许汉卿 凌育远 钟红海

(广东省测试分析研究所)

本文介绍用 14MeV NAA 测定甘蔗植株中 N、P、K、Si 的方法。N、P、K、Si 元素的核反应及核参数请见本选编第 88 页。

用 $^{14}\text{N}(n, 2n)^{13}\text{N}$ 反应分析 N 时, 除了扣除 P、K 的干扰外, 还要考虑 14MeV 中子在 C-H-O 体系中产生的反冲质子所引起的 $^{15}\text{C}(p, n)^{15}\text{N}$ 、 $^{16}\text{O}(p, \alpha)^{13}\text{N}$ 次级反应的影响。用 $^{31}\text{P}(n, \alpha)^{28}\text{Al}$ 反应分析 P 时, 要考虑扣除 $^{28}\text{Si}(n, p)^{28}\text{Al}$ 反应的影响。用 $^{39}\text{K}(n, 2n)^{38}\text{K}$ 反应 (2.160MeV γ 射线)、 $^{29}\text{Si}(n, p)^{29}\text{Al}$ 反应 (1.273MeV γ 射线) 测定 K 和 Si 的含量, 由于这些核素的 γ 射线较为特征, 干扰较少。

1. 实验

用 (d, T) 反应产生的 14MeV 中子作为辐射源, 中子产额为 10^{10} n/s。3"×3"NaI(Tl) 配合 SA41 型 400 道分析器分析 γ 谱。先测量由葡萄糖作填料, 分别与分析纯硝酸铵、磷酸二氢钠、草酸钾、二氧化硅组成的四组标样, 求出各元素的灵敏度, 然后分析甘蔗植株样品。

2. 结果和讨论

结果见表。从表可见, N 的分析结果和凯氏法基本符合。

本方法适宜于大量样品的快速分析, 对研究甘蔗的生态过程是有用的。但由于采用 NaI(Tl) 晶体的一次测量, 各元素活化形成的核素互相干扰, 要进行较多的互相扣除, 增加了误差, 特别是磷的误差。

表 甘蔗植株中 N、P、K、Si 的分析结果(%)

样 品 编 号	N		P	K	Si
	中子活化法	凯 氏 法			
1	1.35±0.08	1.143	0.69±0.13	2.15±0.22	2.15±0.33
2	1.00±0.19	1.088	0.41±0.08	2.29±0.16	1.59±0.23
3	1.28±0.21	1.211	0.17±0.12	2.54±0.36	2.53±0.40
4	1.30±0.25	1.204	0.47±0.07	2.72±0.40	2.13±0.23
5	1.31±0.23	1.177	0.20±0.18	2.00±0.18	1.92±0.79
6	1.06±0.03	1.095	0.57±0.21	1.90±0.20	2.16±0.22
7	1.07±0.20	1.261	0.86±0.08	2.32±0.06	1.83±0.19
8	1.37±0.26	1.178	0.92±0.17	2.72±0.13	1.99±0.21
9	1.08±0.02	1.233	0.88±0.03	2.34±0.11	2.04±0.16