

3. 直线性和可靠性 实验测定了一组锶的标准水溶液(含锶量从0.2~44ppm,以钡作内标准)的质子激发X射线分析刻度线,最小二乘拟合的直线方程为 $y = (-0.019 \pm 0.024) + (0.96 \pm 0.06)x$ (x 为称重值, y 为 PIXE 分析结果),对 $x=1\text{ppm}$,则 $y=0.94 \pm 0.08\text{ppm}$,可见,对 1ppm 的锶标准溶液,用内标法的 PIXE 分析,在 9% 的精度内,无可观测的系统误差。

4. 重复性 在本实验条件下测定含量在 1ppm 左右的元素如 Fe、Cu、Zn 重复性好于 10%,对血清和尿中 0.05~0.5ppm 的锶测定重复性在百分之十几到三十。这样的精度与目前公认的本方法的精度一致。人的混合未灰化血清中元素浓度测定结果见表 2。

表 2 人混合原血清中元素浓度(ppm)测定结果

元 素	K	Ca	Fe	Cu	Zn	Br	Rb	Sr 添加1ppm锶	Sr 未加入锶
平均值*	94.4±27.9	56±5.7	1.91±0.11	0.94±0.04	1.19±0.09	1.94±0.22	0.63±0.09	1.14±0.10	0.13±0.04

* 表中误差为九次测定的标准偏差。

对靶衬 VYNS 膜中杂质元素在样品分析中的贡献进行了实验估测,如 K、Ca 约为 2~3ppm,铁为 0.4ppm,锌小于 0.1ppm,铜小于 0.01ppm。

用PIXE方法测定四川名酒的微量元素

温良弼 张大忠 黄艳文 谢必正 陈素清 王能明 陈剑瑄
(四川大学原子核科学技术研究所)

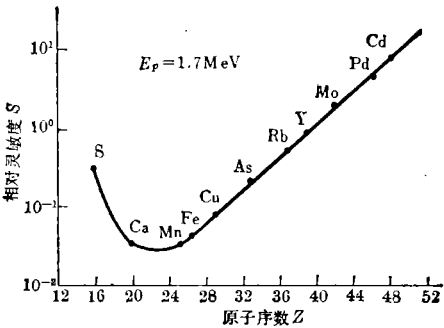


图 1 相对灵敏度曲线
纵座标为[产额/克]内标元素/[产额/克]已知元素
本工作用我所的质子静电加速器作 PIXE 分析,测定了我省出产的几种名酒如五粮液、泸州特曲、剑南春、全兴大曲等的微量元素含量。作为对比,我们还测定了贵州茅台、四川普通白酒的含量。质子能量为 1.7MeV,靶位 45°,探测角 90°,Si(Li)探测器对 5.9keV 之 X 射线的分辨率为 252eV,涤纶吸收片厚度为 16μm。在此条件下,测量系统相对于内标元素 Y 的灵敏度曲线如图 1 所示。测量中,靶衬用 3.3μm 涤纶膜,酒样直接滴在衬底上并加有少量胰岛素以获得均匀展开之薄靶。酒样中同时加入 100ppm 之 Y 作为内标。衬底上所滴靶物质总量(包括胰岛素及内标)为 0.05ml。衬底及胰岛素杂质的贡献,在计算中予以扣除,6 号酒样的 X 射线能谱如图 2 所示。图中虚线代表本底辐射。全部计算用一个自编的 PIXE 程序完成。它可以在 15 分钟内算出 10~15 个元素的含量。对 6 号样品的能谱作计算处理后所得各元素的含量如下表:

6 号酒样中各微量元素的含量

元素名称	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ti
含 量 (ppm)	0.10	0.14	0.11	0.61	0.04	0.02	0.05	19.47	0.04

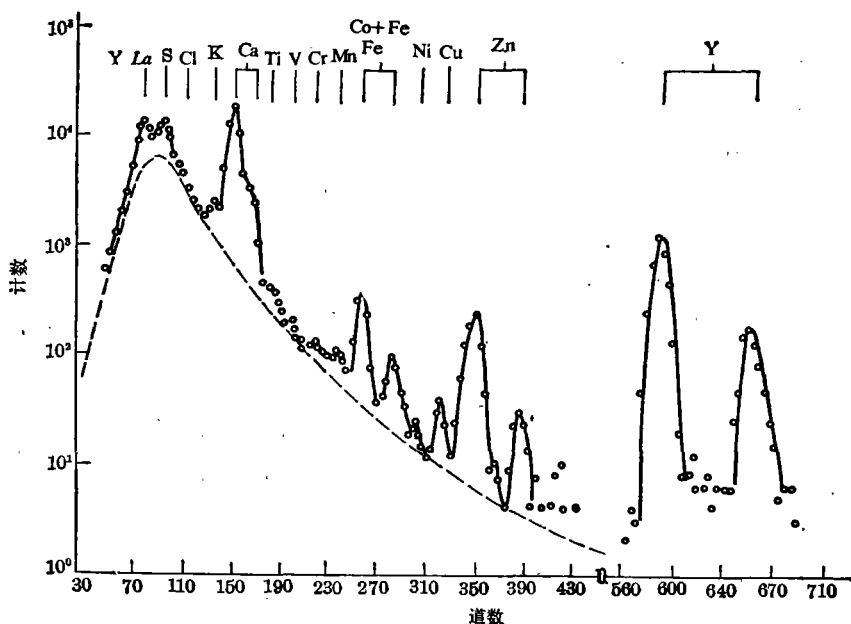


图2 6号酒样的 PIXE 能谱

天然水中铁、镍、铜、锌、铅、和锰的X射线荧光分析

汪学朋 陈志祥

(中国科学院上海原子核研究所)

二乙基二硫代氨基甲酸钠, 即铜试剂(DDTC), 是一种含有(CSSNa)原子团的二硫代甲酸盐, 当其钠为其它金属离子取代时, 可形成象硫化物似的难溶化合物。经抽滤将这些难溶化合物收集在微孔滤膜上, 就能得到适合于放射性同位素源激发X射线分析(RXF)的试样。本工作是以 DDTC 为有机沉淀剂, 用国产 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜为承膜, 探讨了 DDTC 用量、溶液酸度(pH 值)和载体 (Fe^{3+}) 加入量对天然水中铁、镍、铜、锌、铅和锰同时测定的影响。

实验中, 将一定条件下经过预处理的 100ml 待测水样, 经玻氏漏斗(装有 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜)过滤, 约 4 分钟左右就可达到预浓的目的, 收集有沉积物的 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜即可直接作为分析试样。每只样品的测定时间最多半小时。

我们作了三种条件(DDTC 用量、溶液酸度和载体加入量)的选择试验。选择了 DDTC 加入量为 0.2%; 溶液的酸度为 pH5.7; 载体的加入量为 500ppb 的实验条件, 测定了各试验元素的回收率、精密度、准确度和探测限。

测得的回收率除锌和锰外, 其余 4 种元素的回收率均在 90% 以上。锌的回收率由于器壁吸附等原因只能达到 77.0%; 锰的回收率不是一个恒定的值, 它随着溶液中锰含量的增加而增高, 可以根据它的加入量和实测量所绘制的工作曲线来定量。

按一般实验操作条件, 对 15 份天然水平行样品的测定结果证明, 对镍和锰方法的精密度好于 30%; 对铁、铜、锌和铅则好于 10%。经和质子激发 X 射线分析比较, 证明方法的准确度是好的, 方法是可靠的。