

氚水乳化测定方法研究

李树真

(甘肃农业大学土化系,甘肃兰州·730070)

摘要 比较了几种氚的液闪测定方法,系统地分析了乳化法,结果表明:乳化法具有低本底、淬灭及化学发光;计数效率高且稳定;制样简单、价格便宜、适应性广,可作常规分析。

关键词 液体闪烁计数,乳化剂,氚水

中图分类号 O628.11

氚是氢的同位素之一,在自然界中,由 $^{14}\text{N}(\text{n}, \text{T})^{12}\text{C}$ 及 $\text{D}(\text{d}, \text{P})\text{T}$ 等产生。1954年以来,天然氚大部来自人工核反应或核爆炸。无论天然还是人工氚,都通过氧化或交换参与水循环,因此,在研究地下水运动规律,与大气脱离、在岩层中存留时间的地下水年龄;判断水源的补给与消耗;估计400年以内的冰川年龄;历年积雪厚度、融雪速度与规律;研究土壤—植物—大气水循环、干旱地区、荒漠、沙漠植被、植物水分运动规律;水在砂丘中的分布乃至沙漠成因与治理;特别在研究水分胁迫对农业生产的内部机制、水分生理,放射免疫分析、临床诊断诸方面,氚已是一种不可缺少的核素。氚示踪技术更是地学、生命科学、生物医学、水利及农田灌溉、生态环境及农业的一种重要研究手段。由于氚的能量只有18.6 keV,平均能量更低,只是在近几年随着液体闪烁计数的进步,氚的探测才方便起来。

氚水的液闪探测主要问题有:样品存在相——水相、不能和闪烁体存在相——脂相,密切相接。解决的途径有:用合成苯法^[1],将氚水合成苯;凭借第二溶剂,将氚水引入闪烁液,作均相测量^[2];向闪烁液加乳化剂,作乳化测量^[3]。鉴于合成苯法流程长,设备复杂,有记忆效应,回收率受多种因素影响,系统误差大,凭借第二溶剂也只能引入有限氚水。

人们比较关注乳化法,不过它亦存在计数效率,相与计数的稳定、淬灭与化学发光、本底水平等问题,因此有进一步研究的必要。

1 材料与方 法

1.1 材 料

乳化剂: Triton X-100及 Triton N-101分别由上海试剂一厂及 Roch 公司供应。

氚化甲苯及氚化标准源:分别由原子能院及军事科学院提供。

闪烁液主配方为:5 g BIBUQ+1 g DMPOPOP/L〔二甲苯:乙醇乙醚=7.5:1.5(V:V)〕;样品:乳化剂与主闪烁液构成的最优乳化体系,是按三角相图法筛选的^[4]。

1.2 方 法

对所选各乳化体系,逐一研究本底、效率、淬灭、化学发光、相及计数稳定性,谱形变化等,从中选定最优体系。

收稿日期:1994-05-19.

所用仪器为:美国 Beckman LS-9800及国营二六二厂的 FJ-2115闪烁谱仪,前者直接选取道数,后者阈值为0.5 V、道宽为2.5 V.

2 结果及分析

2.1 本底、效率及优值

表1 氡水的本底、效率、优值的统计分析

分析项目		乳化法		第2溶剂法 ③	合成苯法 ④
		Triton X-100①	Triton N-101②		
本底来源	黑瓶	6.16±0.35	6.16±0.35	6.16±0.35	6.16±0.35
	空室	23.85±0.69	23.85±0.69	23.85±0.69	23.85±0.69
	空杯	30.20±1.73	29.51±0.89	29.97±1.02	30.82±1.12
	空杯+闪烁液	33.61±0.57	38.51±0.69	47.46±0.76	44.08±0.07
	闪烁液	3.41±1.82	9.07±1.12	17.56±1.27	13.82±1.34
	串光	9.87±0.56	21±0.43%		
	%	29.36	10.91		
计数效率	计数	3910.2±15.6	3901.7±15.6	3769.0±15.3	3375.0±14.5
	%	43.44	43.25	41.81	37.50
优值及差异显著性	$F = \frac{E^2}{B}$	56.42	48.72	36.83	31.90
	$X_i - ④$	24.52**	16.82	4.73	
	$X_i - ③$	17.59**	11.89**		
	$X_i - ②$	9.70			

注:加入标准皆为150 Bq.

表2 氡水计数的相及计数稳定性

稳定性分析		时间(h)									
		1	2	4	8	12	16	18	24	48	72
计数稳定性	Triton X-100	3721 ±15.74	4128 ±14.97	4039 ±15.88	4007 ±13.24	3992 ±13.89	3901 ±10.75	3983 ±13.95	3980 ±10.00	3914 ±10.32	3905 ±15.44
	Triton N-101	4153 ±16.09	4155 ±15.77	4236 ±16.09	4085 ±10.45	4091 ±15.64	4233 ±17.84	4144 ±10.38	4156 ±9.30	4173 ±10.34	4159 ±8.49
	第二溶剂	3480 ±15.71	3481 ±14.79	3456 ±15.28	3466 ±10.88	3491 ±16.83	3435 ±19.77	3462 ±15.78	3445 ±8.02	3439 ±9.23	3482 ±15.44
	氟化甲苯	3387 ±16.32	3389 ±16.07	3110 ±17.99	3344 ±10.81	3400 ±17.11	3405 ±10.94	3391 ±15.55	3388 ±10.07	3386 ±9.62	3384 ±7.98
	仪器氟标准	3371 ±10.24	3367 ±10.07	3373 ±6.28	3375 ±7.34	3364 ±8.05	3378 ±11.34	3381 ±12.54	3354 ±14.38	3379 ±11.85	3384 ±10.49
	仪器本底	26.16 ±0.001	26.62 ±0.001	26.57 ±0.0001	26.61 ±0.002	26.07 ±0.0007	26.55 ±0.0007	26.45 ±0.0006	26.69 ±0.001	26.71 ±0.0008	26.82 ±0.001
相稳定性	Triton X-100	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定
	Triton N-101	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定	稳定
变化百分数%	Triton X-100								0.235	0.117	0.078
	Triton N-101								0.064	0.032	0.021
	第二溶剂								0.067	0.033	0.022
	氟化甲苯								0.117	0.058	0.039
	仪器氟标准								0.061	0.033	0.012
	仪器本底								0.625	0.345	0.388

确定效率的氟标准有氟化甲苯及氟水,它们的比活度都调成150 Bq/50 μL. 处理各法中,除氟化甲苯法加入氟化甲苯外,其余皆加入氟水. 不足部分,均用相应成分补至2 mL.

表1较详尽地分析了本底来源。表中黑色铝瓶, 阻断两光电倍增管中全部光通路, 检查无串光本底; 空室是检查全部串光本底; 空杯在于检查杯材料本底贡献; 空杯+闪烁液用作评定杯材料作用于闪烁液的综合效果; 闪烁液用于分析闪烁体及溶剂本底。

评定任一闪烁体系的综合指标为优值。乳化体系有效地降低本底, 提高效率, F 值高于另两种方法。

2.2 相及计数稳定性

样品: 乳化剂: 闪烁液 = (1~2 mL): (1~2 mL): (7~8 mL) 为最佳, 在72 h 内未见相分离, 计数保持稳定, 相稳定变化百分数均未达显著, 表明它们属同一总体(表2)。

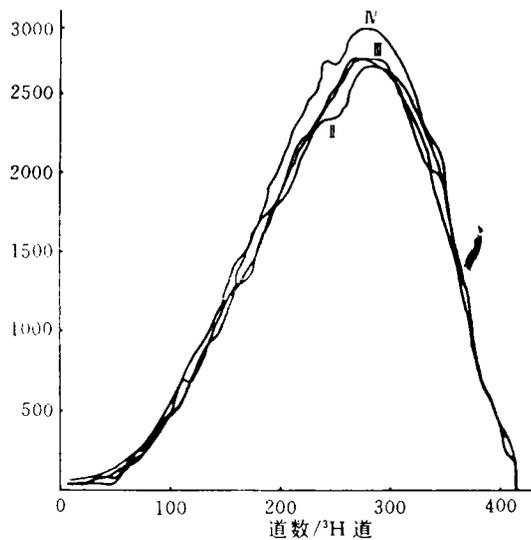
2.3 淬灭及谱形

体系的谱形可反映是否存在淬灭及化学发光。谱左下移证明存在淬灭; 右上移说明体系存在化学发光, 4种方法谱形见图1。结果表明: 乳化体系谱形与其他两法类似, 没有淬灭及化学发光, 能正确反映氚的 β 谱。

3 小结

1) Triton X-100形成的乳化体系, 有理想的本底、淬灭及化学发光; 有较高效率及优值; 相及计数稳定。

2) 乳化法制样简单, 适应性广, 不仅适于 ^3H , 也适于作 ^{14}C 的生物样品, 价格低廉, 可作氚的常规分析。



附图 4种氚水测量体系 $^3\text{H}\beta$ 谱

I. 氟化甲苯(合成法); II. 第二溶剂法;
III. Triton X-100; IV. Triton N-101

参 考 文 献

- 1 Fox B W. Recent advances in sample preparation. C T Pen. Liquid scintillation counting recent applications and development sample preparation and applications. Academic Press Inc Newyork, 1984
- 2 李树真. 液闪与超弱发光农应用技术(修订本). 兰州: 甘肃科学技术出版社, 1994
- 3 杨守礼, 林 汉, 江丕栋等. 液体闪烁测量技术的进展与应用. 北京: 科学出版社, 1989
- 3 董家伦, 李树真. 液体闪烁探测技术乳化剂筛选初报. 甘肃农业大学学报, 1991, 26(2): 189
- 5 曾文炳, 颜红梅, 魏宝文等. 氚水示踪动力学方法对沙坡头地区生态系统植物水平衡的研究. 中国科学院沙坡头沙漠试验研究站年报(1991~1992), 兰州: 甘肃科学技术出版社, 1993

The Measuring Method of Emulfication for $^3\text{H}_2\text{O}$

Li Shuzhen

(Department of Soil Science and Agrochemistry, Gansu Agricultural University, Lanzhou, Gansu, 730070)

Abstract Several measuring methods of emulfication for $^3\text{H}_2\text{O}$ were compared with each other, and the emulfication method was also systematically analysed. The results showed that the emulfication method had some advantages: the low background and quenching, the high efficiency, the stable phase and counting, the simple sample preparathencheap price and wide adaptation so that this method can be used as the laboratory analytical means.

Key words liquid scintillation counting, emulifier, $^3\text{H}_2\text{O}$

欢迎订阅《农业系统科学与综合研究》

《农业系统科学与综合研究》是中国系统工程学会农业系统工程委员会,中国科学院黑龙江农业现代化研究所共同合办的学术、技术性刊物。本刊主要刊登以系统科学、系统工程的理论为指导的农业宏观决策,农村产业结构调整,农村经济建设,各业结构总体优化等方面的论文、模型及经济方法。主要读者对象是广大农业科技人员、农业管理干部、农林院校师生及有关人员。

《农业系统科学综合研究》为公开发行季刊。逢季中月1日出版。邮发代号:14—151,全国各地邮政局(所)均可订阅,每册定价2.00元,全年8.00元。

编辑部地址:哈尔滨市402信箱,中国科学院黑龙江农业现代化研究所

邮 编:150040