

大面积符合式流气计数管的研制及其在弱放射性 β 污水连续监测中的应用

中国科学院生物物理所计数管研制组

随着我国原子能事业的发展, 极需高灵敏度探测器, 直接连续监测弱放射性污水, 及时报知污水放射性浓度, 判定是否超过允许标准, 以满足核工程安全监督 and 环境污染监测的需要, 大面积符合式流气计数管就是为此目的而研制的。

一、计数管设计方案的选择

在低水平测量中, 灵敏度(S)与本底(B)及样品计数率(C)的关系为:

$$S \propto \frac{\sqrt{B}}{C}$$

因此提高探测器灵敏度的途径, 一是提高样品计数率, 二是降低本底。

1. 提高放射性样品计数率

对污水监测, 通常采用浓缩方法, 如喷雾干燥或化学浓集等, 以提高污水的比放射性。但这类方法需要庞大复杂的浓缩设备, 并有浓缩系数不稳定等缺点, 因此我们采用了另一种方法, 即加大计数管面积, 提高样品计数率。这样做, 本底也将随之增加, 但由上述公式可以看出灵敏度仍有明显提高。

我们研制成的这种计数管窗面积达 1000 厘米² (屏蔽管为 2500 厘米²), 是目前所能见到的国内外同类探测器中较大的。由于具有特大的窗口, 对低浓度水样品可得到较高的计数率; 饱和厚度的 ^{90}Sr (锶)- ^{90}Y (钇) 平衡体水溶液, 计数响应可达 7.8 cpm (每分钟计数)/ 10^{-10} [居里·升]。

2. 降低本底

这种计数管除采用一般的物质屏蔽和反符合措施, 以及计数管呈扁平形、体积小而窗口面积大, 还特别把主计数管做成复合结构, 即将具有公共网状阴极的两个计数管上下合为一体, 只记录那些同时穿过二管要引起符合计数的带电粒子。这就可以降低环境 γ 辐射、材料放射性等产生的本底, 以及电晕放电、潮湿漏电等产生的非放射性本底。由于采取了上述种种降低本底的措施, 使计数管本底达到 0.025 cpm/厘米² 的水平。从国外资料看, 20—50 平方厘米的低本底计数管, 反符合本底的先进水平为 0.02—0.05 cpm/厘米²; 大面积流气计数管 (有大到 700 平方厘米的) 为 0.06 cpm/厘米² [1]。据瑞典 E.J.M. Quirk 的材料, 面积为 200 平方厘米的同类计数管, 本底为 0.24 cpm/厘米² [2]。

采用这样的符合测量, 只要符合管公共阴极静电屏蔽完善, 效率损失是很小的。

从研制成的计数管的探测灵敏度来看, 上述设计方案是合理的。用蒸馏水 (比放射性小于 10^{-12} 居里/升) 作本底监测, 在本底及样品各测 30 分钟条件下, 对 ^{90}Sr - ^{90}Y 平衡体水溶液的探测灵敏度约为 3.2×10^{-11} 居里/升 (可信度为 84%)。

二、大面积符合式流气计数管的结构与性能

1. 结构及工艺

如图 1 所示, 这种计数管是由两个计数管

复合而成的,它们各有一组多丝阳极,由公共的网状阴极隔离,下阴极为有金属镀膜的聚酯薄膜窗,上阴极即管壳底平面。带电粒子穿过窗口,进入两个管内,产生的电离信号分别由两个阳极引出,进行符合后送去记录,故称为符合式计数管。

计数管呈圆形扁平状(也可作成方形),外

径 398 毫米,厚 34 毫米。管壳由比放射性低低材料,如不锈钢、紫铜、低碳钢或有机玻璃制成,其中以不锈钢为最好,因其机械变形小,化学稳定性高。点焊有阳极丝和公共阴极网的三个不锈钢环状框,是通过六个聚四氟乙烯绝缘子安装在管壳里。极框内即是计数管灵敏区,因此这种计数管灵敏面积比较大。

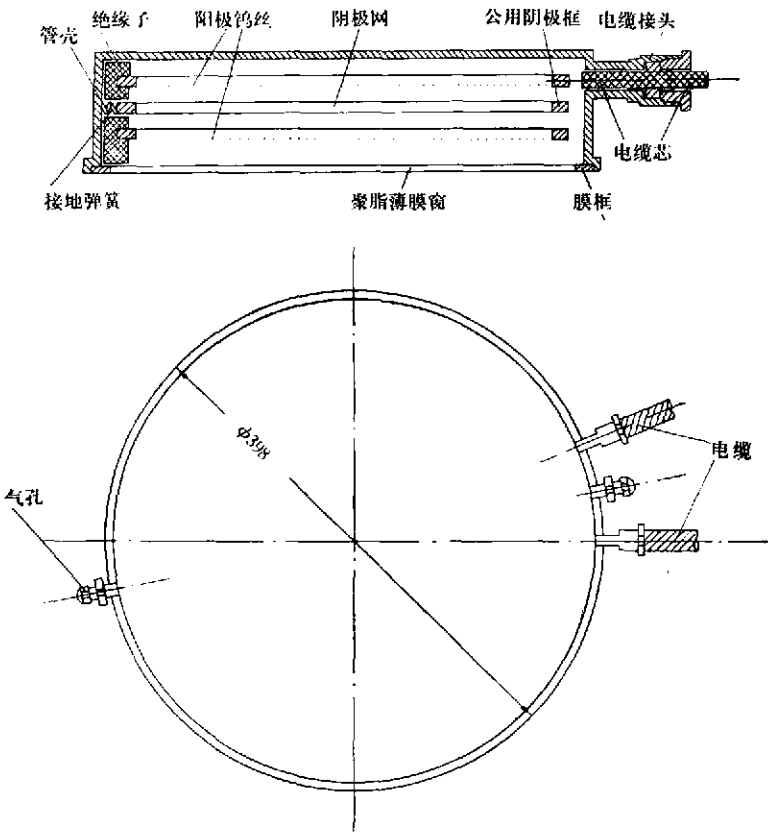


图 1 大面积流气式符合计数管构造示意图

计数管管壳、窗及公共阴极接地;两个阳极分别加相同高压,每个阳极的高压引入和信号输出用同一根高压屏蔽电缆(电晕电压大于 3 千伏)。电缆芯与阳极框用导电胶保证良好的电接触及牢固性。

各极平面之间距离为 7 毫米。进一步减小

表 1 极距与坪起始电压的关系*

极距(毫米)	5	7.5	10
坪起始电压(伏)	2700	2900	3100

* 表内数据是用阳极丝径 30 微米、面积 200 平方厘米、工作气体为甲烷的流气计数管对 ¹⁴C 源测得的。

极距可以降低工作电压(表 1),但受到以下两个因素的限制,即 ① 绝缘子表面电阻减小,容易产生漏电,引起假信号;② 极平面平行度要求更高,否则会影响坪特性。

(1) 阳极 17 根直径为 15 微米的钨丝平行点焊在内径为 365 毫米、宽 5 毫米、厚 2.3 毫米的不锈钢框上;丝距 20 毫米。

减小阳极丝径可以降低工作电压(表 2),但受到机械强度和粗细均匀性的限制。丝距大于 20 毫米将引起垂直于丝的方向上效率的不均匀性,小于 20 毫米则无多大必要。

表2 阳极丝径与坪起始电压的关系*

坪起始电压 (伏)		极 距 (毫 米)	
		10	5
丝直径 (微米)	50	≥ 4000	
	30	3100	2700
	17		2350

* 表内数据是用面积 200 平方厘米、工作气体为甲烷的流气计数管对 ^{14}C 源测得。

(2) **公共阴极** 用直径 50 微米的钨丝纵横点焊在尺寸同上的框上, 网眼大小为 5×5 毫米。此栅网既应使两计数管静电隔离尽量完善, 又要使受阻挡的从一管穿向另一管的 β 粒子减少到最低限度。目前采用的网眼大小静电屏蔽仍不十分完善, 致使两侧电场相互作用, 引起灵敏区缩小, 影响效率下降约 10%。而栅网阻挡面积仅占总灵敏面积的 2% 左右, 但是进一步缩小网眼将受到工艺上的限制。如果用有金属镀膜的薄膜作公共阴极, 有可能减小总的效率损失。

(3) **计数管窗** 在质量厚度约 1 毫克/厘米² 的高强度聚酯薄膜内表面上, 用多次真空蒸发, 涂上一层厚约 0.5 毫克/厘米² 的铝或镍的金属膜, 镀膜应力求均匀、无孔(在这点上铝优于镍)。实验表明, 这样的窗膜对 $E_{\beta\text{max}} = 1.3 \text{ MeV}$ 的 β 源, 计数损失仅为 2—3%。

(4) **绝缘子** 由聚四氟乙烯制成。为了提高其表面绝缘性能, 进行了机械抛光和超声波清洗。绝缘子上镶嵌极框的槽, 尺寸要准确, 以保证三个极框之间保持平行。

(5) **工艺要求** 为了避免放电, 保证坪特性良好和结构的牢固可靠, 工艺上应注意下列事项:

①极框要仔细打磨, 不能留有毛刺, 表面要有较高的光洁度($\nabla 6$ 以上); 各框所构成的面应保持平直, 各平面之间应保持严格的平行。极框及管壳事先要用肥皂水清洗, 再用乙醚或酒精去油。

②钨丝粗细要力求均匀, 应无毛刺和卷曲; 要预先作清洗、退火处理。点焊前

再用酒精清洗, 点焊时钨丝要绷紧。点焊处滴上环氧树脂, 以防止焊接处不平滑产生电晕放电, 并可加固焊点。

③阴极窗膜要力求平整; 如窗膜有折皱, 可绷在框架上或夹在一橡皮板与一平板之间, 放在温箱内, 在 $50-60^\circ\text{C}$ 下保温一小时左右, 即可展平。

④窗膜用不锈钢环压封在管体上, 再用环氧树脂粘接密封, 窗外再加一层保护网, 保护网是用直径 50 微米的钨丝, 相距 20 毫米, 平行点焊在环状框上, 以保护窗膜, 当流气时窗膜不致过分鼓起, 从而改变计数管的灵敏体积或甚至破裂。

⑤封装计数管时, 应特别注意保持管内清洁, 不能留有断丝、纤维等异物。装好后用摇表进行极间绝缘检查, 绝缘电阻应大于 500 兆欧。

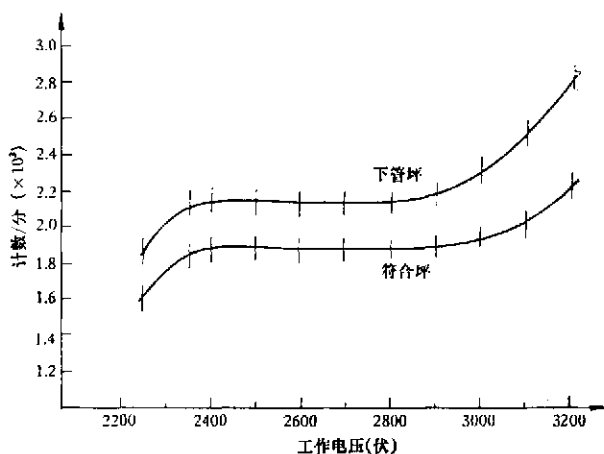
⑥待封胶干燥后, 应再进行一次绝缘检查和漏气检查。

总的来说, 这种计数管结构简单, 工艺要求不高, 便于自制, 有利于推广。

2. 计数管性能

(1) **坪特性** 用 ^{14}C 、 ^{90}Sr — ^{90}Y 等 β 放射源, 测得计数管的 β 坪曲线如图 2 所示。计数管工作气体为甲烷, 工作在正比区和有限正比区。

计数管坪区一般从 2400 伏左右开始, 坪长大于 300 伏, 坪斜小于 2% (每百伏)。甲烷气

图2 大面积符合式流气计数管的 β 坪曲线

体纯度对坪特性无显著影响。

结构、形状、尺寸相同的计数管,其坪区起点几乎相同,只是坪长略有差异,但都超过300伏,表明工艺条件对坪特性的影响不大。

(2) 探测效率 用强度为20.3 dpm (每分钟蜕变数)/ 2π 的 ^{90}Sr - ^{90}Y 小面源(其活性区直径为36毫米)测得计数管的符合探测效率为83%(立体角因子已校正)。由于公共阴极网静电隔离不完善造成的效率损失约为10%,其余部分是由于空气层和计数管窗的吸收、阴极网阻挡以及小脉冲甄别损失所造成的。符合效率与上管效率相近似,比下管约低2—3%。

测量放射性水样时,效率损失主要是自吸收引起的。对饱和厚度的 ^{90}Sr - ^{90}Y 水溶液, 2π 探测效率约为9.5%。

计数管的 γ 辐射灵敏度极低。用滤掉了 β 的 ^{137}Cs (铯)源测得 γ 辐射效率仅为0.54%。

(3) 本底 表3列出了在不同措施组合下的本底。可以看到在通常的铅屏蔽和反符合基础上再采用符合测量,使本底又降低了一倍以上。

表3 不同措施组合下的本底

措 施	本 底 (cpm)	减少之本底 (cpm)
无 屏 蔽	~2200	
10 厘米铅	649	~1500
10 厘米铅+反符合*	56	593
10 厘米铅+反符合+符合	20	36

* 这时将符合管中的一管断掉高压,作为单管来用。反符合屏蔽管面积约2500平方厘米,工作区与符合管相同。计算表明此时对宇宙射线的反符合屏蔽几何效率达到94.6%,有关实验结果也与此符合。因此再加大屏蔽管,只会增加屏蔽体积,而对降低本底意义不大。

(4) 计数管的稳定性

① 48小时的稳定性 在全屏蔽措施下,连

表4 48小时内计数管本底变化

19.2±0.5	18.1±0.5	18.1±0.5	18.9±0.5
19.5±0.5	18.8±0.5	19.2±0.5	18.6±0.5
19.8±0.5	19.0±0.5	19.6±0.5	19.4±0.5
19.3±0.5	19.9±0.5	20.2±0.5	19.6±0.5

续测量了48小时内计数管本底的变化。表4列出每100分钟内本底计数率的平均值,结果表明计数管是稳定的。

② 长期稳定性 对一个有机玻璃管体的计数管进行了长期的定期监测,前后约两年,表明其探测效率和本底是稳定的。效率用浓度为 1×10^{-8} 居里/升的KCl溶液测定,本底用蒸馏水监测,结果如表5。

表5 计数管的长期稳定性测定结果

时 间	地 点	本 底 (蒸馏水)		折合至 1×10^{-10} 居/升的KCl溶液	
		计数时间 (分)	计数率 (cpm)	计数时间 (分)	净计数率 (cpm)
71.6.26	北京	41	23.7±0.8	20	8.46±0.07
72.2.25	北京	90	22.9±0.5	50	8.58±0.04
72.5.9	西安	70	20.6±0.6	40	8.39±0.05
73.3.18	西安	120	21.2±0.4	30	8.37±0.06

考虑到每批蒸馏水的差别和配制 ^{40}K 溶液时的称量误差($\pm 2\%$)可以认为几次测量结果符合得很好。

三、弱放射性 β 污水连续监测仪

为了将大面积符合式流气计数管用于监测污水,我们和有关单位用这种计数管作探测器,共同试制弱放射性 β 污水连续监测仪。监测仪分三部分,方框图如图3所示。现将此仪器的一般构造及使用方法简介如下:

清、污水交替流经计数管下,由可逆定标器记录给出二者之差作为污水放射性的净计数,此数若超过预定阈值,即报警。若本底稳定,亦可每隔数小时测一次清水作为本底监督。仪器的全部操作及数据记录、报警,通过程序控制实现自动化。

由于探测器不浸在污水中,同时又采取了防止污水飞溅的措施,使窗口不与污水直接接触,在提高抗污染性能方面可能优于其它类型污水监测仪,特别是符合测量方法大大提高了仪表对环境条件变化时的稳定性。仪器现有的灵敏度允许本底增高1—2个数量级,在反应时间为1小时(本底和样品各0.5小时)的条件下,

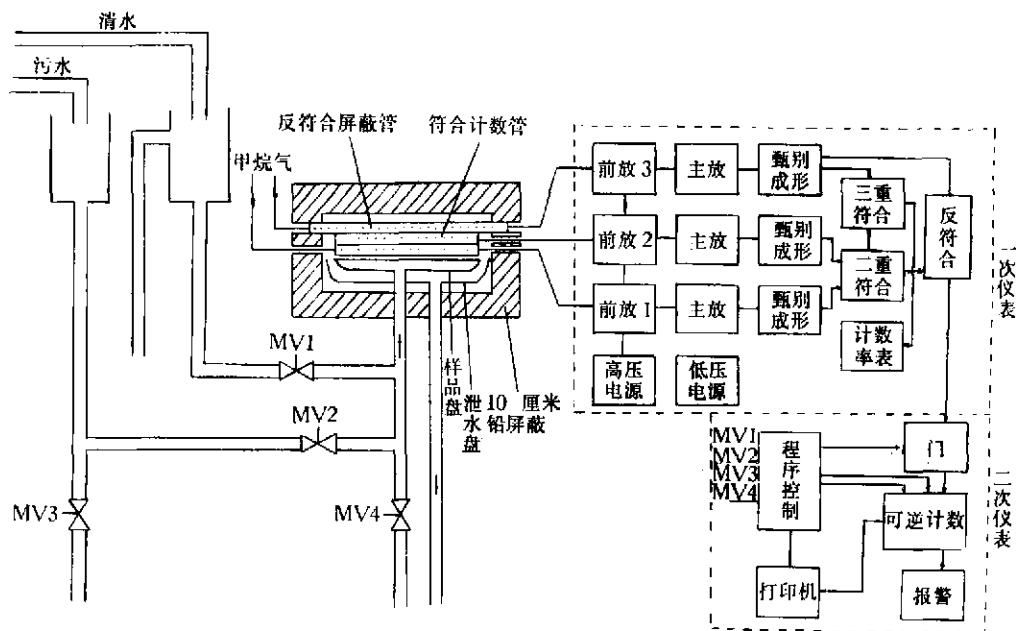


图3 钋放射性 β 污水连续监测仪方框图

对 ^{90}Sr - ^{90}Y 溶液尚可达到 1×10^{-10} 居里/升的测量灵敏度和 5×10^{-10} 居里/升的报警灵敏度。

1. 取样和探测系统

包括取样系统、计数管和屏蔽铅室。

主计数管窗口有效直径365毫米，上面紧盖一个有效直径560毫米的无窗扁平形屏蔽管，主计数管位于样品盘正上方，相距3—5毫米，四周为10厘米铅屏蔽。为去污方便，铅室内衬6毫米不锈钢套。必要时，计数管和样品盘间还可以加一层便于更换的聚酯薄膜，以保护计数管窗不被沾污。

取样系统包括样品盘、管道、电磁伐和缓冲容器等。样品盘是不锈钢材料的斜底浅盘。为减少污染，内表面经严格机械抛光，并用非放射性载体浸泡。盘的边缘开有“V”形缺口若干个，水由缺口溢出，进入盘下方另一容器。盘缘上形成的漫水层可以使液面保持一定高度，并对盘缘、盘壁吸附物的 β 辐射起吸收作用。盘深保证水层厚度足以把盘底吸附物的 β 辐射全部吸收。样品盘内径为450毫米，使盘缘吸附物的 β 辐射尽少进入计数管内。

2. 一次仪表的电子学线路

包括前放、主放、甄别成形、符合反符合、率表和高低压电源。

计数管输出负脉冲，在现用输入电路下，其幅度分布为0.2毫伏—100毫伏，上升时间约0.1微秒。为准确测量计数管的输出信号，对一次仪表线路的要求是：较高的放大倍数，较低的噪声，强的抗阻塞能力和符合反符合的稳定可靠，以及抗干扰能力。由于计数管有较长的坪和较小的坪斜，故对放大倍数、甄别阈和高压电源的稳定性要求较低。

3. 二次仪表

包括可逆计数器和程序控制两部分。

可逆计数器对每一测量周期的样品和本底计数自动相减，直接给出样品放射性的净计数，并按预先选定的阈值报警。

可逆计数器的基本设计思想是：根据被测对象是本底或样品，以及计数器的极性（正表示样品计数大于本底计数，负表示小于本底计数）来控制加减母线，使计数器作加法或减法运算。

程序控制部分的功能是使整机的各部分按

照一定的时序和逻辑动作,以实现连续自动监测及自动记录和报警。

四、结 束 语

大面积符合式流气计数管经现场试用,表明能满足弱放射性 β 污水监测的需要,但性能指标及制作工艺方面都还可以进一步改进和提高。至于这种计数管除用于环境监测外,

改进后还可能扩大其使用范围,如用于体内放射性的测量^[3]等,这些问题有待于大家共同探讨。

参 考 文 献

- [1] Lippert, J.: *Risø Report*, 44, 1963.
- [2] Quirk, E. J. M.: *Health Physics*, 12, 1333, 1966.
- [3] Tomitant, T. & Tanaka, E.: *Health Physics*, 18, 195, 1970.

水 解 蛋 白 针 剂 的 制 备

北京市生物化学制药厂
中国科学院生物物理研究所
中国医学科学院血液学研究所

序 言

水解蛋白针剂是一种营养型的代血浆,它是酸法、碱法或酶法水解蛋白质后的产物,制剂中含有各种氨基酸或氨基酸及小肽。它适用于大面积烧伤病人、胃切除病人、胃肠道肿瘤病人及外科手术病人等等。早在本世纪四十年代国外已开始应用。由于内科、外科病人常产生低蛋白血症,注射水解蛋白后,可补充身体内缺少的必须氨基酸,以合成体内蛋白质,其疗效显著,价格低廉,因此较一般代血浆为佳。我国在1960年开始生产应用,但原料及制备工艺系采用酸水解酪蛋白,水解产物中缺少人体所必需的色氨酸,因此必须添加色氨酸,以保证其营养价值。近年来由于酶制剂在食品、医药、纺织、化工、采矿、造纸等方面得到广泛的应用,对于革新工艺,提高产品质量起了积极作用,因此我们采用了国产栖土曲霉菌产生的蛋白酶(代号:3.942酶),用猪血纤维为原料制备水解蛋白。栖土曲霉产生的蛋白酶应用广泛,它可用于皮革脱毛、柔化,胶卷回收银,丝绸脱胶,水解蛋白等等。我们用栖土曲霉蛋白水解酶水解猪血纤维的优点为:①水解产物为氨基酸和小肽,易

被人体吸收利用;②血纤维含有极丰富的维持人体氮平衡需要的八种必须氨基酸,尤其是色氨酸,这种水解工艺国内外均未见正式报导。

1970年5月,北京市生物化学制药厂、中国科学院生物物理所、中国医学科学院血液学研究所三个单位共同协作,组成了以工人为主体的三结合小组,在工人阶级的领导下,以毛泽东思想为指导,运用毛主席的光辉哲学思想解决了研究试制过程中一系列问题(如热原、抗原、组胺、澄明度等),确定了比较合理的生产工艺,拟定了酶法水解猪血纤维生产水解蛋白大输液的流程,经鉴定成品符合要求。经初步试用,并与进口的水解蛋白(Baxter)进行了对比,反映很好。

本文系用酶法水解猪血纤维蛋白制备水解蛋白针剂的实验结果。

一、实 验 部 分

(一) 原料的选择

本实验用原料,分为刀口接血(手搅)、血槽取血(机搅)血纤维两种。二者相比,刀口接血得到的纤维比较干净,易于洗涤,对消除热原有