

1979.

[16] Kruger, J. et al.: *Exp. Brain Research*, 181, 316, 1973.

[17] Nakamura, Y. et al.: *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 77, 658, 1980.

[18] Pourcho, R. G.: *Brain Res.*, 215, 187, 1980.

[19] Rodieck, R. W. *Vision Res.*, 5, 583, 1965.

[20] Schweitzer-Tong, D. E. et al.: *Invest Ophthalmol. and Vision Sci.*, 20, 14, 1980.

[21] Stone, J. et al.: *J. Neurophysiol.*, 36, 551, 1973.

[22] Stone, J. et al.: *J. Neurophysiol.*, 37, 722, 1974.

[23] Wässle, R. et al.: *J. Comp. Neurol.*, 159, 419, 1975.

[24] Werblin, F. S.: *Science* 165, 1008, 1972.

[25] Wright, M. J. et al.: *Neurosciences*, III, 115—122, 1974.

【本文于1982年12月22日收到】

高灵敏液体闪烁计数器的进展

蒋 汉 英

(中国科学院生物物理研究所)

一、引言

自1946年利比首先用测 ^{14}C 的方法来测定年代以来, ^{14}C 低水平测量问题提到了历史日程上。在水文、地质、地理、气象和海洋等学科的研究中,环境水中氚的测量是共同的基础技术。另外,随着核爆炸、核电站及其它核设备的建立,环境中 ^3H 、 ^{14}C 和 ^{59}Fe 等核素的低比活性 β 放射性的测量已成为环境监测的主要内容之一。

由于以上各方面的需要,低水平、高灵敏液体闪烁计数技术蓬勃发展起来了。

二、提高测量灵敏度的主要方法

提高液体闪烁计数器测量灵敏度的主要途径是:提高计数效率,降低测量本底,增加待测样品量。这三个方面是互相依赖、互相制约的。现就高灵敏度液闪技术中几个关键部分的发展对这三方面的影响作一概述。

1. 光电倍增管 提高液体闪烁计数器计数效率的关键元件是光电倍增管。现在一般使用的是2吋直径、石英封窗双碱阴极的光电倍增管。对于高灵敏液体闪烁计数器中使用的光电倍增管,尤其要求其光阴极对蓝光的量子效率要高,噪声本底要低于 10^4 计数/分。制造工艺要好,以便使管内发光极小。要用含放射性最

少的材料来制作。现在最常用的光电倍增管有RCA4501/V3、V4、EMI9635QB和R331等等。

Noakes^[1]通过更换光电倍增管把测 ^3H 的最大优值提高了一倍。当用RCA公司专为他试制的RCA4501/V4来代替原来使用的RCA8850光电倍增管时,使测 ^3H 的最大效率由53%提高到64%,最高优值由1163提高到2130。Lorenz^[3-4]等在他们的实验装置上采用不同的光电倍增管测170毫升含水样品时,效率由15.5%提高到20%,优值由30提高到38.5。我们用二对静态指标相近的EMI9635QB在DYS-1型低本底液闪计数器上测100毫升含水样品时,结果如表1所示。

表1 二对光电倍增管的比较(生物物理所)

	效率(E)	本底(B)	E^2/B
I	16.8%	6.62 ± 0.08 cpm	42.6
II	16.4%	7.78 ± 0.09 cpm	34.6

光电倍增管的管内发光一向被认为是串光本底的主要来源之一。各实验室的大量实践已经证明:串光本底的主要来源是宇宙射线和外部硬辐射。对EMI9635QB来说,管内发光是严重的,它对本底无明显影响。本实验室在不同高压下测 ^3H 样品和 ^{14}C 样品,得到的优值

表 2 光电倍增管在不同高压下测得的结果的比较 (生物物理所)

高 压 (伏)	^{14}C			^3H			
	效 率 (E)	本底 (B) (cpm)	E^2/B	高压 (伏)	效率 (E)	本底 (B) (cpm)	E^2/B
800	78.2%	1.91 ± 0.04	3200	900	45.9%	2.25 ± 0.05	940
900	78.7%	1.87 ± 0.04	3300	1200	45.5%	2.10 ± 0.06	990
1000	77.6%	1.72 ± 0.04	3500				

是接近的(表 2)。

2. 光收集系统 整个光收集系统包括样品瓶和放样品瓶的小室。为使效率高,一般采用鼓形瓶。Noakes^[1,2]、Lorenze^[3,4]和 DYS-1 型液闪计数器中均采用了石英鼓形瓶。Lorenze 的实验表明,从提高总灵敏度来看,瓶子的最佳长度在 90—120 毫米之间、直径在 50—70 毫米之间较好。从自动换样的角度来看,还是圆柱形的瓶子比较好。依据实验需要,选用不同直径、不同高度的圆柱形瓶,并在样品室内配以不同的附件,就能使不同体积的样品均能在最佳条件下进行测量。有人从理论上阐述了球形瓶有提高效率、降低本底的作用。本所卢绍婉^[5]的实验证明的确如此,但如对不同体积的样品按上述合理设计鼓形瓶和圆柱形瓶,则球形瓶的优点就不突出了。

在低水平测量中,样品瓶一般采用聚四氟乙烯、聚乙烯和石英玻璃作材料。聚四氟乙烯的透光性好,化学稳定性好,其漫反射的外表面又能对串光甄别起一定的作用,因此广泛用于 ^{14}C 断代实验室中,也用于 ^3H 的测量中。一般认为聚乙烯瓶也有类似的优点,但它能被甲苯和苯渗透。但据报道,T. Florkowski^[6]在 IAEA 的 Aloka LB-1 型仪器上使用 100 毫升的聚乙烯瓶测水样品,本底竟只有 2 计数/分,而用聚四氟乙烯瓶则为 3.9 计数/分,效率仅稍稍低一些,原因未作说明。用 DYS-1、2 型^[7,8],5 毫升左右容量的低钾玻璃瓶也能用于 ^{14}C 样品的测量,效果与石英瓶差不多。石英玻璃由于其透光性好,不吸附、本底低,一直是最基本的样品瓶材料。

在设计高灵敏度计数器的样品室时,强调

用含放射性少的材料并使两光电倍增管互相直接观察到的面积最小,以减少串光^[5,9]。还要在样品室内部或样品瓶外部敷以光反射材料。现在公认的好的反射材料有 TiO_2 、 MgO 、真空喷铝和聚四氟乙烯。聚四氟乙烯以反射率高,耐久性好、便于清洗为特点,因此,现在用得较多。但它是一种透明介质,会引起契仑科夫辐射,因此在使用时必须注意,用量要尽可能少。对带有反符合屏蔽或特别重的屏蔽的低本底液体闪烁计数器来说,由于宇宙射线对本底的贡献大为减少,因此透明介质对本底的贡献就不明显。图 1 是几种样品室和样品瓶。

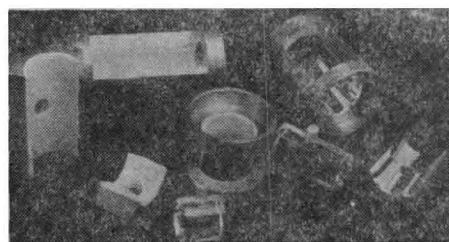
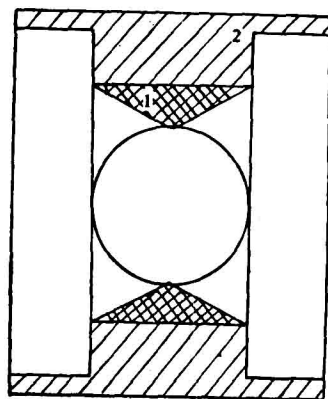


图 1 几种样品室和样品瓶

上样品室内衬 下样品室外壳体

3. 物质屏蔽 对低本底测量来说,屏蔽非常重要。要把外部 γ 射线的贡献降低到 1% 所

需要的铅屏蔽厚度约为 10 厘米；要降低到 0.1% 则约为 15 厘米；而对宇宙射线来说，所需要的屏蔽就更厚。瑞士伯尔尼大学 Ulrich^[10] 在地下实验室进行的实验很好地说明了用大量重屏蔽，能大大降低宇宙射线和环境辐射对本底的影响。由表 3 可以看到，TL_{HE} 实验室与 U₂ 实验室相比，后者 ¹⁴C 道的空室本底为前者的 4.2 倍左右，而本底约为 1.8 倍，TL_{HE} 实验室的本底为 TL¹⁴C 实验室本底的三倍多，而空室本底仅为 2.1 倍。这是由于宇宙射线的贡献在空室本底中表现得比较明显。这些结果说明大量的重屏蔽能有效地使宇宙射线衰减。但屏蔽

本身还含有一定量的放射性，因而对周围 γ 射线的减弱起了决定作用的是 40 厘米低放射性混凝土。在 TL¹⁴C 实验室测得 49 毫升苯空白样品，在 ¹⁴C 道的本底为 1.60 计数/分，说明对测量 ¹⁴C 来说，重屏蔽已能代替 NaI(Tl) 晶体等反符合屏蔽的作用。图 2 是 Ulrich 在 U₂ 和 TL¹⁴C 两实验室测得的 49 毫升苯空白样品的能谱，把它与用带 NaI(Tl) 反符合屏蔽的 DYS-1 低本底液体闪烁计数器的能谱相比较(图 3)，可以看到，两者在 ¹⁴C 道的本底能谱是相似的，但后者对宇宙射线的屏蔽比前者好，而内部放射性的贡献却较多。

表 3 三个实验室中测得 22 毫升样品室中黑瓶、空室和本底样品计数率的比较^[11] (Ulrich)

实验室	屏 蔽	黑 瓶		空 室		苯本底样品 (22ml)	
		15—150kev (¹⁴ C)	0.5—2000kev (全能)	15—150kev (¹⁴ C)	0.5—2000kev (全能)	15—150kev (¹⁴ C)	0.5—2000kev (全能)
U ₂	5 米水当量	4.5	4.8	13.3	14.7	19.5	—
TL _{HE}	70 米水当量	0.80	1.1	3.2	4.0	10.9	16.1
TL ¹⁴ C	70 米水当量 + 40cm 低放射性混凝土	0.55	0.70	1.5	1.9	3.3	4.2

[1] 用 Intertechnique SL 4000液体闪烁计算器，屏蔽厚度为 3—5 厘米铅。

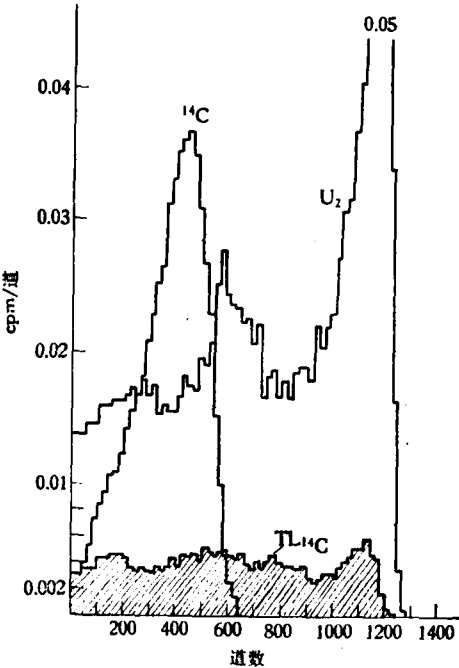


图 2 49 毫升苯本底样品在 U₂ 和 TL¹⁴C 实验室的能谱 (Ulrich)

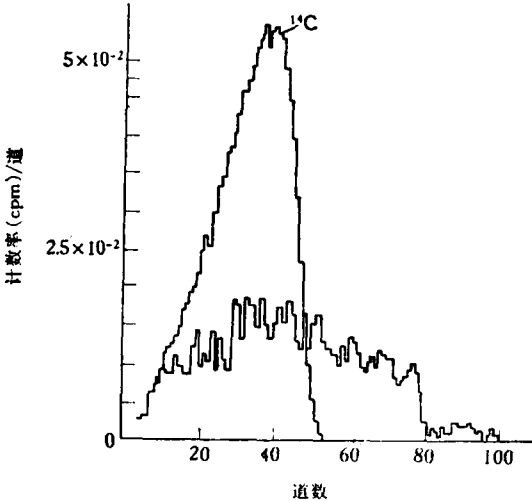


图 3 20 毫升苯本底样品的能谱
在 DYS-1 计数器测得(生物物理所)

数器，主要用于测 CO₂ 中的 ¹⁴C 和环境水中的氚。他们也采用大量重屏蔽来提高灵敏度。基本的屏蔽是六厘米铅、三厘米汞和一厘米的铜和镅，整个计数器放在有 75 厘米厚的重水泥墙

西德 Lorenz 等设计的大体积液体闪烁计

表 4 Lorenz 的实验结果

位 置		测 量 实 验 室		矿	
实验室的覆盖层		~3 米水当量		~60 米水当量(30 米石砂层)	
屏 蔽		没 有	6cmPb + 3cmHg + 1cmCu、Cd	没 有	6cmPb + 3cmHg + 1cmCu、Cd
鼓形石英瓶		计 数 率* (cpm)			
70cm ³	³ H	21	7.0±0.2	40±1	3.2±0.1
	¹⁴ C	55	9.0±0.2	118±3	3.8±0.1
	积分	177±3	36±1	310±10	13.6±0.3
170cm ³	³ H	—	10.0±0.3	81±2	4.7±0.2
	¹⁴ C	—	14.0±0.4	234±3	6.9±0.2
	积分	—	58±2	730±5	27±1

* 用 Lumagel 闪烁液作本底样品

的实验室中。他们的实验结果如表 8 和 4 所示。特别值得注意的是即使在 60 米水当量屏蔽下,如没有铅、汞、铜和镉的屏蔽,计数器的本底要比只有 3 米水当量屏蔽下的实验室的本底高得多。由此可见,在直接接近探头处的屏蔽必须是“放射性清洁的”,否则不易达到降低本底的目的。

意大利的 M.Alessio 等^[11]在不同屏蔽的实验室内用带有塑料闪烁体反符合屏蔽的液体闪烁计数器研究本底谱,也证明了大量重屏蔽的作用能有效地降低宇宙射线的作用。当屏蔽为 5000 米水当量时,本底谱中的 μ 介子峰完全消失了。但若在探测器周围没有能降低外界硬辐射的屏蔽,则在 ³H 和 ¹⁴C 道内的本底反而会随着重屏蔽的增加而增加。

由此可见,大量的重屏蔽能有效地降低宇宙射线对 ³H 和 ¹⁴C 道本底的影响,在探测器周围加 10 至 15 厘米铅屏蔽或相应的其它材料的屏蔽(但必须是无放射性的)能有效地降低周围硬辐射对 ³H、¹⁴C 道本底的贡献,从而达到低本底测量的目的。

4. 反符合屏蔽 Noakes 在 1973 年首先把 NaI(Tl) 环形晶体用于液体闪烁计数器作反符合屏蔽,使全能道的本底下降了 82%。1974 年,在无重物质屏蔽的条件下,他测了 NaI(Tl)

环形晶体(外径 8", 内径 $3\frac{1}{2}$ ", 长 5") 和塑料闪烁体 (NE102) 作反符合本底屏蔽时的效果。日本 Aloka 公司生产的 LB-1 型低本底液体闪烁计数器^[12],采用一块 20 厘米见方、长 22 厘米的塑料闪烁体作反符合屏蔽,其中间有一孔用于放 100 毫升的柱形样品瓶。用 100 毫升的聚乙烯瓶直接测水时,其本底比没有塑料闪烁体作反符合屏蔽时降低了 37.5%。用本所试制的 DYS-1 型低本底液体闪烁计数器,测 100 毫升含水样品时,NaI(Tl) 环形晶体的反符合效果表面上看来也仅仅 51%,但值得注意的是 NaI(Tl) 晶体是未经低钾提纯的,因此含有 ⁴⁰K,而它对本底的贡献恰恰在氡道。图 6 是低钾玻

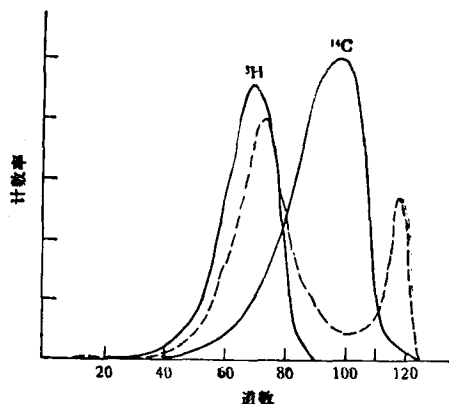


图 4 低钾玻璃瓶盛本底样品时的本底谱

璃瓶中盛 18 毫升苯本底样品时在 DYS-1 上测得的本底谱,对照 ^3H 和 ^{14}C 能谱,可以看到 ^{40}K 对二者的本底均有贡献,在 ^3H 道的贡献较大。

用盖革计数管作反符合屏蔽效果较差。R. Rajamác^[13] 用十七支直径 2 厘米长 20 厘米的盖革计数管以 2π 几何条件作反符合屏蔽,得到对 ^{14}C 道的本底减少率为 40—10%, 而 20 厘米长, 5 厘米厚的半圆环塑料闪烁体作反符合屏蔽时,本底的减少率相应为 75—20%。这是对 1 毫升至 25 毫升的样品而言,随着样品量的增加反符合的效果随之降低(变差)。在本实验室,不论用 30 个盖革计数管做成圆环形反符合屏蔽,还是用 261 厂依据我们要求试制的环形计数管作反符合屏蔽,在 DYS-2 的实验装置上,对 5 毫升 ^{14}C 本底样品进行了测量,两者的反符合效果差不多,均使 ^{14}C 道的本底减少了一半,而对 10 毫升含 4 毫升水的样品来说,本底均仅减少约 22%。Lorenz 用四个大面积流气式计数管(二个: $70 \times 30 \times 3$ 厘米³; 二个: $35 \times 30 \times 3$ 厘米³), 放在测量室上方作反符合屏蔽,用 170 毫升的瓶子测 160 毫升本底样品时,在 ^{14}C 道本底的最大减少率为 33%。测 170 毫升含水样品时,在 $^3\text{H}_2\text{O}$ 道中本底的减少率为 23%。

总之,采用特别重的屏蔽或用有效的反符合屏蔽均能减少外部辐射对本底的贡献。这样一方面提高了计数器的测量灵敏度;另一方面,提高了仪器的本底的长期稳定性。

5. 串光甄别 在无大量的重屏蔽和反符合屏蔽的情况下,或在计数室中存在一定量的 ^{40}K 时,串光甄别方法能使 ^{14}C 道的本底明显下降。Laney^[14] 首先对串光本底作了很好的幅度关系实验和分析,并且研制成第一台运算式的串光甄别器,把测 ^{14}C 的优值提高了一倍。P. E. Hartley 等^[15] 利用了下限甄别和用聚四氟乙烯瓶作光学串光甄别的方法,把 5 毫升 ^{14}C 样品的测量优值提高到 1800。前沿甄别起的串光甄别作用的基本原理与下限甄别是一致的。本实验室提出了对两路脉冲先分别作幅度分析然后再符合的串光甄别线路逻辑,用于 DYS 型低本底

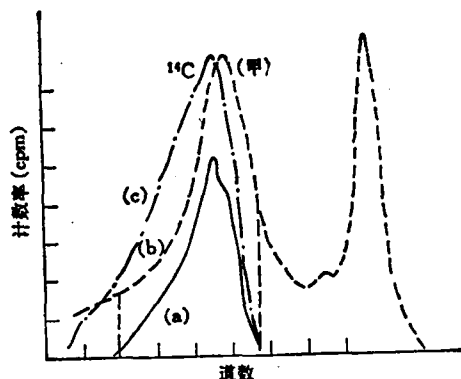


图 5 ^{14}C 本底谱

(a) 用 DYS-型仪器测定; (b) 用普通液闪仪器测定;
(c) ^{14}C 能谱

液闪计数器中,有效地降低了 ^{14}C 道的本底。图 5 是用这逻辑和不用这逻辑时的 ^{14}C 道的本底谱,低钾玻璃瓶对本底谱中的甲峰有明显的贡献。由图可以看出此逻辑大大地减少了该峰对本底的贡献,而使低钾玻璃瓶与石英瓶的测量优值接近。

串光甄别光学的方法是利用滤光片、偏振片和聚四氟乙烯的光学性质来实现的。滤光片和偏振片的应用虽能使 ^{14}C 测量的优值有较大提高,但对 ^3H , 由于测量效率降低太多而无法采用。聚四氟乙烯是一种很好的串光甄别材料,尤其当以它制成样品瓶时,其漫反射表面能起串光甄别作用。当这特性与串光甄别线路相结合时,能发挥更大的作用。本实验室在 DYS-2 型计数器上测得聚四氟乙烯瓶性能优于石英瓶,而如果在石英瓶外部用硅油沾上一层 0.08 毫米的聚四氟乙烯薄膜,就能提高石英瓶的测量优值,如表 5 所示。另外,本实验室傅

表 5 聚四氟乙烯薄膜对 5 毫升 ^{14}C 样品测量结果的影响

	效率(E)	本底(B)	E ² /B
样品瓶外沾有 0.08 毫米聚四氟乙烯膜	83.9%	4.42cpm	1590
样品瓶外不沾膜	82.3%	5.18cpm	1300

培云^[16]设计了一种新的样品室,在样品瓶与光电倍增管之间加一聚四氟乙烯套,安装在 DYS-

2 型仪器上,使 5 毫升 ^{14}C 样品的测量优值有较大提高,用石英瓶时,优值由 1800 提高到 2830,用低钾玻璃瓶时,优值由 1800 提高到 2330。用薄膜的方法能提高测氚的效率,而套筒法不能用于氚的测量。

三、低本底液体闪烁计数器的发展

自第一台液体闪烁计数器在 1950 年问世以来,液体闪烁技术有了飞速的发展。1954—1973 年仪器(效率和本底统称指标)指标的提提高如表 6 所示。近十年来,由于主要探测元件光电倍增管无多大改进,依靠它来提高效率,似

近于停滞状态。

近十年来,提高灵敏度采取的主要措施是降低本底和引入大样品室以增加样品量。低本底 ^{14}C 测量用于断代时,取样量一般在 5 毫升以下,当样品比较充裕而且年代较老时,也希望通过增加样品量来提高灵敏度。 CO_2 中 ^{14}C 的直接测定用于水文、气象和生物等很多方面,对它的测量也希望引入大体积的样品室用以增加被测样品量。近十年来各实验室在提高 ^{14}C 测量灵敏度方面做的工作和实验结果综合在表 7 中。

增加物质屏蔽和采用反符合屏蔽均能大大

表 6 1954—1973 年液体闪烁计数器的进展^[17]

年 代	^3H			^{14}C	
	效率 (E)	本底 (B) (cpm)	E^2/B	效率 (E)	本底* (B) (cpm)
1954	10%	80	1.25	75%	60
1962	25%	55	11.4	80%	30
1964	40%	30	53.3	85%	25
1969	60%	20	180	90%	16
1972	65%	18	235	97%	11

* 此处本底指 ^3H 道以上 ^{14}C 道的本底。

降低测氚时的本底,同时特别要注意减少主探测器材料中的剩余放射性。1973 年 Noakes 的反符合计数器,对 50 毫升的苯样品,效率为 45% 时,本底为 2.59 ± 0.10 计数/分,可用 100 毫升样品瓶直接测量水中氚,这时,灵敏度高于 10 TU。近十年来,大体积液体闪烁计数器逐步发展起来。日本 Aloka 公司生产了国际上唯一的带反符合屏蔽的、有十五个样品自动换样的低本底液体闪烁计数器 LB-1。西德也建立了 170 毫升的大样品室计数器。这方面仪器测水的情况见表 8。

直接测水时,希望闪烁液中所能容纳样品水的比例高,同时,要求测量效率不明显降低。五十年代时,用聚醚体系的闪烁液系统。1960 年 Bray 溶液引入测水系统,提高了测水时的效率。直到目前,Bray 溶液对测量含水样品还是有一定价值的。1965 年,乳化剂引入测水系

统,使水中氚的测量灵敏度大大提高。Tritonx-100、Triton N-101 和 Tritonx-114 等等乳化剂与甲苯(二甲苯)闪烁液相配合,制成了各种各样的商品乳化剂闪烁液,使样品中水的(百分)含量可达 50% 以上,测量效率提高到 30% 以上。现在较好的商品乳化剂闪烁液有 Instagel、Ready-to-UseII 和 Monophase-40 等等,它们的配方都未公开。测水体系的进展见表 9。

综上所述,十年来发展了二种水平的高灵敏度液体闪烁计数器。一种是中等灵敏度的,测 5 毫升 ^{14}C 样品的优值在 1500—3000 之间,能直接测几十氚单位浓度的水。这类仪器能满足一般测量的要求。另一种是高灵敏度的,能直接测量较大量的样品,几十克碳,几十毫升水。对几个氚单位浓度的水也能直接测量。但仪器需要大量的物质屏蔽,特殊的建筑或较贵的反符合屏蔽。

表7 高灵敏度¹⁴C液体闪烁计数器

作者 (年份)	计数瓶	苯样品量 (ml)	效率 E (%)	本底 B (cpm)	优值 E ² /B	铅屏蔽 厚度 (cm)	提高灵敏度的其它措施
Laney (1971)		MarkII 标准样品	73.4	8.82	610	3—5	Laney 串光甄别器
Hartley (1974)	聚四氟乙烯瓶 低钾玻璃瓶	5	60.3 54.2	1.96±0.03 3.3	1860 890	3—5	下阈串光甄别
Noakes (1974)	鼓形石英瓶	22	62.1	0.79±0.24	4880	10	NaI(Tl) 晶体作反符合屏蔽
生物物理所 (1980)	低钾玻璃瓶	5	74.5	2.74±0.05	2030	5	DYS 型串光甄别线路
上海核子所 (1980)	聚四氟乙烯瓶	5	75	2.3	2400	10	运算型串光甄别器
Lorenz (1980)	170ml 鼓形 石英瓶	CO ₂ (含 5.3g) 碳溶于闪烁液	70	22.42		6	附加 3cmHg + 1cmCu, Cd + 75cm 混凝土墙; Laney 串光甄别器
Ulrich (1980)	石英瓶	50	77.4	1.6	3740	10—20	附加 40cm 低活性混凝土屏蔽。计数器置 于 70 米水当量厚的沙土屏蔽的地下室中
R. Rajamäe (1980)	铝、钢、聚四 氟乙烯、石 英制成计数 瓶	12	48	4.3	540	5	附加 25mmHg, 单管液闪
		12	53	4.2	670	10	17个 $\phi 20\text{mm} \times 200\text{mm}$ 计数管作 2 π 屏蔽
		25	52	6.9	390		
		20	52	3.2	850	10	200mm 长, 50mm 半圆环塑料闪烁 体作 2 π 反符合屏蔽。
		1	41	0.44	3820		
生物物理所 (1982)	聚四氟乙烯瓶	5	78.5	2.44±0.05	2500	5—7	DYS-2 型液闪
	石英瓶		73.3	1.90±0.04	2830		把有聚四氟乙烯圆柱套筒的样品室装 入 DYS-2 型液闪
	低钾玻璃瓶		71	2.16±0.04	2330		
	石英瓶	5	80	0.54±0.02	11800	10	DYS-1 型液闪。NaI(Tl) 晶体作反 符合屏蔽。
	低钾玻璃瓶		79.2	0.84±0.02	7470		
	石英瓶		77	1.73±0.05	3450		
Lorenz (1980)	25.5ml 尼龙瓶	4	73	2.64	2020	3—5	附加 75cm 厚混凝土墙, 有串光甄别器。
		10	68	3.06	1510		
		24	72	5.16	1010		
Calf ⁽¹⁴⁾ (1982)	低钾玻璃瓶	5	68.1	4.23±0.08	1100	3—5	Packard Tricarb 3330, 四周和底部加 5cm 铅, 上部加 2.5cm 铅。
	Teflon/AAEC		70.3	3.26±0.05	1520		
	低钾玻璃瓶		68.1	1.13±0.03	4120		
	Teflon/ANO		70.5	0.58±0.02	8500		
	Teflon	20	83	2.37±0.05	2910		同上。另把整个装置放在 Warrayamba Dam 中。

表 8 氡和水中氡的高灵敏度测量

作者 (年份)	瓶品瓶	样品水 量V (ml)	总样 品量 (ml)	闪烁液	效率 E (%)	本底 B (cpm)	(EV) ² /B (E ² /B)	铅屏蔽 厚度 (cm)	提高灵敏度的措施
Noakes (1973)	鼓形石英瓶	25ml 瓶盛苯样品			45	1.74	(1160)	10	时间分析线路, NaI(Tl) 反符合屏蔽
					57	2.10	(1550)		同上,用 RCA4501/V4
Noakes (1974)	同上	22 苯闪烁液			41	0.79±0.24	(2130)	10	同 上
T.Iwakura (1979)	聚四氟乙烯 圆柱形瓶	40	100	Instagel	14	4.4	71300	10	LB-1 低本底液闪烁塑料闪烁体作反符合屏蔽
Lorenz (1980-82)	鼓形石英瓶	28	70	Instagel	24.4	6.48±0.16	72030	6	附加 3cmHg + 1cmCu、 Cd + 75cm 混凝土墙 (钛铁矿)
		42	100		21.5	7.60±0.17	107290		
		75	170		15.5	7.71±0.17	175280		
					20	10.39±0.20	216550		
								同上。但用另一对光电倍增管	
陆杨乔 ^[19] (1981)	聚四氟乙烯瓶	7	20	TritonX-100 闪烁液	13.1	3.00±0.09	2800	14	
水文公司 (1981)	聚乙烯瓶	10	20	Instagel	21	4.5	9800	3—5	Packard Tricarb 300
					13.5	1.84	9910	10	Aloka LB-1
IAEA Florkowski (1982)	聚乙烯瓶	8	20	Instagel	21.7	3.6	8370	Packard Tricarb 3320 上方覆盖 盖 10cm 厚铅	
					29	2.5	21530	Packard Tricarb 3255 上方覆盖 10cm 厚铅	
		8	20	Instagel	15.2	0.8	18480	10	Aloka 公司的 LB-1 型低 本底液闪
					40	100	12.9		
生物物理所 (1982)	圆柱形石英瓶	10	20	Instagel	19	5.0	7220	5—7	DYS-2 型液闪
		20ml 苯样品			56	2.17±0.04	(1450)	10	DYS-1 型低本底液闪, NaI(Tl) 晶体作反符合 屏蔽。
	10	20	Instagel	23	1.21±0.03	43700			
	鼓形石英瓶	50		100	17	6.63±0.08	106000		

表 9 测水用闪烁体系的进展

年 代	样品中能容纳水的百分数	效率 (E)	主 要 成 份
1958	20%	6%	聚醚 (Daridson)
1960	22%	10%	二氧六圈 (Bray)
1965	23%	10%	Triton X-100 (Patterson)
1969	21%	22%	Triton X-100 (Tanner)
1972	40%	27%	未知(商品)
1972	50%	30%	未知(商品)

江丕栋同志对本文作了仔细的修改, 并提出了宝贵意见, 在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] Noakes, John. E., *Nuclear Instruments and Methods*, 109, p. 177, 1973.
- [2] Noakes, John. E., In *"Liquid Scintillation Counting, Recent Developments"*, p. 53, 1974.
- [3] Lorenz Eichinger et al., *Radiocarbon*, 22, 2, p. 417, 1980.
- [4] Lorenz Eichinger, W. Rauert., In *"Methods of Low-level Counting and Spectrometry"*, IAEA-SM-252/63, p. 497, 1982.

- [5] 卢绍婉:《第一次全国液体闪烁探测技术学术会议交流资料》, 1982。
- [6] T. Florkowski, In “*Methods of Low-level Counting and Spectrometry*”, IAEA-SM-252/63. p. 335, 1982.
- [7] 中国科学院生物物理研究所, “液体闪烁谱仪”研制组, 《核电子学与探测技术》1, 1, p. 17, 1981.
- [8] 蒋汉英、卢绍婉等, 《第一次全国液体闪烁探测技术学术会议交流资料》, 1982。
- [9] 中国科学院生物物理研究所“液闪”编译组, 《液体闪烁计数及其在生物学中的应用》p. 197, 科学出版社, 1979。
- [10] Ulrich Schotterer et al., *Radiocarbon*, 22, 2, p. 505, 1980.
- [11] M. Alessio, et al., *Nuclear Instruments and Methods*, 137, p. 537, 1976.
- [12] Iwakura. T. et al., *Behaviour of Tritium in the Environment*, IAEA-SM-232/32, 1979.
- [13] Rajamae, R. et al., *Radiocarbon*, 22, 2, p. 435, 1980.
- [14] Laney, B. H., In “*Organic Scintillators and Liquid Scintillation Counting*”, p. 991, 1971.
- [15] Harley, P. E. and Church, V. E., In “*Liquid Scintillation Counting, Recent Developments*”, p. 67, 1974.
- [16] 傅培云 傅世楷, 《第一次全国液体闪烁探测技术学术会议交流资料》, 1982。
- [17] Kent Painter, In “*Liquid Scintillation Science and Technology*”, p. 283, 1976.
- [18] Calf, G. E. et al., “*Liquid Scintillation Counting of Carbon-14 in a Heavily Shielded Site*” Published in The First Australian Archaeometry Conference., 1982.
- [19] 陆杨乔、郭剑英, 《中华放射医学与防护杂志》, 1, 4, p. 58, 1981.

【本文于1983年2月10日收到】

DABITC/PITC 双偶合法在蛋白质手工固相顺序分析中的应用

徐秀璋 房月华

(中国科学院生物物理研究所, 北京)

Edman 化学降解法迄今仍然是蛋白质(或多肽)顺序分析中最基本和最有效的方法。根据蛋白质(或多肽)在反应中的状态不同, 可分液相顺序分析法^[1]和固相顺序分析法^[2]。固相顺序方法, 由于操作方便, 洗涤干净, 肽不会因洗涤和抽提而受损失等优点而迅速发展。但是由于 Edman 降解反应产物 PTH-氨基酸检出的局限性, 影响了 Edman 液相和固相顺序法的灵敏度和精确度。近十年来, 发展的高灵敏的顺序方法, 主要集中于二点: 一是采用放射性同位素, 荧光基团或有色 Edman 试剂; 二是采用灵敏的鉴别手段如微量薄层层析, 气相色谱和高压液相色谱检测 PTH-氨基酸^[3]。

4N, N-二甲氨基偶氮苯-4'-异硫氰酸酯(DABITC)是改进了的 Edman 试剂, 用DABITC降解蛋白质(或多肽)产生二甲氨基偶氮苯-硫

氰酯氨基酸(DABTH-氨基酸)具有鲜明的颜色。它只要微微克分子量, 就可用聚酰胺薄膜双向层析或高压液相色谱鉴定^[4-7]。

本文主要介绍 DABITC/PITC 双偶合微量手工固相顺序方法。即用有色 Edman 试剂——DABITC 和 PITC 作二次偶合后, 再进行裂解, 转化反应直至鉴定 DABTH-氨基酸衍生物。它除了一般 DABITC/PITC 双偶合液相法的优点外, 又兼有固相法的优点, 是值得推广的一种好方法。

一 原理部分

1. 一般原理 用 DABITC 降解蛋白质(或多肽)反应相似于 Edman 反应, 简略表示如下: