

固体钾肥产品中钾含量的放射性测定

祁永唐, 王相明, 李青凤, 王庆忠
(中国科学院青海盐湖研究所, 青海 西宁 810008)

摘要: 基于钾的天然放射性, 用放射性方法测定固体钾肥产品中的钾含量。结果表明, 对于均匀粉末状固体钾盐产品, 放射性方法的测定误差在±5%以内(同重量法相比)。
关键词: 固体钾肥; 钾含量; 放射性测定
中图分类号: TQ440.72 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-858X(2002)01-0024-04

钾的天然同位素⁴⁰K具有放射性。在⁴⁰K的衰变过程中同时具有 β 衰变和K电子俘获。前者约占89%, 后者约占11%。⁴⁰K以蜕变的形式转变为⁴⁰Ca, 放射出具有连续光谱的, 最大能量为 $E(\beta) = 1.33\text{MeV}$ 的 β 粒子; 另一方面⁴⁰K从K层夺取电子, 并放射出能量为 $E(\gamma) = 1.46\text{MeV}$ 的 γ 量子, 转变为⁴⁰Ar。平均每克钾1分钟放射1650个 β 粒子和180个 γ 量子。⁴⁰K的半衰期很长(1.3×10^9 年), 故可认为它在钾元素中的含量是固定的。因此可以用测量⁴⁰K的 β 或 γ 辐射的方法来测定样品中钾的含量^[1,2]。放射性测定方法具有快速、简便、准确等特点, 不污染被测样品, 对样品不需要进行处理, 特别是对固体样品和高浓度卤水也不需要溶解和稀释, 所以特别适合于钾盐生产流程在线分析和野外现场的自动监测以及厂家和用户产品的快速分析。

由于在⁴⁰K衰变过程中放射的 β 粒子远多于 γ 量子, 所以计量其 β 辐射要比计量其 γ 辐射更灵敏。但是由于 β 粒子穿透力弱, 只能穿透几个毫米, 所以仅适用于能与计数管表面良好接触, 而且含钾量均匀的样品。对于粗糙的

或含钾量不均匀的固体样品或料浆, 测量结果往往不能反映样品总体的钾含量。这种方法有两个突出的优点, 一是 β 计数管对 γ 射线不灵敏, 所以抗干扰性能好, 可以不加屏蔽; 二是由于 β 射线射程短(几个毫米), 只要样品厚度大于 β 射线的射程, 测量不受样品体积的影响。所以特别适合于盐湖和盐田卤水中钾的野外现场测定以及粉末状固体钾盐产品中钾的快速测定。

而 γ 射线在样品中穿透20cm左右才衰减一半, 所以在钾盐生产流程中对料浆和初级产品的在线分析选择测量 γ 辐射的方法^[3,4]。但是这种方法易受宇宙射线和其它放射性元素的 γ 射线的干扰, 必须采用可靠的铅屏蔽。

我们应用测量⁴⁰K的 β 辐射的方法测定察尔汗盐湖地下卤水及青海盐湖工业集团有限公司盐田卤水中的钾含量, 取得了较好的结果^[5,6]。在此基础上, 对察尔汗地区几家企业生产的固体钾肥产品做了钾含量的放射性测定试验。结果表明, 用测量⁴⁰K的 β 辐射的方法对粉末状固体钾盐产品的钾含量进行快速测定是可行的。

收稿日期: 2001-09-13
作者简介: 祁永唐(1942-), 男, 研究员, 从事计算机应用研究。

1 实验

1.1 实验仪器与试剂

对固体钾盐产品的放射性测定实验使用我们自己研制的智能测钾仪和自制的 β 射线计数探头。

智能测钾仪以 80C31 单片机为核心。 β 射线测量计数部分采用两个单道脉冲分析器,分别对被测样品和参比样品进行测量计数。仪器按设定的时间自动测量计数,计数时间可在 1~9999 秒范围内以秒为单位任意设定,计数量最高可达 $2^{24}=16\times 10^6$ 。仪器有数据处理功能,可对多次计数求平均值,并进行数字滤波,存储和显示计数结果。计数探头采用对 β 射线探测效率高而对 γ 射线灵敏度较低的 J306 β 型盖革计数管,选择特性曲线一致的 7 根计数管组装成一组探头,对每根计数管的电极采取严格的密封措施。

样品盒根据计数探头的尺寸做成,要保证每个计数管周围的样品厚度都大于 β 射线的射程。

标准样品用分析纯的固体 KCl 和 NaCl 试剂配置而成。

1.2 实验方法和步骤

(1)首先做标准曲线的测量。对 KCl 含量

不同的系列标准样品逐一进行测量计数。为消除环境辐射的干扰,采用双探头法。用计数管数量和性能一致的两个探头分别测量被测样品和不含钾的参比样品(纯 NaCl 粉末)的计数。每个样品测量 3 次,每次测量 5 分钟,求平均计数值。根据系列标准样品的计数结果做出 KCl 含量与对应计数值的关系曲线。

(2)对未知钾含量的被测样品(钾肥产品)进行测量。测量方法和过程同上。

(3)对被测样品的计数值进行处理,将结果采用标准曲线法换算成 KCl 含量测定结果。

(4)用重量法对被测样品的 KCl 含量进行分析,并将放射性测定结果与重量法分析结果进行对比,计算出放射性法的测定误差。

2 结果和讨论

2.1 标准曲线

因为被测钾肥产品的 KCl 含量一般都在 70%以上,所以我们配置的标准样品在 KCl 含量 70%以上取点较密,而在 70%以下取点较稀。标准样品的 KCl 含量与每分钟平均计数值如表 1 所列。

表 1 标准样品的 KCl 含量与每分钟平均计数值
Table 1 The KCl content and tne count per minute of the standard samples

标准样品编号	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
KCl 含量(%)	0	20	40	60	70	75	80	85	90	95	100
每分钟计数值	638	2 303	3 965	5 625	6 388	6 808	7 236	7 561	8 012	8 456	8 877
每分钟净计数	0	1 665	3 327	4 987	5 750	6 170	6 598	6 923	7 374	7 818	8 239

根据标准样品 KCl 含量与每分钟净计数的关系作出标准曲线如图 1 所示。由图可见,标准曲线是一条通过坐标 0 点的直线。样品计数率与其钾含量成正比。

2.2 样品测定结果

我们选取不同厂家的 6 个粉末状固体钾肥样品,用放射性方法进行了 KCl 含量测定,同时

用重量法进行了分析,并将两种方法的测定结果做了对比。表 2 列出了被测样品每分钟平均净计数值、根据计数结果用标准曲线计算出的

KCl 含量(放射性法测定结果)、重量法分析结果以及放射性法测定结果与重量法分析结果对比的相对误差。

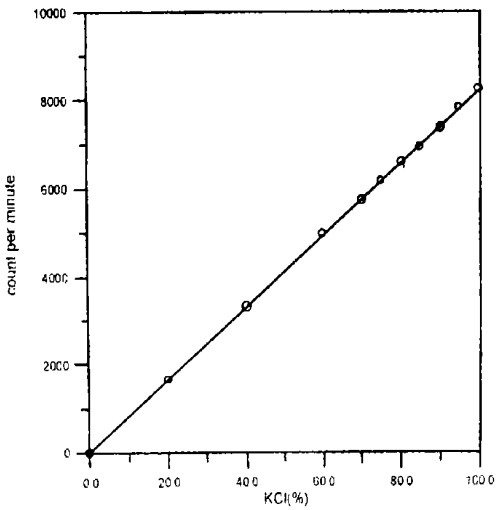


图 1 标准曲线(标准样品每分钟净计数与 KCl 含量的关系)

Fig.1 Diagram of the relation of count per minute to KCl content of standard samples

表 2 样品测定结果
Table 2 The analytical result of samples

被测样品编号		A1	A2	A3	A4	A5	A6
每分钟净计数值		7 334	7 263	7 054	6 112	6 656	5 585
KCl 含量 测定结果(%)	放射性法	88.95	88.09	85.55	74.13	80.72	67.74
	重量法	90.25	84.37	83.76	76.06	81.60	69.60
放射性法相对误差(%)		-1.44	+4.41	+2.14	-2.54	-1.08	-2.67

2.3 讨论

由表 2 所列的测定结果可见,用放射性方法测定粉末状固体钾肥产品的钾含量,同重量法相比,误差均在±5%以内。而放射性方法测定速度快,可以在现场直接测定,不需要专门的实验室,也不需要 对样品进行任何处理。这些是重量法等传统的化学分析方法无法做到的。我们采用测量⁴⁰K 的β辐射的方法,仪器和探头结构简单,操作方便,很适合于钾肥生产厂家和用户对产品钾含量的及时快速检测。

3 结语

通过对盐湖和盐田高浓度卤水以及固体钾肥产品中钾含量的放射性测定试验,证明本方法是一种适用范围广,测定精度较高的钾含量直接快速测定方法。本方法可用于任何场合,仪器使用方便,具有很好的推广应用价值,不仅适用于钾肥生产厂家及时快速测定原料和产品的钾含量,而且适用于农民用户和质检部门随时随地对钾肥产品进行质量检测。

参考文献:

[1] Ю. В. 莫拉切夫斯基, Е. М. 彼得洛娃. 盐水和盐类的分析方法[M]. 张进荣, 译. 1975.

[2] А. Н. 涅斯米扬诺夫. 放射化学[M]. 何建玉, 等, 译. 北京: 原子能出版社, 1985.

[3] G. G. Frank, et al. On-line Gamma-ray analysis system for potash mills [C]. Potash'83. Canada. 559—564.

[4] 曹兆汉. 1991 年第二次国际钾盐工业技术会议[J]. 盐湖研究, 1991, (4); 55—59.

[5] 马育华, 王磊, 王相明, 祁永唐. 卤水中钾的放射性快速测定[J]. 盐湖盐与化工, 1989, 18(2); 49—51.

[6] 王相明, 祁永唐. 盐田卤水中钾的放射性测定[J]. 盐湖研究, 1998, 6(2—3); 109—112.

The Measurement of the Content of Potassium in Solid Potash Fertilizer Products by Radioactivity

QI Yong-tang, WANG Xiang-ming, LI Qing-feng, WANG Qing-zhong
(Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China)

Abstract: Based on the natural radioactivity of potassium, the contents of potassium in solid potash fertilizer products were determined by radioactivity method. The measuring results of the powder solid potash fertilizer products indicate that the relative errors of this measurement method are less than $\pm 5\%$

Key words: Solid potash fertilizer; Content of potassium; Measurement by radioactivity