

核反应分析法测定乌龙茶的含氟量

中科院上海原子核研究所 梁代骅 沈关涛 李德义 吴俊恒

本文介绍了在国产400kV高压倍加器上,利用瞬发核反应 $^{19}\text{F}(p, \alpha)^{16}\text{O}$ 测定乌龙茶含氟量的原理及实验装置,给出测量结果。

一、原理

用核反应法测定氟的含量常用 $(p, \alpha r)$ 和 $(p, p' r)$ 二个核反应,我们选用了 $^{19}\text{F}(p, \alpha r)^{16}\text{O}$ 瞬发核反应,测定反应产生的高能 r 射线,并用与标准样品比较的相对比较法确定待测样品中的含氟量。

当一未知含量的样品和一已知含量的标准样品,分别用同一束流轰击,并在相同的条件下测量时,如果两种样品材料的基质相似,而且氟在两个样品中是均匀分布,则两样品的含量有如下关系:

$$N_X/N_S = (C_X/C_S) \cdot (Q_X/Q_S) \cdot (R_X/R_S)$$

式中: N 为测到的高能 6.13MeV r 射线产额,

Q 为收集到的电荷量(μC),

C 为样品含氟量(ppm),

R 为入射粒子在样品中的射程

(g/cm^2),

下标 X 相应于未知含量样品,

下标 S 相应于已知含量的标准样品,

若两样品基质相似,则 $R_X \approx R_S$,所以通过测量 r 射线的产额和电荷量,利用上式即可确定待测样品的含量。

二、样品制备和实验装置

1. 样品的制备:

把茶样用粉碎机打碎,过80目筛后烘干至衡重,用压机将茶粉压铜质靶托的槽内(槽深约1mm,直径20mm)制成厚靶。

2. 本底样品的制备:

实验对本底样品的要求严格,即要求含氟量极低,一般认为在设备的测量灵敏度之下即可,经实验调查,我们发现乳儿糕的含氟量极低,且质子在其中的射程 R 与茶叶中基本相同,因此我们就取用乳儿糕作为本底样品,其优点是样品容易得到。

3. 标准样品的制备

因为实验采用的是相对比较法,所以必须制备标准样品。标样含量直接和测量结果有关。在实验调查的基础上,我们采用了分析纯氟代苯甲酸 $[\text{FC}_6\text{H}_4\text{COOH}]$ 作标样。该氟化物的沸点是 180°C ,其优点是溶于酒精,我们将该种氟化物溶于分析纯酒精,制成溶剂,然后取一定量的酒精溶剂与本底样品粉末均匀混合,使酒精基本挥发后,放入烘箱用 80°C 衡温将样品烘至衡重待用,从目前实验情况来看,此法较为理想的。

4. 实验装置

实验在400kV高压倍加器上进行,用加速器产生的能量为400keV的质子束作为入射粒子,质子束经分析磁铁偏转后轰击样品靶,样品靶装在自动靶室的靶盘上(见图1)、靶室内的铝靶盘同时可装20块靶,其中有一块是装供观察束流用的石英片,靶盘的转动靠可逆电机和齿轮转动、通过光电控制在测量室操作,可以使靶盘往返转动到指定位

置。控制器上的数码管自动显示靶位。在靶室的波纹管上喷射浓氮，降低靶室内温度。喷液氮时靶室温度可低至零下2℃，负压环是用来加负偏压的，准直片是作准直入射质子束流，准直片的直径略小于样品直径，靶室内真空度为 5×10^{-5} mmHg。

打到靶片上的质子，通过束流积分仪进行测量，质子与样品中的氟发生反应产生的6.13Mev瞬发r射线，用 ϕ 75mm的碘化钠闪烁探测器测量。探头紧靠靶室的样品盘，测得的结果用法国多道分析器分析，数据由打印机输出。实验装置方框图如图2所示。

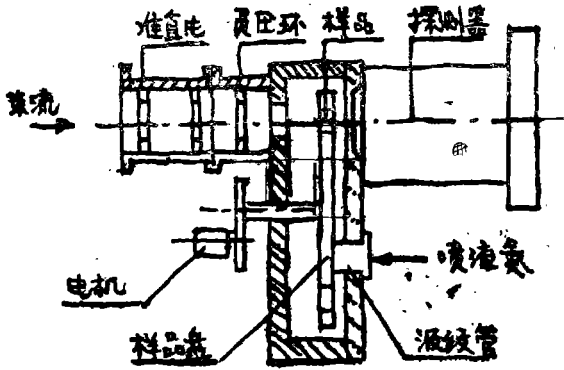


图1 自动冷却靶室简图

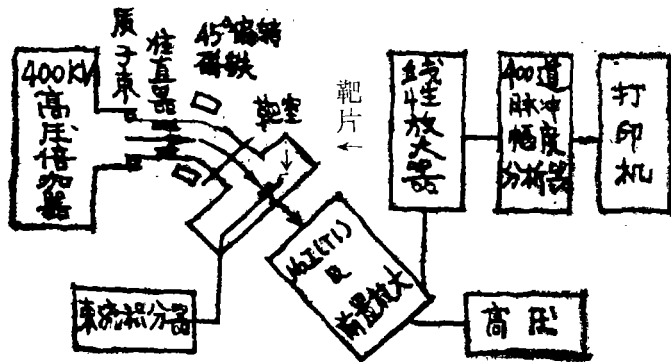


图2 实验装置方框图

三、测量结果

在正式测量茶叶样品之前，对系统标准线性进行了测量。分别配制50ppm, 100

ppm, 250 ppm, 500 ppm, 1000 ppm 和 2000ppm 等标准样品，实验测定各标准样品的 r 计数率。看其样品的 r 计数率是否成线性关系，结果表明系统的线性是好的。

然后，对各样品进行测量。测量结果见表 1

表 1 几种乌龙茶的含氟量

品名	铁观音 特级	铁观音 三级	色种 特级	色种 三级	闽南水仙 特级
含氟量 (ppm)	53	122	157	214	75
品名	闽南水仙 二级	闽北水仙 特级	闽北水仙 三级	武夷奇种 特级	武夷奇种 三级
含氟量 (ppm)	56	220	188	178	236

四、结果分析

我们将测量结果和上海测试所等单位的测量结果相比较，用核反应分析法的测量值与化学分析法的值基本相符。

束流的大小及均匀与否都是影响测量结果的重要因素。我们在测量前通过石英片观察束流光斑情况，调整加速器参数，使束流成为基本均匀的 ϕ 10mm的园斑。束流强度严格控制1 μ A左右。束流太大容易将样品打焦，影响测量结果。

二次电子也是一个影响测量结果的因素，二次电子会使束流积分仪上测量的电荷值偏高很多，这样对测量结果有较大的影响，因此实验时在靶室的负压环上加300伏负偏压，有效地抑制了二次电子，使测量比较可靠。

目前，由于受加速器性能的限制，测量误差相对讲还比较大(标准误差小于 $\pm 15\%$)。以后我们准备对加速器进行改进，稳定高

某些土壤理化性质与茶树生育

福建农学院园艺系 翁友德 刘汗春 廖桂明

土壤是茶树生育的基础，是水分和养分供给的源泉。因此：土壤的好坏直接关系到茶树的生长发育、茶园的早日成园投产。但是，当前在新建茶园中，有的选择土壤条件不严！以至荒山坟地一概用来种茶，这就给茶园早日成园投产以及后期高产稳产带来隐患。

我院福州金山茶园，其前身是杂有荒坟丘的红壤疏林地、土层深厚。自1982年开垦造梯建园，83年春植以来，到1985年已经过三次定剪一次轻剪，1986年部分茶园开始投产，但其中却有相当部分梯层自栽植以后，死苗严重，有的整片死亡。有的虽经多次补苗，仍然缺苗断行；对部分梯层也曾进行开沟换土，重栽并施用硫磺，以期达到栽茶目的，由于换土工作做得不彻底成效不大。三年来这些茶丛矮小、叶色浅黄、根系分布小，好的冠幅也只有30—60cm左右，差的长期座苗不长。为此，我们对金山茶园土壤的某些理化性质进行调查，以便为今后的栽培管理提供依据。

.....
压，用偏转半径为600mm的磁分析器代替目前临时使用的偏转45°的小磁分析器，经过改进后有望可测量得更好。同时，目前我单位的4Mv静电加速器已投入运行，性能更好，且选用质子能是为872keV的瞬发核反应 $^{19}\text{F}(\text{Par})^{16}\text{O}$ ，进行则能进行更精确的测量。

一、研究方法步骤

金山茶园是等高石壁梯层，宽1.8—2米82年垦辟后，83年春开沟下肥条栽，肥料年年反复施用在树冠外侧行间基本固定的位置上，除秋施一次基肥外，化肥一年中作数次分施，并有喷灌装置。

1. 测点位置的选定，在北坡栽有黄骅品种的梯层，按：

(1) 死苗区：栽苗后，当年或翌年死亡。

(2) 改良区：对死苗区经过换土重栽，并施用硫磺，苗虽成活，但长势差。

(3) 正常生长区：栽苗后正常生长。

2. 土壤剖面观察：在测点行间，离茶树根颈20cm处挖长100cm，宽80cm，深70cm的土坑，从土面垂直往下每20cm划分一记载层位，并进行剖面观察和根系分布调查。

3. 土样的采集和处理：从试坑土面垂直往下，每20cm为一层位进行取样取土，并将每一层位采集的土样做上标志置于实验室内，自然风干后碾碎，经1mm筛，混合均匀后，用四分法取样保存留待测定。

3. 试验方法：

(1) 以WH—1型土壤湿度，密度仪快速测定土壤容量；

(2) 以比重计法（机械分析法）测定土壤质地；

(3) 以电位法（pHs—29A酸度计）测定土壤pH值；