

# 四极质谱计测量天然水平氘氢丰度比

李雪松, 张子斌, 韦冠一, 张海涛, 翟利华

(西北核技术研究所, 陕西 西安 710024)

**摘要:** 自制了高温铬还原制氢装置; 探索了降低复合氢离子  $H_3^+$  对氘化氢离子  $HD^+$  干扰的方法。以氘丰度为天然水平的国家一级标准水样中的两个样品作为标准, 另外两个样品作为测试样品, 在 GAM400 四极质谱计上探索了等氢分子离子  $H_2^+$  线性校正测量值的方法。利用双标准外标氘氢丰度比差值校准系数的方法对两个标准水样进行了测量, 结果与国家标准值偏差为  $\pm 0.1\%$ , 最终评估测量相对不确定度为  $0.8\%$ 。

**关键词:** 四极质谱; 氘氢丰度比; 天然水平; 标准水样

**中图分类号:** O657.63    **文献标识码:** A    **文章编号:** 1000-7512(2007)03-0129-06

## Measurement of Natural Level Ratio of D and H by Quadrupole Mass Spectrometer

LI Xue-song, ZHANG Zi-bin, WEI Guan-yi, ZHANG Hai-tao, ZHAI Li-hua

(Northwest Institute of Nuclear Technology, Xi'an 710613, China)

**Abstract:** A device with high temperature Cr inside is made to reduce water to hydrogen. The method for reducing the interferer of  $H_3^+$  to  $HD^+$  is discussed. Two samples of a set of national standard water samples which have natural level ratio of D and H are set as standards and the other two as unknown samples, a linear calibration method with equal  $H_2^+$  is studied on GAM400 quadrupole mass spectrometer. the difference calibrated coefficient of the ratio of D and H is obtained between two standards. The other two standard water samples are measured based on the methods and the coefficient. The measured results have  $\pm 0.1\%$  bias to national standard values. And the evaluated relative uncertainty is  $0.8\%$ .

**Key words:** quadrupole mass spectrometer; ratio of D and H; natural level; standard water

氢同位素分析技术广泛应用于农业、生物、医学、岩矿分析和军事等领域。氘氢丰度比的测量方法主要有质谱法<sup>[1]</sup>、密度计法和落滴法<sup>[2]</sup>、红外光谱法<sup>[3]</sup>、气相色谱法<sup>[4-5]</sup>等。化学反应界面质谱法是近年来发展起来的新方法, 该技术尚处于应用初级阶段<sup>[6]</sup>。国际上普遍采用质谱法

对天然水平的氘氢丰度比进行准确分析<sup>[7-8]</sup>, 所采用的仪器主要分为两种: 第一种是高分辨率磁质谱计, 能够分辨  $H_3^+$  和  $HD^+$ , 如 MAT-271 磁质谱计; 第二种是配备能有效抑制  $H_3^+$  的特殊离子源磁质谱计, 如 MAT-253 磁质谱计。在国内, 北京大学化学系稳定同位素实验室和中国科

学院气体地球化学重点实验室均使用磁质谱计在低分辨率下分析天然水平氘氢丰度比,前者采用 MAT-86 磁质谱计进行测量,以双样比较法处理数据,得到 $\pm 0.5\%$ 测量不确定度<sup>[9]</sup>,后者采用 MAT-271 磁质谱计的低分辨通道(分辨率为 220)进行测量,以线性拟合法处理数据得到 1.63%的测量不确定度<sup>[10]</sup>。中国工程物理研究院核物理与化学研究所曾使用四极质谱计对氘丰度较高的样品(氘丰度大于 10%)进行分析<sup>[11]</sup>。本实验拟使用的 GAM400 型四极质谱计的分辨率达不到分辨  $H_3^+$  和  $HD^+$  的水平,在实验中欲利用等  $H_2^+$  线性校正测量值和双标准外标氘氢丰度比差值校准系数的方法测量天然水平氘氢丰度比。

## 1 实验材料

仪器型号及使用环境温度:GAM400 型四极质谱计,德国 IPI 公司制造,( $28\pm 0.4$ ) $^\circ C$ 。

实验水样:国家一级标准水样一套四个,编号为 GBW04401~GBW04404<sup>[12]</sup>。D 丰度分别为  $1.557\times 10^{-4}$ 、 $1.457\times 10^{-4}$ 、 $1.263\times 10^{-4}$ 、

$8.90\times 10^{-5}$ ,不确定度  $0.1\%$ <sup>[13]</sup>。

金属还原剂及使用条件:德国进口 Cr,反应温度为( $800\pm 2$ ) $^\circ C$ 。

## 2 实验方法、结果及讨论

### 2.1 样品制备

由于气相氢长期保存不稳定,所以待分析样品一般为水样。在测量前需将水样转化为气相氢,再将气相氢引入四极质谱计进行测量。实验室中,利用高温金属还原水制氢的方法比较成熟。到目前,国内外历史上使用的制氢金属基本有铀、锌<sup>[14]</sup>、镁<sup>[15-16]</sup>、铬 4 种。铬还原法是最新发展起来的方法,该方法反应平衡性好,速度快,记忆效应小,反应温度为  $700\sim 830$   $^\circ C$ ,不需要任何附加方法和环节,是目前国际上采用的主流方法。本实验使用铬还原法制备样品,制备流程示于图 1。

将水样由微量进样器快速注入真空系统,使水蒸气经过  $800$   $^\circ C$  的 U 型铬粉管道,生成的气相氢直接引入四极质谱计的进样系统。

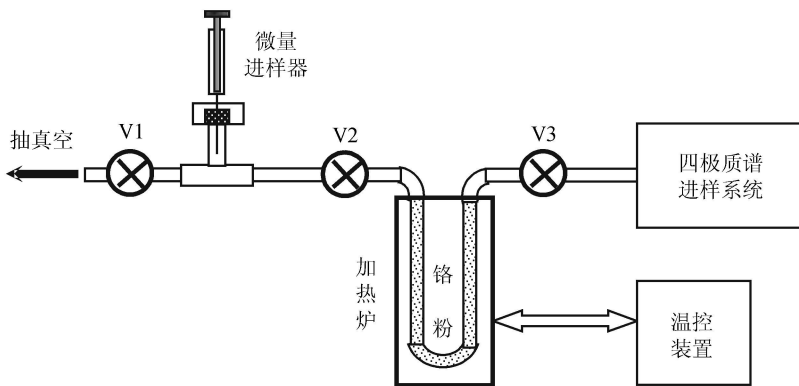


图 1 高温铬还原水样制氢流程

### 2.2 实验条件

进样方法:采用 U 型石英管与四极质谱计进样系统串联,控制压强定体积进样,定压进样时压强控制波动幅度为 $\pm 1\%$ 。

### 2.3 降低 $H_3^+$ 对 $HD^+$ 的干扰

天然水中 D 的丰度在  $10^{-4}$  量级,主要以 HD 的形式存在,以  $D_2$  存在的概率仅为  $10^{-8}$ ,因此氘氢丰度比可近似表达为  $([HD^+]/[H_2^+])/2$ ,可见准确测量  $HD^+$  和  $H_2^+$  的离子流

之比可以推导出实际氘氢丰度比。对于低分辨质谱计,  $HD^+$  的质谱峰上存在  $H_3^+$  和  $^3He^+$  干扰。本实验采用水样制氢,氢纯度  $>99\%$ ,空气中的 He 摩尔含量为  $10^{-6}$  量级, $^3He$  的同位素丰度为  $10^{-4}$  量级,因此所制备样品中的  $^3He$  含量在  $10^{-12}$  量级,可见  $^3He^+$  的干扰可忽略。影响  $H_3^+$  形成的因素主要有两个:轰击电子的能量和  $H_2$  分子的密度。氢原子的结合能为  $4.72$  eV,氢原子电离能为  $13.6$  eV,氢分子的电离能为

15.4 eV<sup>[17]</sup>,所以氢分子共价键很容易被拆开形成氢原子 H,再经过电子轰击形成 H<sup>+</sup>,吸附 H<sub>2</sub> 分子后形成 H<sub>3</sub><sup>+</sup>。或者 H<sub>2</sub><sup>+</sup>与 H 原子结合形成 H<sub>3</sub><sup>+</sup>。因此降低电子轰击能量可以降低 H<sup>+</sup> 的生成几率,从而降低 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 的形成概率;在同样电子数量和轰击能量情况下,取消电子准直磁铁,降低电子密度,如此牺牲了部分灵敏度,但可以显著降低 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 的干扰,实践证明可降低一个量级;另外, H<sub>2</sub> 分子的密度越大,形成 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 的概率越大,所以必须降低进样压强。在实施以上三种措施的同时,必须满足信噪比条件。实验中,选定电子轰击能量为 30 eV,进样压强为 200 Pa。

## 2.4 数据处理

相关量定义。 $I_{[H_2^+]}$  为 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子流强度; $I_{[HD^+]}$  为 HD<sup>+</sup> 离子流强度; $I_{[H_3^+]}$  为 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 离子流强度; $R_{[HD^+]/[H_2^+]}$  为 HD<sup>+</sup> 离子流强度与 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子流强度之比; $R_{[H_3^+]/[H_2^+]}$  为 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 离子流强度与 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子流强度之比; $R_{[M3/M2]}$  为质量数 3 与质量数 2 上的峰强之比; $R_{[D/H]}$  为实际氘氢之比; $K$  为线性校正斜率; $K_{[D/H]}$  为氘氢丰度比差值校正系数。

实验中使用四极质谱计测量所制备的气相氢的  $R_{[M3/M2]}$ ,然后采用以下数据处理方法得到样品的  $R_{[D/H]}$ 。

**2.4.1 等 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 线性校正测量值** 采用 2.3 节中描述的降干扰方法后,在 HD<sup>+</sup> 的质谱峰上仍然存在高出 HD<sup>+</sup> 约 3 倍的 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 干扰,如何准确扣除这部分干扰是关键。文献[9]在 M-86 质谱计上采用双样比较法成功测量了我国珠峰高海拔地区冰雪水中氢同位素组成。该方法利用等量的 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 产生的等量的 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 这一原理来扣除 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 的干扰,但在实际应用过程中存在一个困难,即如何在多次进样测量中保持等量的 H<sub>2</sub><sup>+</sup>。如果这一关键的等量参数不能实现,就会引入进样偏差。文献[9]未对该偏差的校正作具体描述。文献[10]指出,采用低分辨通道测量 D 丰度时,虽然受到 H<sub>3</sub><sup>+</sup> 的干扰,但理论上, $R_{[H_3^+]/[H_2^+]}$  与 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子数成正比, $R_{[HD^+]/[H_2^+]}$  是一个恒定值,与 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 无关,因此可以根据该正比关系对测量值进行等 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 线性校正。

测量中,质量数 3 与质量数 2 的峰强之比  $R_{[M3/M2]}$  可表示为:

$$\begin{aligned} R_{[M3/M2]} &= R_{[HD^+]/[H_2^+]} + R_{[H_3^+]/[H_2^+]} \\ &= R_{[HD^+]/[H_2^+]} + KI_{[H_2^+]} \end{aligned} \quad (1)$$

(1)式中  $K$  为斜率。同样测量条件下,不同的样品有不同的  $R_{[HD^+]/[H_2^+]}$  和相同的斜率  $K$ 。只要对一个样品进行不同压强进样测量,对所得数据进行线性拟合即可获得  $K$ 。实验中采用 GBW04401 号标准水共测量 8 次,对测量数据进行的线性拟合结果示于图 2。

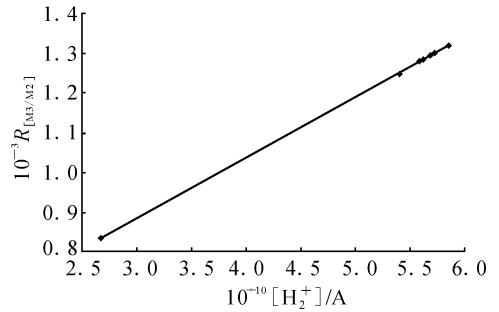


图2 GBW04401 号标准水 8 次测量值线性拟合

$R_{[M3/M2]}$  与  $[H_2^+]$  的拟合相关系数  $R^2 = 0.999\ 92$ ,可见存在线性关系,线性拟合的斜率  $K = 1.533\ 2 \times 10^6$ 。记选定的用于校正的目标 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子流强度为  $I_{[H_2^+]c}$ ,实测 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子流强度为  $I_{[H_2^+]}$ ,则按照  $I_{[H_2^+]c}$  校正后的峰强之比  $R_{[M3/M2]c}$  可计算为

$$R_{[M3/M2]c} = R_{[M3/M2]} + K \cdot (I_{[H_2^+]c} - I_{[H_2^+]}) \quad (2)$$

式(2)可将多次测量中因进样不等造成 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 的微小偏差校正到同一 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 离子流强度  $I_{[H_2^+]c}$ ,  $I_{[H_2^+]c}$  最好选定在拟合直线上有效测量数据最密集的部分,这样可以减小误差。GBW04401 号标准水 6 次测量数据的线性校正结果列于表 1。由表 1 可知选取  $I_{[H_2^+]c} = 5.69 \times 10^{-10}$  A 为 H<sub>2</sub><sup>+</sup> 的离子流强度。

**2.4.2 双标准外标氘氢丰度比差值校正系数** 对两个已知氘氢丰度比的标准水样 1 和 2,分别测量  $R_{[M3/M2]}$ ,使用式(2)进行校正。校正后的差值与实际氘氢丰度比差值之间存在系数  $K_{[D/H]}$  的关系,由式(3)表示:

$$K_{[D/H]} = \frac{R_{[D/H]B1} - R_{[D/H]B2}}{R_{[M3/M2]B1c} - R_{[M3/M2]B2c}} \quad (3)$$

分别以标准水样 GBW04401 和 GBW04403、GBW04401 和 GBW04404、GBW04402 和 GBW04404 为双标准测量差值校

正系数  $K_{[D/H]}$ , 6 次测量的数据列于表 2。表 2 数据表明, 对于同一仪器在相同测量条件下, 用外标法测量的氘氢丰度比差值校正系数是一个恒定值, 该值可用于氘氢丰度比差值校正。

**2.4.3 样品测量** 对于式(3), 任何两个样品均成立。记待测样品的实际氘氢丰度比为  $R_{[D/H]S}$ , 则待测样品与任何一个标样构成样品对均能满足式(3), 则有:

$$K_{[D/H]} = \frac{R_{[D/H]B1} - R_{[D/H]S}}{R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC}} \quad (4)$$

变换式(4)得到待测样品的氘氢丰度比  $R_{[D/H]S}$  的最终计算式:

$$R_{[D/H]S} = R_{[D/H]B1} - K_{[D/H]} (R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC}) \quad (5)$$

以 GBW04404 号标准水样为标准, 以 GBW04402 和 GBW04403 号标准水样为待测样品。各测量数据和校正数据列于表 3。数据校正到  $I_{[H_2^+]C} = 5.69 \times 10^{-10} A$ 。

表 1 GBW04401 号标准水 6 次测量的数据及线性校正

测量编号	进样压强/Pa	$I_{[H_2^+]}/A$	$R_{[M3/M2]}$	$I_{[H_2^+]C}/A$	$R_{[M3/M2]C}$
1	199	$5.6759 \times 10^{-5}$	$1.2965 \times 10^{-3}$	$5.69 \times 10^{-5}$	$1.2987 \times 10^{-3}$
2	200	$5.6859 \times 10^{-5}$	$1.2959 \times 10^{-3}$	$5.69 \times 10^{-5}$	$1.2965 \times 10^{-3}$
3	200	$5.6849 \times 10^{-5}$	$1.2981 \times 10^{-3}$	$5.69 \times 10^{-5}$	$1.2989 \times 10^{-3}$
4	200	$5.6828 \times 10^{-5}$	$1.2984 \times 10^{-3}$	$5.69 \times 10^{-5}$	$1.2995 \times 10^{-3}$
5	201	$5.6938 \times 10^{-5}$	$1.2983 \times 10^{-3}$	$5.69 \times 10^{-5}$	$1.2977 \times 10^{-3}$
6	198	$5.6180 \times 10^{-5}$	$1.2854 \times 10^{-3}$	$5.69 \times 10^{-5}$	$1.2964 \times 10^{-3}$
平均值					$1.2980 \times 10^{-3}$
相对标准偏差	0.1%				

表 2 双标准外标氘氢丰度比差值校正系数  $K_{[D/H]}$

标准 2 和标准 1	双标准测量校正值之差	双标准实际氘氢丰度比之差	差值校正系数 $K_{[D/H]}$
GBW04401 和 GBW04403	$4.92 \times 10^{-5}$	$2.94 \times 10^{-5}$	0.598
	$5.07 \times 10^{-5}$	$2.94 \times 10^{-5}$	0.580
GBW04401 和 GBW04404	$1.132 \times 10^{-4}$	$6.67 \times 10^{-5}$	0.589
	$1.139 \times 10^{-4}$	$6.67 \times 10^{-5}$	0.586
GBW04402 和 GBW04404	$9.66 \times 10^{-5}$	$5.67 \times 10^{-5}$	0.587
	$9.62 \times 10^{-5}$	$5.67 \times 10^{-5}$	0.589
平均值			0.588
相对标准偏差			1.0%

表 3 GBW04402~GBW04404 号标准水样测量数据

测量次数	GBW04402		GBW04403		GBW04404	
	$R_{[M3/M2]B2}$	$R_{[M3/M2]}$	$R_{[M3/M2]B3}$	$R_{[M3/M2]B3C}$	$R_{[M3/M2]B4}$	$R_{[M3/M2]B4C}$
1	$1.2792 \times 10^{-3}$	$1.2814 \times 10^{-3}$	$1.2407 \times 10^{-3}$	$1.2488 \times 10^{-3}$	$1.1732 \times 10^{-3}$	$1.1848 \times 10^{-3}$
2	$1.2794 \times 10^{-3}$	$1.2803 \times 10^{-3}$	$1.2394 \times 10^{-3}$	$1.2473 \times 10^{-3}$	$1.1724 \times 10^{-3}$	$1.1841 \times 10^{-3}$
平均值		$1.2808 \times 10^{-3}$		$1.2481 \times 10^{-3}$		$1.1844 \times 10^{-3}$

将表 3 的数据和系数  $K_{[D/H]}$  代入式(5), 最终计算的数据列于表 4。由表 4 可见, 采用双标准外标法测量国家标准水样品的结果与标准值的偏差为  $\pm 0.1\%$ , 对于低分辨的气体质谱计, 结果的准确度达到了比较理想的状态。

**2.4.4 不确定度评估** 由式(5)可知, 不确定度的主要来源有 3 个方面: (1) 测量数据线性校正后的相对标准偏差  $\mu_s$ ; (2) 氘氢丰度比差值校正

**表 4 GBW04402、GBW04403 号标准水  
氘氢丰度比测量数据**

样品编号	GBW04402	GBW04403
氘氢测量计算值 $R_{[D/H]S}$	$1.456 \times 10^{-4}$	$1.264 \times 10^{-4}$
国家标准值 $R_{[D/H]}$	$1.457 \times 10^{-4}$	$1.263 \times 10^{-4}$
相对偏差	$-0.1\%$	$0.1\%$

系数不确定度  $\mu_{K[D/H]}$ ; (3) 国家标准水样定值的不确定度  $\mu_t$ 。由近似表达为  $(HD/H_2)/2$  带来的不确定度在  $10^{-4}$  量级, 可以忽略。其中  $\mu_s$  为  $0.1\%$ ;  $\mu_{K[D/H]}$  由式(4)和多次测量的 A 类不确定度  $\mu_{K[D/H]A}$  ( $1.0\%$ ) 合成;  $\mu_t$  为  $0.1\%$ 。取  $R_{[D/H]B1} = 1.557 \times 10^{-4}$ ,  $R_{[D/H]B2} = 8.90 \times 10^{-5}$ ,  $R_{[M3/M2]B1C} = 1.2980 \times 10^{-3}$ ,  $R_{[M3/M2]B2C} = 1.1844 \times 10^{-3}$ ,  $R_{[M3/M2]SC} = 1.2808 \times 10^{-3}$ ,  $K_{[D/H]} = 0.588$ 。据不确定度合成规范<sup>[18]</sup>, 最终计算出合成相对标准不确定度  $\mu$  为  $0.8\%$ 。其计算式为(6)式; 对于式(5)中  $K_{[D/H]} (R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC})$  部分的不确定度  $\mu_1$ , 计算公式为(7)式; 最终氘氢比测量的不确定度  $\mu$  的计算式为(8)式)。

$$\mu_{K[D/H]} = \sqrt{\left[ \left( \frac{R_{[D/H]B1}}{R_{[D/H]B1} - R_{[D/H]B2}} \right)^2 + \left( \frac{R_{[D/H]B2}}{R_{[D/H]B1} - R_{[D/H]B2}} \right)^2 \right] \mu_t^2 + \left[ \left( \frac{R_{[M3/M2]B1C}}{R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]B2C}} \right)^2 + \left( \frac{R_{[M3/M2]B2C}}{R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]B2C}} \right)^2 \right] \mu_s^2 + \mu_{K[D/H]A}^2} \quad (6)$$

$$\mu_1 = \sqrt{\left[ \left( \frac{R_{[M3/M2]B1C}}{R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC}} \right)^2 + \left( \frac{R_{[M3/M2]SC}}{R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC}} \right)^2 \right] \mu_s^2 + \mu_{K[D/H]A}^2} \quad (7)$$

$$\mu = \sqrt{\left[ \left( \frac{R_{[D/H]B1}}{R_{[D/H]B1} - K_{[D/H]} (R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC})} \right)^2 + \left( \frac{K_{[D/H]} (R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC})}{R_{[D/H]B1} - K_{[D/H]} (R_{[M3/M2]B1C} - R_{[M3/M2]SC})} \right)^2 \right] \mu_t^2} \quad (8)$$

### 3 结 论

探索了降低电子轰击能量, 取消电子准直磁铁, 降低电子密度, 降低进样压强三种方法, 以降低  $H_3^+$  的产生。通过等  $H_2^+$  线性校正测量值的方法实现了样品在多次测量过程中等  $H_2^+$  校正。在线性校正的基础上利用双标准外标了氘氢丰度比差值系数, 利用该系数对两个国家一级标准水样进行了测量, 结果与国家标准值偏差  $\pm 0.1\%$ , 最终评估不确定度为  $0.8\%$ 。本工作研究的天然水平氘氢丰度比测量方法适用于低分辨气体质谱计。

### 参考文献:

[1] NORU KUSAKABE, HIROAKI SATO, SET-SUYA NAKADA, et al. Water Contents and Hydrogen Isotopic Ratios of Rocks and Minerals From the 1991 Eruption of Unzen Volcano [J].

Journal of Volcanology and geothermal Research, 1999, 89: 231-242.  
 [2] 顾燕峰, 高峰, 蔡迎春. 高浓重水的落滴法分析探讨[J]. 化学工程师, 2000, 2: 66.  
 [3] 李桂花, 郑彦巍. 红外光谱法测定中等浓度重水[J]. 同位素, 1993, 6(3): 168-171.  
 [4] GEORGE F, SHIPMA N. Gas-Solid Chromatography of Mixtures of Hydrogen Isotopes[J]. J Anal Chem, 1962, 34(7).  
 [5] HUNT PP, SMITH HA. The Separation of Hydrogen, Deuterium and Hydrogen Deuteride Mixtures by Gas Chromatography[J]. J Phys Chem, 1961, 65: 87-89.  
 [6] PAOLO Iecchi, FRED P, ABRAMS ON. An Innovative Method for Measuring Hydrogen and Deuterium: Chemical Reaction Interface Mass Spectrometry With Nitrogen Reactant Gas [J]. J Am Soc Mass Spectrom, 2000, 11: 400-406.  
 [7] JESSICA, HOPPLE, JANET, et al. Comparison

- of Two Stable Hydrogen Isotope-ratio Measurement Techniques on Antarctic Surface-water and Ice Samples [J]. *Chemical Geology*, 1998, 152: 321-323.
- [8] TORSTEN W, VENNEMA NN, ONEIL JR. Hydrogen Isotope Exchange Reactions Between Hydrous Minerals and Molecular Hydrogen: I: a New Approach for the Determination of Hydrogen Isotope Fractionation at Moderate Temperatures [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1996, 60(13): 2 437-2 451.
- [9] 张榕森, 倪葆龄, 黄春辉, 等. 我国珠穆朗玛峰高海拔地区冰雪水中氢氧同位素分析[J]. *北京大学学报: 自然科学版*, 1979, 15(3): 70-80.
- [10] 李立武, 杜晓宁. 重水的氢同位素组成分析[J]. *质谱学报*, 2005, 10(增刊): 59-60.
- [11] 蒋昌勇, 陈静, 曹小华. 氘氚比 CH/CD 的四极质谱计测量[J]. *原子能科学技术*, 2002, 07, 36(4/5): 462-465.
- [12] GBW04401~GBW04404, 氢氧同位素标准水[S]// 国家技术监督局. 1988.05.
- [13] 金德秋, 周锡煌, 倪葆龄. 氢氧同位素标准水样的研制[J]. *计量学报*, 1991, 12(2): 85-91.
- [14] 金德秋, 张中起. 锌还原-封管法用于微量水中氢同位素的质谱分析[J]. *北京大学学报: 自然科学版*, 1988, 24(6): 665-671.
- [15] 金德秋, 王正新. 镁-铂还原法分析微量水中氢的同位素[J]. *北京大学学报: 自然科学版*, 1985, 21(1): 42-46.
- [16] 张海路, 喻祯静, 李庆松, 等. 氘化锂氘丰度质谱分析技术研究[J]. *质谱学报*, 2001, 22(1): 25-31.
- [17] 实用化学手册编写组. 实用化学手册[M]. 北京: 科学出版社, 2001.
- [18] 叶德培. 测量不确定度[M]. 北京: 国防工业出版社, 1996: 22-24.

## 专利简讯:

### 一种阀式放射源屏蔽装置

【公开日】2007.01.31 【分类号】G21F5/02

【公开号】CN1905080 【申请日】2005.07.29

【申请号】200510083497.9 【申请人】清华同方威视技术股份有限公司;清华大学

一种阀式放射源屏蔽装置, 涉及核辐射防护及核应用技术领域。本发明装置包括阀体和阀芯。其结构特点是, 所述阀体中嵌接屏蔽体, 屏蔽体中可放入射线源并使射线源的射线束沿屏蔽体中所设通孔射出。所述阀芯与通孔垂直设置在阀体内, 阀芯上设有与通孔轴线方向相同的射线束通道。阀芯的一端与设置在阀体内的压缩机构连接, 阀芯的另一端与设置在阀体外的推力机构连接。当射线源非工作状态时, 在压缩机构的作用下阀芯遮挡通孔使射线源封闭。当射线源工作状态时, 在推力机构的作用下阀芯的通道正对通孔使射线源开启。同现有技术相比, 本发明具有结构简单、体积小巧的特点, 能实现屏蔽装置的标准化和参数化, 并利用标准的外部结构满足多源体集成的要求。