

Nukleáris berendezés kőzetminták berillium tartalmának gyors meghatározására

DÉR ISTVÁN

Az ismertetett berillium meghatározó berendezés kőzetminták mérésére készült. Sugárforrása 1,5 Ci-s Sb_{124} . A neutronok detektálása, amelyek a ${}^9\text{Be}(\gamma, n){}^8\text{Be}$ magreakció során képződnek, BF_3 számlálócsővel történik. A neutron lassító közeg parafin.

Egy mérés ideje durván porított mintán 3 perc. A berillium kimutathatóság alsó határa néhány ppm a forrás erősségétől függően.

A készülékkel a hagyományos elemzési módszerekhez képest igen nagy számú minta rendkívül gyors elemzése végezhető el. Az elemzés a mintában kémiai változást nem okoz.

A berendezés tereplaboratóriumban is használható, megfelelő feszültségforrás esetén.

Описываемая аппаратура для определения бериллия предназначена для анализа образцов горных пород. Источником излучения служит изотоп Sb_{124} 1,5 кюри. Нейтроны, образующиеся в процессе ядерной реакции ${}^9\text{Be}(\delta, n){}^8\text{Be}$, обнаруживаются счетчиком BF_3 . Среда замедления нейтронов представлена парафином.

Продолжительность одного анализа грубо распыленного образца составляет 3 мин. Нижняя граница выделяемости бериллия, в зависимости от интенсивности источника, не превышает несколько ppm.

Аппаратура позволяет исключительно быстро проанализировать очень большое число образцов, по сравнению с классическими методами. Анализ не вызывает химических изменений в образцах.

При наличии соответствующего источника напряжения аппаратура может применяться и в полевых лабораториях.

Die hier beschriebene Vorrichtung zur Bestimmung des Berylliumgehaltes wurde für Untersuchung von Gesteinsproben entwickelt. Als Strahlenquelle dient ein Sb_{124} Isotop von 1,5 Ci. Der Nachweis der sich im Prozesse der ${}^9\text{Be}(\gamma, n){}^8\text{Be}$ Kernreaktion entstehenden Neutronen geschieht mit Hilfe eines BF_3 Zahlrohres. Das Neutronenbremsungsmittel ist Paraffin.

Die Dauer einer Messung an grob zerpulverten Proben ist 3 Min. Die untere Grenze der Nachweisbarkeit des Berylliums – von der Intensität der Strahlenquelle abhängig – beträgt einige ppm.

Im Vergleich mit den traditionellen Methoden ermöglicht die Vorrichtung eine sehr grosse Anzahl von Proben ausserordentlich schnell zu analysieren. Die Analyse ruft keine chemische Änderungen in der Probe hervor.

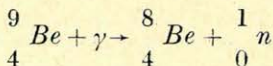
An Hand geeigneter Spannungsquelle kann die Vorrichtung auch in Feldlaboratorien verwendet werden.

Az utóbbi évek műszaki fejlődése számos olyan elem kutatását tette szükségessé, amely csak kis mennyiségben fordul elő a litoszférában. Ezek közé a „ritka” elemek közé tartozik a berillium is.

Világviszonylatban az az irányzat, hogy a kis kiterjedésű, gazdag berillium tartalmú pegmatitos telepek helyett alacsonyabb fémtartalmú, de nagykiterjedésű és szabályos településű érceket tárjanak fel.

Alábbiakban olyan műszer kerül ismertetésre, melynél a kimutatható berillium mennyiség alsó határa néhány g/t BeO .

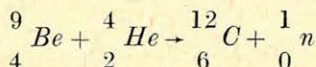
A berillium műszeres meghatározásának alapját a



magreakció képezi. A keletkező neutron fluxus sűrűsége arányos a berillium mennyiségével. A (γ, n) reakció a *Be*-ra szigorúan jellemző, mert amíg a legtöbb elemnél a neutron kötési energiája a magban 8 MeV körül van, a *Be*-nél ez az energia $1,67 \text{ MeV}$. Ha tehát a *Be*-ot $1,67 \text{ MeV}$ -es γ fotonokkal bombázzuk, neutront szabadíthatunk ki a magból.

A (γ, n) reakció hatáskeresztmetszete a *Be*-ra nézve 1 millibarn nagyságrendű. A keletkező neutronok átlag energiája 24 KeV .

Számba jöhet még a



reakció is, azonban különböző megfontolások alapján földtani minták *Be* tartalmának meghatározásához célszerűbbnek láttuk a (γ, n) magreakciót.

Sugárforrásként *Sb* – 124 -et alkalmaztunk. Felezési ideje 60 nap. Gamma-sugárzásának energiája: $0,6 - 2,3 \text{ MeV}$. Uralkodó energia: $1,69 \text{ MeV}$. (76%).

A (γ, n) reakciónál a magból kiszabaduló neutronok száma 1 Ci -s gamma forrás, $1 \text{ g } 1\%$ *Be*-t tartalmazó anyag és $0,04 \pi$ térszögű besugárzás esetén.

$$1,001 \frac{6,02 \cdot 10^{23}}{9,02} \cdot 10^{-27} \cdot 0,01 \cdot 3,7 \cdot 10^{10} = 247 \text{ neut/sec}$$

2% -os detektálási határfokot feltételezve a várható számlálási szint 5 imp/sec .

Méréseinknél használt forrás kezdeti aktivitása $1,5 \text{ Ci}$ volt. Bár a nyert neutron fluxus arányos a forrás erősségével, sugárvédelmi okokból $1 - 2 \text{ Ci}$ -nél erősebb forrás alkalmazása nem célszerű. Az alkalmazott *CHMO* – 5 számláló csövek $100 - 200 \text{ mCi}$ -s forrás és $2,5 \text{ cm}$ ólom árnyékolás esetén gyakorlatilag érzéketlenek a gammasugárzásra.

A sugárforrás 2 db egymás fölé helyezett, 5 mm átmérőjű, 25 mm hosszú *Sb* rúd.

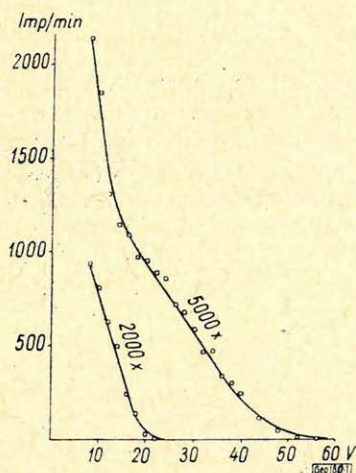
A megfelelő neutron detektor kiválasztása céljából több számlálócső fajtát kipróbáltunk. Legjobbnak az *CHMO* – 5 típusú, B^{10} izotóppal dúsított BF_3 -al töltött lassú neutron számlálócső bizonyult. A ${}^9\text{Be} (\gamma, n) {}^8\text{Be}$ reakció eredményeként képződött 24 KeV -es neutronokat parafin réteg segítségével fékeztek le. A cső belsejében a ${}^{10}\text{B}/n, \alpha$ ${}^7\text{Li}$ reakció termeli a töltött alfa részecskéket és az erősen ionizáló *Li*-ot, amely lehetővé teszi a beeső neutronok detektálását.

A detektálás határfokának növelésére csőköteg került alkalmazásra. A mérés alapján 4 -nél több csőből álló csőkoszorú már nem hoz lényeges impulzus-szám emelkedést. Tekintve, hogy a *CHMO* – 5 -ös csövek kimenő jele csupán néhány *mV*, megfelelő erősítés alkalmazása szükséges. A különböző zavaró impulzusok távoltartása az erősítőtől hálózati stabilizátorral, sárgaréz árnyékoló hálózattal, gondosan árnyékolt jelszállító kábellel sikerült. A detektor csövek tápfeszültségét 3 Kv -os stabilizált tápegység biztosította. A megfelelően erősített és diszkriminátoron átvezetett jeleket egy három dekádos számláló berendezéssel észleltük.

A mérések 5000 -szeres erősítéssel, 7 V diszkriminációs feszültség mellett történtek. Ez elég volt a gamma sugárzásból eredő impulzusok kiküszöbölésére.

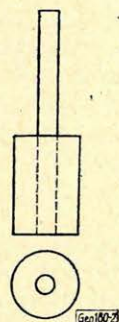
2000 -szeres erősítés mellett $20 - 25 \text{ V}$ diszkriminációs feszültség már a neutronokból eredő impulzusokat is kiszűrte. 5000 -szeres erősítés esetén ez a szint 50 V volt (*1. ábra*).

A vizsgálandó mintát tartalmazó edények alakját az a követelmény szabta meg, hogy a minta minél közelebb legyen a sugárforráshoz és minél nagyobb tömegét érje gamma fluxus. A kísérletek szerint a forrás körül körkörös elhelyezett minta a legkedvezőbb a gamma fluxus szempontjából (2. ábra). A mintatartó sugár irányúnövelése lényegesen nagyobb neutron szám emelkedéssel jár, mint a tartónak a sugárra merőleges irányú növelése. A tartó vezetését 1 mm falvastagságú vascső biztosítja. Elég erős sugárforrás esetén a tartó anyagának neutron, ill. gamma abszorpciós hatása elhanyagolható.



1. ábra. A neutron számlálás változása a diszkriminációs feszültség függvényében
 Фиг. 1. Вариации] счета нейтронов [в зависимости от напряжения дискриминации

Abb. 1. Variation der Neutronenzählung in der Funktion der Diskriminationsspannung



2. ábra. A mintatartó

Фиг. 2. Контейнер для образцов

Abb. 2. Probenhalter

A legcélszerűbb geometriai elrendezéshez meghatároztuk a neutron lassító parafin réteg vastagságát, a forrás és a detektor egymástól való távolságának hatását és a mintatartó legjobb elhelyezését.

A kísérlet során a $Sb - Be$ neutronforrás és a számlálóső közé parafin táblákat helyeztünk. A növekvő parafin réteggel a számlálóső egyre távolabb került a neutronforrástól. Ennek ellenére kezdetben az impulzus-szám nőtt, 2,5 cm parafin rétegnél elérte a maximumot, majd fokozatosan csökkent (3. ábra).

Sugárvédelmi okokból a berendezést két részre osztottuk. Az egyik egységet az erősítő és kijelző rész képezte a nagyfeszültségű tápegységgel. Ezt a mérő helységben helyeztük el. A másik egységet, amely a sugárforrást, a mintatartót és a számláló csöveket tartalmazta, mélyebb szinten állítottuk fel (4. ábra).

A készülék érzékenysége az alábbi összefüggéssel jellemezhető:

$$N = \frac{C \cdot P}{K},$$

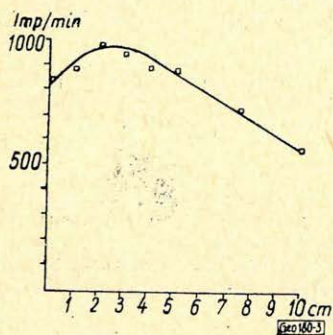
N – a számlálás értéke a Be-ra nézve a (gamma, n) reakcióból eredően (imp/min)

P – a berillium tartalom (g/t)

C – a forrás aktivitása (mCi)

K – a készüléket jellemző koeficiens

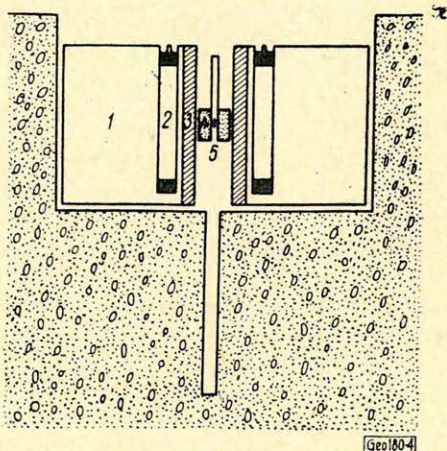
A Be tartalom, illetve a minta mennyiségi növelését geometriai okok korlátozzák. A forrás aktivitása sugárvédelmi és detektorvédelmi okok miatt nem növelhető tetszőlegesen.



3. ábra. A neutron számlálás változása a parafin vastagság függvényében

Фиг. 3. Вариации счета нейтронов в зависимости от толщины парафина

Abb. 3. Variation der Neutronenzählung in der Funktion der Paraffindicke



4. ábra. A berendezés besugárzó részének vázlatos rajza

Фиг. 4. Схема облучателя аппаратуры

1. парафин, 2. счетчик BF_3 , 3. свинец, 4. анализируемый образец, 5. источник излучения

Abb. 4. Schematische Skizze des Bestrahlers der Vorrichtung

- | | |
|-------------------------|--------------------------------|
| 1. parafin, | 1. Paraffin, |
| 2. BF_3 számlálócső, | 2. Zählrohr BF_3 , |
| 3. ólom, | 3. Blei, |
| 4. a vizsgálandó minta, | 4. Die zu analysierende Probe, |
| 5. sugárforrás | 5. Strahlenquelle |

Az ismertetett berillométer K értéke 330. Tehát egy 40 mCi -s forrás és 50 ppm Be tartalmú minta esetén a számlálás értéke: 6,06 imp/min .

Mivel a készülék háttere 4–6 imp/min . 50 ppm Be tartalmat a készülék 12 imp/min -al jelez. A fentiekből az is kiderül, hogy pl. 1000 mCi -s forrás alkalmazása esetén 50 g/t Be tartalom kb. 150 imp/min számlálási értékkel jelentkezik. Ebben az esetben viszont a kimutathatósági határ 50 g/t helyett 2 g/t lesz.

A méréshez 150–200 g durván porított kőzet szükséges. Az anyag egy része lehet darabos is. A szemnagyságnak a mérésre nincs jelentős hatása. A vizsgálat a mintában kémiai változást nem okoz, roncsolásmentes. A mintában esetleg jelenlevő magas neutron befogási hatáskeresztmetszetű elemek befoghatják a neutronok egy részét. Ilyen zavaró hatású lehet a Gd , B , Li stb. Egyes adatok szerint pl. 1–2% B a számlálási szintet néhány %-kal csökkenti.

Az előkészített közetanyag elemzése 3–6 perc alatt elvégezhető. Alacsony (50 g/t) *Be* tartalmú minták esetén a statisztikus hiba csökkentése miatt a mérési időt ajánlatos hosszabbra venni.

A berendezés kiválóan alkalmas nagy számú minta gyors elemzésére. A mérés ekkor két lépésben történik. Először 3 perces besugárzással végigmérjük a mintasorozatot. A háttérsugárzás kétszeresét meghaladó értéket mutató mintákat újra mérjük. Súlymérést csak a második sorozat mintáin kell végezni.

A készülék egyszerű átrendezéssel alkalmassá tehető arra, hogy nagyobb közetdarabokat, fűrőmagokat stb. szabálytalan geometriai körülmények között minőségileg elemezzük. Ilyenkor a minta előkészítése nem igényel külön műveletet. Természetesen a *Be* tartalmú mintákon utána a mennyiségi mérést is el kell végezni.

Az ismertetett vizsgálati módszert a színképelemzéssel összehasonlítva a következőket állapíthatjuk meg: kb. 40 elemre végzett színkép vizsgálatnál a *Be* kimutathatóságának alsó határa kb. 0,1% a *Be* magas gerjedési hőfoka miatt. A 8–10 elemre végzett különleges elemzésnél ez a határ 1–2 g/t. A színképelemzésnél a minta előkészítése sokkal munka- és időigényesebb. A durva porítás után 2 órás finom porítás szükséges. Bár a színképelemzéshez jóval kevesebb anyag kell, ez azzal a hátránnyal jár, hogy különösen nem homogén *Be* tartalmú mintáknál a vizsgálat kevésbé jellemző értéket adhat. A mérés kiértékelése a berillométernél lényegesen könnyebb.

Megjegyezzük, hogy a készülék tereplaboratóriumban is használható.

IRODALOM

- S. H. U. Bowie* – *H. Bisby* – *K. C. Burke* – *F. H. Hale*: Electronics Instruments for Detecting and Assaying Beryllium Ores. *Rans. Inst. Mining Met.* 69. 1960. 345–359.
- G. M. Brownell*: A Beryllium Detector for Field Exploration. *Econ. Geol.* 54. 1959. 1103–1114.
- T. Cantwell* – *H. E. Hawkes* – *N. C. Rasmussen*: Nuclear Detector for Beryllium Minerals. *Mining Engineering* 1959. Sept. 938–940.
- P. Dumesnil*: Detection du béryllium par une réaction (γ, n) *Industrie Atomiques* 11/12. 1961. 67–71.
- A. M. Gaulin* – *I. H. Pannell*: Determination of Beryllium by Photodisintegration. *Anal. Chem.* 23. No. 9. 1951. 1261–1265.
- R. Gold*: Beryllium-Hazard Detection Using Polonium – 210 Alphas. *Nucleonics* 15. No. 11. 1957. 114–118.
- H. B. Mezsiborszkaja*: Radioaktivnij metod opredelenija Berillija v mineralnom sirje i produktah hidrometallurgii. *Zsurn. Anal. Himii.* 15. 1960. 281–286.
- I. N. Plakszin* – *M. A. Beljakov* – *N. G. Maliscseva* – *L. P. Sztracsik*: Primenenije jadernoj reakcii (γ, n) dlja opredelenija berillija v rasztovorah i tverdoj faze sziszpenzii. *Dokl. Akad. Nauk. CCCR* 141. 1961.
- W. W. Vaughn* – *E. E. Wilson* – *I. M. Ohm*: A Field Instrument for Quantitative Determination of Beryllium by Activation Analysis. *Geol. Survey Circular* 427. 1960. 1–9.