

К-211

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна



13 - 3486

С.А. Карамян, Я. Шукуров

АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВ
С ПОМОЩЬЮ УСКОРЕННЫХ ТЯЖЕЛЫХ ИОНОВ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ

1967.

13 - 3486

5350/3 нр.

С.А. Карамян, Я. Шукуров

АКТИВАЦИОННЫЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВ
С ПОМОЩЬЮ УСКОРЕННЫХ ТЯЖЕЛЫХ ИОНОВ

Направлено в ЛЭ

Объединенный институт
ядерных исследований
БИБЛИОТЕКА

В последнее время ядерно-физические методы вещественного анализа получают все более широкое распространение в промышленности. Это связано с быстрым ростом потребности разных отраслей промышленности и техники в существовании экспрессных, точных и надежных методов анализа, кроме того, ядерно-физические методы анализа в большинстве случаев по своим характеристикам существенно превосходят другие ранее развитые методы элементного анализа веществ (оптические, химические и др.).

Успешно применяется в настоящее время для разных целей нейтронный активационный анализ, который, обладая широкими возможностями в связи с его высокой чувствительностью, получил значительное распространение на основе созданных в настоящее время реакторов и нейтронных генераторов /1/.

Однако имеющиеся трудности в идентификации того или иного радиоизотопа по энергии γ -лучей, низкие сечения захвата нейтронов для ряда элементов, неудобные для обсчета периоды полураспада наведенных радиоактивностей приводят в ряде случаев к невозможности анализа образцов на содержание некоторых элементов, либо к существенному ухудшению экспрессности и надежности анализа этим методом.

Применение пучков легких заряженных частиц (протонов, дейтронов, α -частиц и ионов He^3) /2,3,4/, получаемых на ускорителях, в настоящее время несколько расширяет возможности активационного метода анализа, не претендуя, однако, на успешное преодоление всех трудностей, возникающих

при использовании нейтронно-активационного метода. Совершенно новое направление в анализе элементов открывается при активации ядер тяжелыми ионами.

Настоящая работа была предпринята с целью разработки метода активационного анализа, который заключается в использовании α -активности, наведенной в веществе, при облучении его пучком тяжелых заряженных частиц, ускоренных на циклотроне.

Характерной особенностью применения тяжелых ионов является то обстоятельство, что для ряда тяжелых элементов, начиная с редких земель, при облучении тяжелыми ионами возникают радиоизотопы, испытывающие α -распад, причём энергия испускаемых α -частиц строго индивидуальна для каждого радиоизотопа.

Эффективная (100%) регистрация α -частиц полупроводниковыми детекторами и чрезвычайно высокое энергетическое разрешение последних дает возможность получить хорошую чувствительность и стопроцентную избирательность анализа.

Для экспериментальной проверки указанного метода были проведены опыты по разработке активационного анализа руд на содержание свинца с помощью ускоренных изъём углерода-12.

Выбор свинца для анализа объясняется чрезвычайной трудностью определения этого элемента нейтронным активационным методом. Действительно, сечения активации изотопов свинца по реакции (n, γ) на тепловых нейтронах составляют лишь единицы мбарн, а при взаимодействии быстрых нейтронов с ядрами свинца образуются продукты с близкими ядерными характеристиками, идентификация которых почти невозможна. Поэтому в настоящее время нет надёжного ядерно-физического метода анализа на содержание этого элемента. Причём, другие (не ядерно-физические) методы анализа не дают для свинца хороших результатов.

Опыты проводились на циклотроне тяжелых ионов Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ У-150 на выведенном пучке ионов C_{+4}^{12} с энергией ≈ 80 Мэв.

Из минералов, подвергавшихся анализу, приготавливались мишени, которые в дальнейшем облучались на циклотроне. При этом использовался метод нанесения взвеси тонко размельченного минерала в ацетоне с небольшим количеством нитроцеллюлозы на алюминиевую фольгу (толщиной 7 мк) с дальнейшим высушиванием и прокаливанием при температуре $\approx 300^\circ C$ для удале-

ния пикроклетчатки. Необходимый для приготовления мишени тонкий порошок-пудра данного минерала (размер частиц 0,5–2 мк) получался тщательным размельчением значительного количества минерала в агатовой ступке.

Этот метод исключал возможность обогащения или обеднения свинцом вещества, нанесенного на мишень, по сравнению с исходным веществом. Мишени изготавливались толщиной $2 \frac{\text{мг}}{\text{см}^2}$.

Конструкция камеры, в которой производилось облучение мишеней и сбор α -радиоактивных продуктов ядерных реакций методом, описанным в работе /6/, показана на рис. 1.

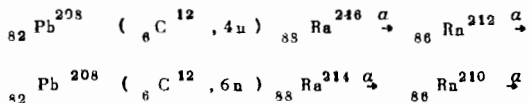
Ядра отдачи, возникающие при взаимодействии ядер мишени и налетающих частиц, выбивались из мишени в объем, наполненный газом (аргоном) при давлении $\approx 0,2$ атм. Толщина мишени ($2 \frac{\text{мг}}{\text{см}^2}$) значительно превышала величину пробега ядер отдачи, возникавших при слиянии ядер свинца и углерода, поэтому возможные неоднородности толщины мишени не оказывали существенного влияния на количество ядер продуктов реакции слияния ядер свинца и углерода, выбитых в газовый объем, которое в данном случае зависело только от потока ионов углерода через мишень и концентрации атомов свинца в веществе мишени.

Разумеется, значительные неоднородности мишеней и сильное различие в средней толщине разных мишеней были недопустимы в связи с изменением выхода радиоактивных продуктов из-за зависимости сечения образования данного продукта от энергии налетающих частиц.

Ядра отдачи, выбитые из мишени, тормозились в газе и осаждались на стенки газового объема. Сборник (алюминиевая фольга, покрывающая внутренние стенки газового объема) после окончания облучения вынимался и помещался в специальную камеру с полупроводниковым детектором для счёта наведенной α -радиоактивности.

В связи с тем, что α -радиоактивные ядра располагались на поверхности сборника чрезвычайно тонким слоем, возможно было обеспечить высокую геометрическую эффективность счёта ($\approx 30\%$ от 2π) без ухудшения энергетического разрешения, которое определялось разрешением детектора. В опытах использовался кремниевый поверхностно-барьерный детектор рабочей площадью $1,5 \text{ см}^2$, имеющий энергетическое разрешение 30 кэВ для α -линий Am^{241} и Cm^{244} .

В описываемых опытах количество свинца в образцах определялось по интенсивности α -линий Rn^{212} ($E_{\alpha} = 6,26$ Мэв, $T_{1/2} = 23$ мин) и Rn^{210} ($E_{\alpha} = 6,04$ Мэв, $T_{1/2} = 2,7$ час) /7/ в α -спектрах, получаемых с полупроводникового детектора. Радиоизотопы Rn^{212} и Rn^{210} образовывались в результате α -распада короткоживущих ядер Ra^{216} и Ra^{214} , синтезируемых при полном слиянии ядер свинца и углерода.

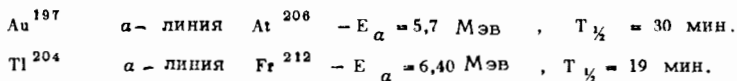


Абсолютные и относительные интенсивности α -линий в наблюдаемых спектрах существенно зависят от временного режима накопления и счёта активности. Время накопления выбиралось равным одному часу, обсчёт сборника начинался через 20 минут после окончания облучения и длился 40 минут. В случае нарушения данного временного режима вводились соответствующие поправки с учётом периодов полураспада α -излучателей.

При облучении мишеней, приготовленных из проб полиметаллических руд Кавказа с известным содержанием свинца, была получена калибровочная прямая зависимости интенсивности счёта α -частиц при заданных условиях опыта от процентного содержания свинца в данных пробах (рис. 2).

Тот факт, что точки этой зависимости хорошо легли на прямую, служит подтверждением количественной корректности эксперимента и свидетельствует о возможности достижения высокой точности анализа этим методом.

В описываемых опытах свинец идентифицировался со стопроцентной избирательностью. Под действием ионов углерода с энергией 80 Мэв α -радиоактивные продукты даёт не только свинец, но и другие элементы с $Z > 77$, а также некоторые редкоземельные элементы, например Pt и Nd. Каждому из этих элементов при анализе будет соответствовать в α -спектре своя характерная α -линия, например:



Разрешение существующих α -детекторов достаточно для дискретного выделения каждой из этих линий.

По интенсивности возникающих линий можно определять количественно содержание элементов в образце.

Чувствительность того или иного активационного метода определяется уровнем фона, имевшегося в опыте, и абсолютной величиной счёта, набираемого за время эксперимента. Фон, наблюдавшийся в настоящем опыте, находился на уровне 10^{-5} весового процента. Он определялся α -радиоактивными загрязнениями полупроводникового детектора и камеры, в которой этот детектор помещался, а также загрязнениями свинцом подложки мишеней и других поверхностей, находившихся под пучком. Поэтому предел чувствительности анализа определялся низким уровнем α -активности на сборнике при малых концентрациях свинца в мишени и имел величину 10^{-3} - 10^{-4} весового процента при интенсивности пучка 1-2 мка^{1/8/}.

Таким образом, на примере свинца экспериментально показана возможность проведения анализа руд и минералов на содержание малых количеств (до 10^{-3} - 10^{-4} весовых процента) того или иного элемента с помощью активации вещества пучком тяжелых ионов и регистрации наведенной α -радиоактивности.

Применяя более тяжелые частицы (O^{16} , Ne^{20} и Ar^{40}) и усовершенствовав методику для регистрации более короткоживущих α -радиоактивных изотопов, можно значительно расширить область применения этого метода для анализа на содержании любых элементов с атомным номером, более высоким, чем 50-55.

Преимущества этого метода анализа перед другими существующими методами заключаются в следующем:

1. Применимость для анализа на содержание тех элементов, для которых неприменим или затруднен нейтронный, фотоактивационный и другие методы анализа.

2. Стопроцентная избирательность к выбранному для анализа элементу и независимость от элементного состава анализируемого вещества.

3. Возможность одновременно определить содержание в веществе сразу нескольких элементов, каждый из которых дает α -радиоактивность под действием пучка тяжелых ионов.

4. Высокая экспрессность при высокой чувствительности анализа.

5. Простота обработки экспериментальных данных для получения процентного содержания того или иного элемента в веществе.

В заключение авторы выражают благодарность проф. Г.Н.Флерову за постоянное внимание к данной работе и А.Г.Пилькову за помощь в изготовлении камеры для анализа.

Л и т е р а т у р а

1. Д. Тейлор. Нейтронное излучение и активационный анализ. Атомиздат. Москва, 1965.
2. F.Girardi. *Talanta*, 12, p.1017-1041 (1965).
3. А.А. Смейлс. В сб. "Анализ следов элементов". ИЛ, М., 1961, стр. 498-510.
4. S.Markowitz, J.Mahony. *Anal.Chem.*, 34, 329 (1962).
5. В.Мейнке и др. В сб. "Анализ следов элементов", ИЛ, М., 1961, стр. 569-588.
6. Е.Д. Донец, В.А. Шеголев, В.А. Ермаков. АЭ, 16, 195 (1964).
7. Б.С. Джелепов, Л.К. Пекер. Схемы распада радиоактивных ядер. Изд. АН СССР, 1958.
8. К.А. Гаврилов, Ю.С. Короткин, Я. Шукуров. Препринт ОИЯИ, 13-3380, Дубна, 1967.

Рукопись поступила в издательский отдел
21 августа 1967 г.

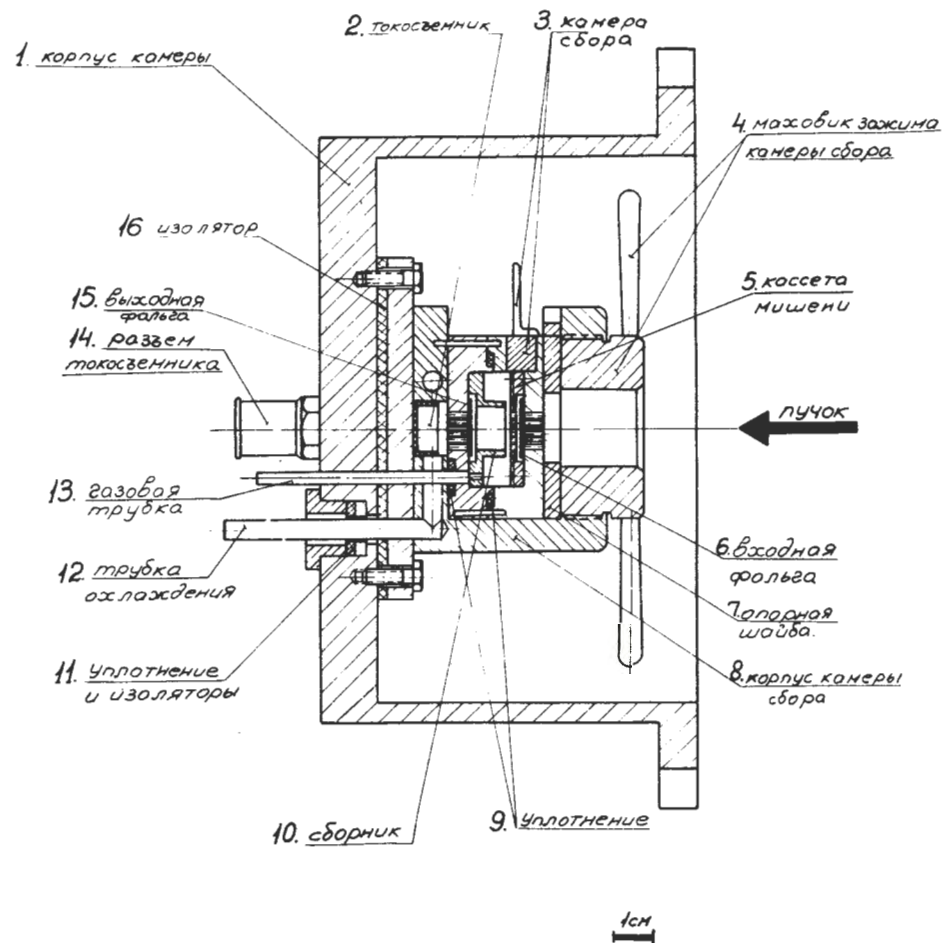


Рис. 1 Конструкция камеры для активации мишеней и сбора радиоактивных продуктов ядерных реакций: 1-корпус камеры, 2-токосъемник, 3-камера сбора, 4-маховик зажима камеры сбора, 5-кассета мишени, 6-входная фольга, 7-опорная шайба, 8-корпус камеры сбора, 9-уплотнение, 10-сборник, 11-уплотнение и изоляторы, 12-трубка охлаждения, 13-газовая трубка, 14-разъем токосъемника, 15-выходная фольга, 16-изолятор.

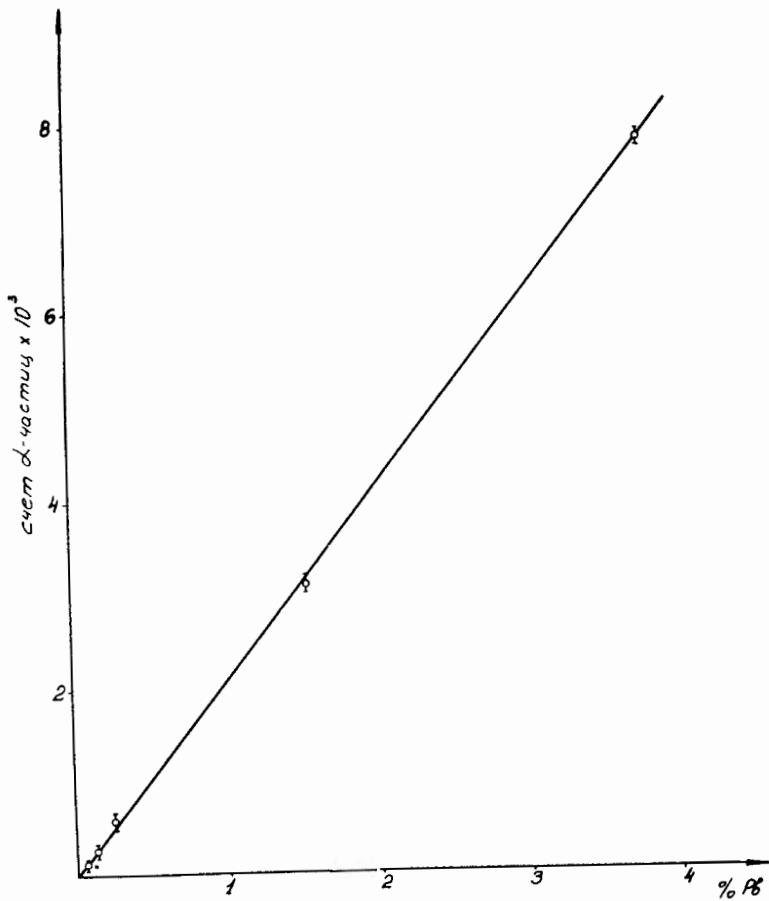


Рис.2 Калибровочный график зависимости α -счета от процентного содержания свинца.