

e
f

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

5177 / 2-81

19/x-81

18-81-505

Д.Рубио

КОЛЬЦЕВОЙ ИСТОЧНИК ^{71}Ge
ДЛЯ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

Направлено в журнал "Заводская лаборатория"

1981

При рентгенофлуоресцентном анализе /РФА/ элементов от Cr до Ni с использованием изотопных источников для возбуждения характеристического излучения выгодно применять источники с энергиями излучения E_1 , близкими к энергии края поглощения Ni /8,3 кэВ/. Источник ^{71}Ge с энергией $E_1 = 9,3$ кэВ удовлетворяет указанному требованию ^{1/}. Этот источник также успешно может применяться для РФА более легких элементов (Al ÷ V). При анализе элементов от Al до K для уменьшения поглощения низкоэнергетического характеристического излучения этих элементов в воздухе объем между источником возбуждения, пробой и окном детектора заполняется гелием ^{2/} или в нем создается вакуум /0,1 мм рт.ст./ ^{1/}.

В данной работе был изготовлен и испытан кольцевой источник /КИ/ ^{71}Ge и система "КИ ^{71}Ge - проба" с протоком гелия.

КОЛЬЦЕВОЙ ИСТОЧНИК ^{71}Ge

Радиоизотопы ^{71}Ge с периодом полураспада $T_{1/2} = 11,3$ дней получались по реакции $^{70}_{32}\text{Ge}(n, \gamma)^{71}_{32}\text{Ge}$ при 40-часовом облучении германия на алюминиевых кольцевых подложках потоком тепловых нейтронов интенсивностью $f \approx 10^{13}$ н/см²с.

Германиевые мишени в виде колец /рис. 1/ изготавливались как из порошка чистого металлического германия /вес 0,5 г/, так и из двуокиси германия /0,72 г/. Подложка и фольги для покрытия мишеней были из чистого алюминия.

При облучении германиевых мишеней тепловыми нейтронами кроме ^{71}Ge образуются и другие радиоактивные изотопы. Среди них наибольшие периоды полураспада имеют ^{75}Ge / $T_{1/2} = 82,8$ мин/ и ^{77}Ge / $T_{1/2} = 11,3$ ч/. Десять дней спустя после облучения активность ^{71}Ge в кольцевом источнике составила = 41 мКи, при этом ^{75}Ge не было обнаружено, а активность ^{77}Ge составила $\approx 3 \cdot 10^{-7}$ мКи. ^{77}Ge при распаде переходит в ^{77}As , который имеет период полураспада $T_{1/2} = 38$ часов и гамма-выход на 100 распадов примерно на два порядка меньше, чем ^{77}Ge ^{3/}. Так как детекторы характеристического излучения, как правило, мало эффективны к высоким энергиям, активность ^{77}Ge и ^{77}As в мишени практически не влияет на уровень фона рентгенофлуоресцентной установки.

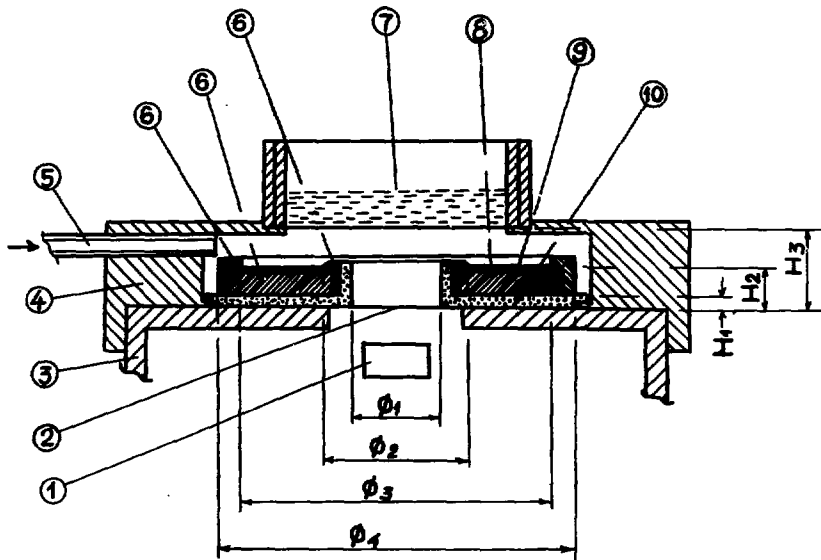


Рис. 1. Схема КИ ^{71}Ge и система "КИ-проба" с гелиевой атмосферой. 1 - $\text{Si}(\text{Li})$ -детектор, 2 - бериллиевое окно, 3 - корпус детектора, 4 - держатель из оргстекла, 5 - капилляр с внутренним диаметром 1 мм для подачи гелия в проточный объем, 6 - корпус КИ из чистого алюминия, 7 - кювета для пробы из оргстекла размерами $\delta = 20 \times 10$ мм, 8 - источник ^{71}Ge , 9 - алюминиевая фольга для покрытия ^{71}Ge , 10 - основание и коллиматор из свинца. $\Phi_1 = 8$ мм, $\Phi_2 = 13$ мм, $\Phi_3 = 28$ мм, $\Phi_4 = 31$ мм; $H_1 = 1$ мм, $H_2 = 3,5$ мм, $H_3 = 6,5$ мм.

СИСТЕМА "КИ ^{71}Ge -ПРОБА"

В работе использовался $\text{Si}(\text{Li})$ -детектор с бериллиевым входным окном толщиной ≈ 36 мкм. КИ ^{71}Ge с алюминиевым корпусом помещался в систему "источник-проба" с гелиевой атмосферой /рис. 1/. Система состояла из основания и коллиматора из свинца, держателя пробы из оргстекла, кюветы для пробы с лавсановым дном толщиной 3,5 мкм, трех капилляров для постоянной подачи гелия в проточный объем между источником, пробой и бериллиевым окном. Гелий подавался в систему при давлении, близком к атмосферному, и его расход составлял ≈ 8 л/ч.

Для измерения спектров характеристического излучения использовался 800-канальный анализатор фирмы "NOKIA" PL-4840. Для сравнения были использованы пять источников ^{55}Fe / $E_{\gamma} = 5,9$ кэВ / общей активностью 10 мКи и пять источников ^{109}Cd / $E_{\gamma} = 22,5$ кэВ / такой же активности.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Сравнить КИ ^{71}Ge , приготовленные из чистого металлического германия и из двуокиси германия, можно по спектрам характеристического излучения металлического кремния /рис. 2/. Видно, что спектры практически идентичны и любой из источников можно использовать для РФА. На этом же рисунке приведены спектры кремния при возбуждении его характеристического излучения источниками ^{109}Cd и ^{55}Fe . Количество импульсов в пике кремния при возбуждении ^{71}Ge в 2 раза больше, чем при возбуждении источником ^{109}Cd , и в 3 раза меньше, чем при возбуждении ^{55}Fe . Фон от ^{109}Cd в рабочей области $1 \div 8,5$ кэВ в $3 \div 4$ раза больше, чем от ^{71}Ge и ^{55}Fe . Видно, что в области энергии $5,4(\text{Cr}) \div 7,5(\text{Ni})$ кэВ выгоднее использовать КИ ^{71}Ge , а в области $1,5(\text{Al}) \div 5,4(\text{Cr})$ кэВ - источники ^{55}Fe , но также можно применять КИ ^{71}Ge .

На рис. 3а показаны результаты измерений спектров характеристического излучения Al, Si и S /в геологическом образце/ в гелиевой и воздушной атмосфере. При использовании поддува гелия количество импульсов в пиках Al, Si и S увеличивается в 2,4; 2 и 1,3 раза соответственно.

На рис. 3б показаны пики Ni, измеренные при возбуждении ^{71}Ge и ^{109}Cd . Видно, что чувствительность анализа Ni лучше при использовании ^{71}Ge , чем при использовании ^{109}Cd .

Кривые порогов чувствительности /по критерию $3\sqrt{I_{\text{фон}}}$ /, полученные при анализе элементов в легкой матрице, приведены на рис. 4. Заметим, что при 10-минутном измерении и использовании КИ ^{71}Ge для Ni и Co получена чувствительность 0,0006 и 0,0008% соответственно. Также видно, что использование гелиевой атмосферы позволяет несколько улучшить чувствительность анализа для Si + K.

КИ ^{71}Ge может быть использован в течение 20-30 дней. Это время можно удлинить, увеличивая диаметр коллиматора системы держателя источника и пробы по мере уменьшения активности источника ^{1/4}.

КИ ^{71}Ge также можно изготавливать из уже активированного материала после облучения германия в реакторе. Это дает возможность увеличить поверхность источника и подобрать оптимальный диаметр коллиматора. Кроме того, это позволяет уменьшить тре-

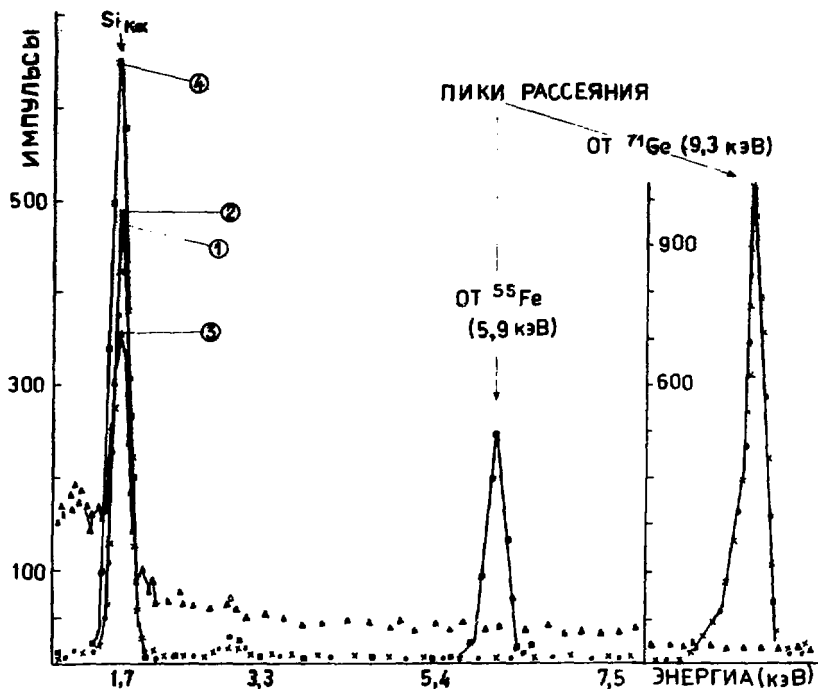


Рис.2. Спектры характеристического излучения металлического кремния, снятые с использованием различных источников: 1 - КИ ^{71}Ge из GeO_2 - ● ● ● / время измерения - 10 мин/, 2 - КИ ^{71}Ge из порошка металлического германия - x x x / время измерения - 10 мин/, 3 - источник ^{109}Cd - ▲ ▲ ▲ / время измерения - 10 мин/, 4 - источник ^{55}Fe - ■ ■ ■ / время измерения - 5 мин/.

бования к чистоте алюминия в конструкции или использовать другие материалы для ее изготовления - оргстекло, свинец, цирконий, лавсан и т.д.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан кольцевой источник ^{71}Ge для РФА на основе металлического германия или его двуокиси.

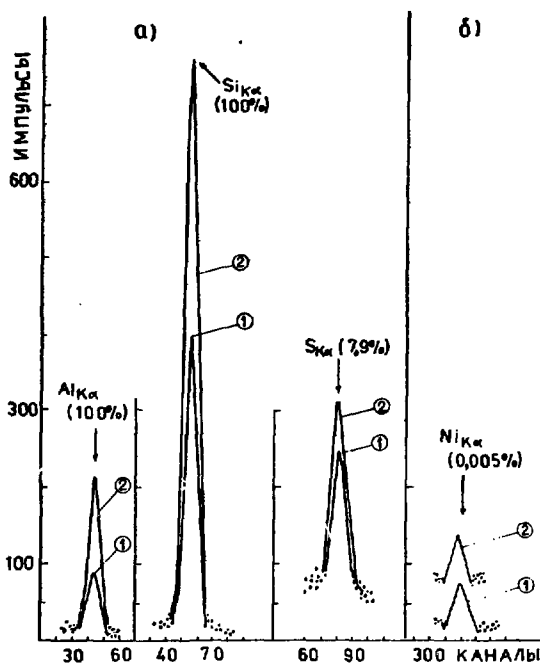


Рис.3. Пики в спектрах, полученных в различных условиях. а/ Пики K_{α} -линии алюминия, кремния и серы измерены при возбуждении характеристического излучения кольцевым источником ^{71}Ge : 1 - в воздушной атмосфере, 2 - в гелиевой атмосфере; б/ пики K_{α} -линии никеля измерены: 1 - при возбуждении характеристического излучения КИ ^{71}Ge и 2 - ^{109}Cd . Время измерения - 10 мин.

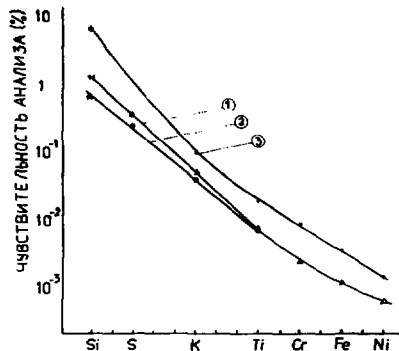


Рис.4. Кривые чувствительности анализа элементов в легкой матрице / * - металлический Si /, полученные в различных условиях: 1 - КИ ^{71}Ge /воздушная атмосфера/- $\Delta \Delta \Delta$; 2 - КИ ^{71}Ge /гелиевая атмосфера/- $\circ \circ \circ$; 3 - ^{109}Cd /воздушная атмосфера/- $\bullet \bullet \bullet$.

2. Предложена система "КИ ^{71}Ge -проба" с гелиевой атмосферой.

3. Достигнута чувствительность анализа для Ni и Co 0,0006 и 0,0008% соответственно при 10-минутном измерении.

4. Чувствительность анализа элементов в области энергии 5,4(Cr) ÷ 7,5(Ni) кэВ при использовании КИ ^{71}Ge лучше, чем с источниками ^{109}Cd .

Автор глубоко признателен Г.Н.Флерову за постановку задачи, Ю.С.Замятину за постоянный интерес к работе, обсуждение результатов и ценные замечания, Ю.П.Гангрскому и Ю.Г.Тетереву за оказанную помощь.

ЛИТЕРАТУРА

1. Kuchelida D., Stein H.J., Schult O.W.B. Ber. Kernforschungsanlage. Jülich, 1976, No.1369.
2. Вольдсет Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения. Атомиздат, М., 1977.
3. Гусев Н.Г., Дмитриев П.П. Квантовое излучение радиоактивных нуклидов. Атомиздат, М., 1977.
4. Рубио Д., Журавлева Е.П. ОИЯИ, 18-12854, Дубна, 1979.

Рукопись поступила в издательский отдел
22 июля 1981 года.