

С 341.1Г
4-147

28/v

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

P-2739



Р. Цалетка, Я. Врзал

ИЗМЕРЕНИЕ СМЕСИ ^{95}Zr И ^{95}Nb
С ПОМОЩЬЮ Ge(Li) -ДЕТЕКТОРОВ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ РЕАКЦИЙ

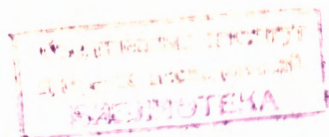
1966

P-2730

УД 88/1, цф.

Р. Цалетка, Я. Врзал

ИЗМЕРЕНИЕ СМЕСИ ^{90}Zr И ^{95}Nb
С ПОМОЩЬЮ Ge(Li) -ДЕТЕКТОРОВ



Изотоп ^{95}Zr распадается с периодом полураспада 65 дней на два изомера ^{95}Nb , причем в 2% случаев образуется метастабильный изотоп ^{95m}Nb ($T_{1/2} = 3,75$ дней), который дальше распадается на ^{95}Nb ($T_{1/2} = 35$ дней). 98% ^{95}Zr переходит непосредственно в ^{95}Nb . Несмотря на относительно длинный период полураспада ^{95}Zr , спустя уже несколько дней после его очистки нельзя пренебрегать наличием дочерней активности в препаратах циркония. В связи с тем, что изотоп ^{95}Zr является наиболее распространенным индикатором в радиохимических исследованиях по химии циркония, к настоящему времени существует большое количество работ, посвященных проблеме быстрой и удобной очистки ^{95}Zr от дочерней активности.

Наряду с химическими методами очистки ^{95}Zr от ^{95}Nb существуют и радиометрические способы определения этих двух изотопов в смеси без их предварительного разделения. В литературе описанные способы основаны на разности в периодах полураспада материнского и дочернего изотопов и на разности в энергиях β -распадов.

На практике эти способы, однако, не получили широкого распространения ввиду их сложности, малой точности и необходимости большой затраты времени.

Гамма-спектрометры с $\text{NaJ}(\text{Tl})$ кристаллом для анализа смеси ^{95}Zr и ^{95}Nb не применялись ввиду того, что их разрешающая способность колеблется от 6 до 8%. Эта величина на много превышает разницу приводимых в литературе энергий γ -переходов ^{95}Zr (0,726 и 0,780 Мэв) и ^{95}Nb (0,770 Мэв)^{1/}, в результате чего образуется один суммарный фотопик их смеси. В литературе описан только один способ анализа состава смеси ^{95}Zr и ^{95}Nb с использованием γ -спектрометра, состоящего из $\text{NaJ}(\text{Tl})$ кристалла и 512-канального анализатора^{2/}, но и он не позволяет проводить анализ с удовлетворительной точностью. Ошибка определения зависит от относительного содержания ^{95}Nb в смеси и составляет больше 50%, если содержание ^{95}Nb меньше 20%.

Однако с появлением полупроводниковых детекторов для регистрации γ -излучения возникла возможность определения ^{95}Zr в присутствии ^{95}Nb с высокой точностью, так как разрешающая способность Ge(Li) -детекторов в области 1 Мэв достигает 4 кэв и меньше ^{/3/}. Применение таких детекторов при химических исследованиях по химии циркония и ниобия представляется весьма интересным, так как позволяет не только обходиться без предварительной очистки ^{95}Zr от дочернего изотопа ^{95}Nb , но одновременно позволяет следить за поведением двух разных элементов.

В течение 1965 года нами был разработан метод определения ^{95}Zr и ^{95}Nb при их совместном присутствии с использованием Ge(Li) -детектора и многоканального амплитудного анализатора и также уточнены некоторые физические константы этих двух изотопов.

Экспериментальная часть

1) Аппаратура и источники

В наших измерениях использовался γ -спектрометр с полупроводниковым Ge(Li) детектором и 2048-канальным амплитудным анализатором. Детектор был изготовлен в Институте ядерных исследований, Ржеж (ЧССР) и его чувствительный объем был $1,8\text{ см}^2 \times 0,8\text{ см}$. Эффективность детектора в области 750 кэв составляла 0,15% и разрешающая способность при энергии 1332 кэв (^{60}Co)-4 кэв.

В качестве источников служили промышленные препараты ^{95}Zr и ^{95}Nb в шавелево-кислом растворе. Перед их применением проводилась радиохимическая очистка. Цирконий (после добавления носителя) очищался двукратным осаждением в виде BaZrF_6 и мицелята циркония; для очистки ниобия использовалась экстракция хлороформенным раствором N -бензоилфенилгидроксиламина и после реэкстракции осаждение ниобиевой кислоты из концентрированной HNO_3 при нагревании. Как показали дальнейшие измерения, радиохимическая чистота препаратов была удовлетворительной.

2) Расчет относительного содержания ^{95}Zr и ^{95}Nb в смеси

На рис. 1 представлены спектры чистых препаратов ^{95}Zr и ^{95}Nb . В общем случае можно предположить, что γ -спектр их смеси состоит из трех пиков N_1 , N_2 и N_3 (см. рис. 2). Тогда площади под отдельными фотопиками можно обозначить через N_{11} , N_{22} , N_{33} и площади спектра, входящие в область других фотопиков, — через N_{12} , N_{13} , N_{23} и N_{32} . Далее имеем отношения:

$$\frac{N_{12}}{N_{22}} = k_{12} \quad \frac{N_{13}}{N_{33}} = k_{13} \quad (1)$$

$$\frac{N_{28}}{N_{88}} = k_{28} \quad \frac{N_{82}}{N_{22}} = k_{82} \quad (1)$$

Величины k_{ij} нетрудно определить экспериментально, и они для данной аппаратуры являются приборными постоянными. Площади пиков N_1 , N_2 и N_8 можно записать в виде:

$$\begin{aligned} N_1 &= N_{11} + N_{12} + N_{18} \\ N_2 &= N_{22} + N_{28} \\ N_8 &= N_{88} + N_{82} \end{aligned} \quad (2)$$

Подстановкой отношений (1) в уравнение (2) и их решением по N_{11} , N_{22} и N_{88} получим уравнения:

$$\begin{aligned} N_{11} &= \frac{N_1(1 - k_{28}k_{82}) - N_2(k_{12} - k_{18}k_{82}) - N_8(k_{18} - k_{12}k_{28})}{1 - k_{28}k_{82}} \\ N_{22} &= \frac{N_2 - N_8k_{28}}{1 - k_{28}k_{82}} \\ N_{88} &= \frac{N_8 - N_2k_{82}}{1 - k_{28}k_{82}} \end{aligned} \quad (3)$$

В дальнейшем фотопики N_{11} и N_{22} отождествлены с γ -переходами 724 и 756 кэВ ^{95}Zr соответственно и фотопик N_{88} - с γ -переходом 765 кэВ ^{95}Nb (х).

Отношение интенсивностей γ -линий ^{95}Zr равно:

$$K = \frac{N_{11} \eta_{28}}{N_{22} \eta_{18}} \quad (4)$$

где η_{18} , η_{28} - эффективности прибора при соответствующих энергиях в отношении к энергии 765 кэВ ^{95}Nb .

Отношение ^{95}Zr и ^{95}Nb в смеси можно рассчитать из соотношения (5)

$$P = \frac{N_{11} \eta_{28} + N_{22} \eta_{18}}{N_{88} \eta_{18} \eta_{28}} \quad (5)$$

Подставляя (3) и (4) в (5), получаем для P выражение

$$P = \frac{(N_2 - k_{28}N_8)(K + 1)}{\eta_{28}(N_8 - k_{28}N_2)} \quad (6)$$

х) Здесь и дальше приведены нами найденные значения энергий γ -переходов (см. табл. 1, рис. 1).

и относительная погрешность P равна

$$\delta P = \frac{\sqrt{N_2 + \sqrt{k_{23} N_3}}}{N_2 - k_{23} N_3} + \frac{\sqrt{N_3 + \sqrt{k_{32} N_2}}}{N_3 - k_{32} N_2} + \delta \eta_{23} + \frac{K}{K+1} \delta K.$$

При расчетах относительного содержания ^{95}Zr и ^{95}Nb необходимо учитывать, что на долю γ -переходов ^{95}Zr с энергиями 724 и 756 кэВ приходится только 98% общей активности, в результате чего P в уравнениях (5) и (6) необходимо умножить на коэффициент 1/0,98.

Ввиду небольшой разницы между энергиями отдельных γ -переходов ^{95}Zr и ^{95}Nb можно без особых погрешностей принять, что форма соответствующих фотопиков одинакова. Тогда величины k_{ij} нетрудно определить из спектра чистого ^{95}Nb . Для удобства ширина пиков N_i была выбрана так, чтобы она соответствовала двукратному значению их полуширины.

Результаты и обсуждения

1) Энергия γ -переходов ^{95}Zr и ^{95}Nb . На рис. 2 показаны спектры чистых препаратов ^{95}Zr (а) и ^{95}Nb (б). Нами проводились измерения энергии отдельных γ -линий ^{95}Zr и ^{95}Nb , причем в качестве калибровочных источников использовались препараты ^{137}Cs и ^{60}Co . Полученные результаты приведены в таблице 1.

2) Измерение относительных интенсивностей γ -переходов

Нами было замечено, что приводимые в литературе данные относительно интенсивностей γ -переходов 724 и 756 кэВ в спектре ^{95}Zr (см. таблицу 1) не соответствуют нашим наблюдениям. С целью проверки данного вопроса проводилось измерение препарата чистого ^{95}Zr . Соответствующие расчеты проводились по уравнению (4).

Для вышеописанного прибора нами были получены следующие значения k_{ij}

$$\begin{aligned} k_{12} &= 0,0364 & k_{32} &= 0,00428 \\ k_{13} &= 0,0364 & k_{23} &= 0,0502. \end{aligned}$$

Относительные эффективности:

$$\begin{aligned} \eta_{13} &= \frac{\eta_1}{\eta_3} = 1,059 & \eta_{23} &= \frac{\eta_2}{\eta_3} = 1,024 \\ \eta_{12} &= \frac{\eta_1}{\eta_2} = 1,085. \end{aligned}$$

Относительная ошибка $\delta \eta$ составляла 1,5%.

Подставляя соответствующие экспериментальные данные в уравнение (4) для K , мы получили значение $K = 0,814$ с относительной погрешностью $\delta K = 3\%$. Процентное содержание отдельных линий 724 и 756 кэв в спектре ^{95}Zr приведено в таблице 1.

Авторы выражают благодарность Я. Урбанцу, Я. Липтаку и И. Ржежанке за оказанную помощь при выполнении данной работы.

Т а б л и ц а 1

Изотоп	Литературные данные				Наши данные	
	/1/		/4/		Энергия кэв	Интенсивн. %
	Энергия (кэв)	Интенсивн. %	Энергия (кэв)	Интенс. %		
^{95}Zr	726 \pm 2	55 \pm 5	722,0 \pm 1,4	43	724 \pm 1	44 \pm 2
	760 \pm 3	43 \pm 5	754,4 \pm 1,4	54	756 \pm 1	54 \pm 2
^{95m}Nb	236	2 ^{х)}	235	2		2 ^{хх)}
^{95}Nb	770 \pm 2	100	764,0 \pm 1,4		765 \pm 1	-

х) В -2% распадах ^{95}Zr образуется метастабильный изомер ^{95m}Nb .

хх) Величина не определялась экспериментально.

В ы в о д ы

1) Доказана возможность использования Ge(Li) детекторов для совместного количественного определения ^{95}Zr и ^{95}Nb и предложены соответствующие формулы для расчета их отношения и относительной ошибки.

2) Уточнены энергии γ -переходов ^{95}Zr и ^{95}Nb .

3) Определено отношение интенсивностей γ -переходов 724 и 756 в спектре ^{95}Zr .

Л и т е р а т у р а

1. Г.М. Дрябкин, В.П. Орлов, Л.И. Русанов. Изв. АН СССР, сер. физ. 10, № 3, 354 (1955).
2. С. J. Hardy, С. E. Lyon; AERE-R 4814 (1955).
3. G. T. Ewan, A. J. Tavendale; AECL-2079 (1964).
4. P. S. Mittelman; Phys. Rev. 94, 99 (1954).

Рукопись поступила в издательский отдел
11 мая 1966 г.

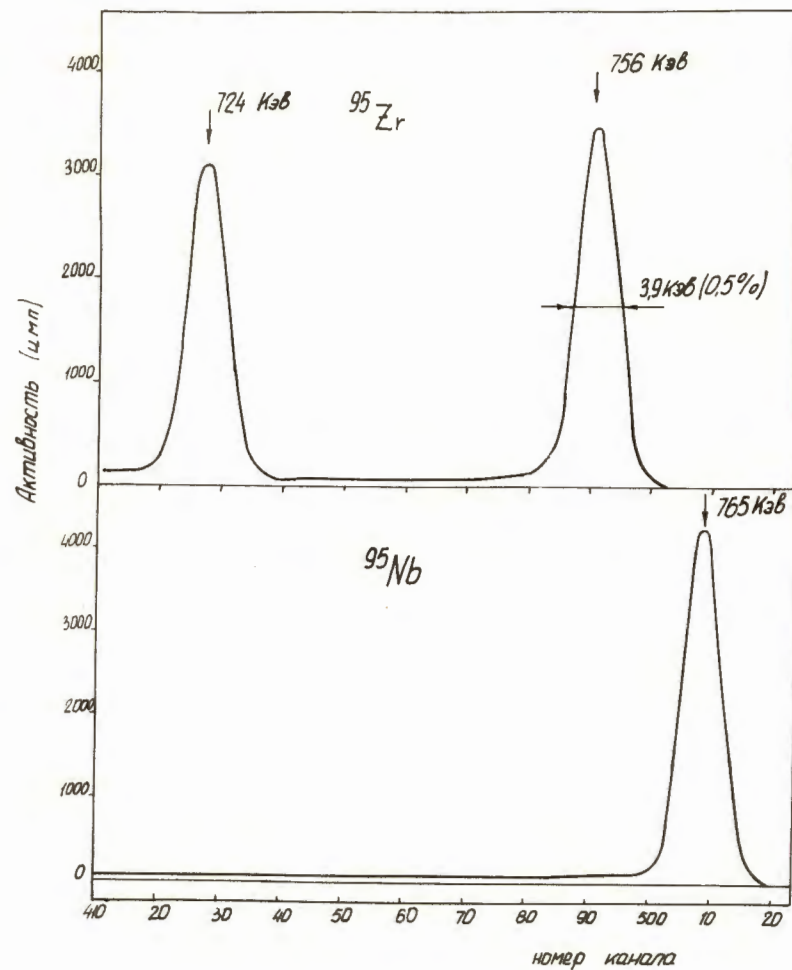


Рис. 1. γ - спектры чистых препаратов ^{95}Zr и ^{95}Nb .

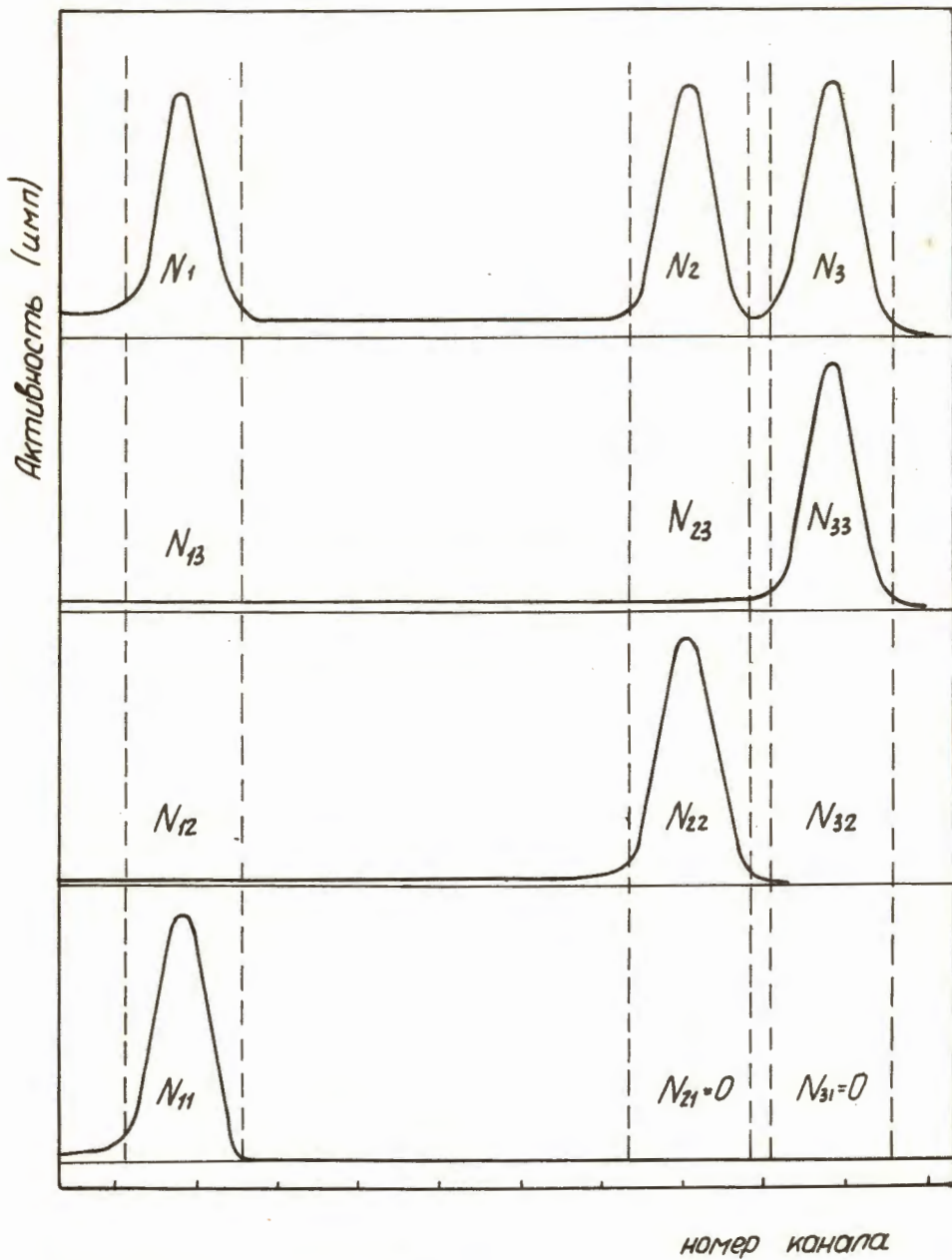


Рис. 2. Условные γ -спектры ^{95}Zr , ^{95}Nb и их смеси для расчета относительного содержания ^{95}Zr и ^{95}Nb в смеси (обозначения см. в тексте).