

## Nedeštruktívne stanovenie india v intermetalických zliatinách neutrónovou aktivačnou analýzou za použitia Po + Be neutrónového zdroja

J. TÖLGYESSY, C. P. POPOV, G. I. STEFANOV, T. T. TOMOV

*Katedra rádióchémie a radiačnej chémie Slovenskej vysokej školy technickej,  
Bratislava*

*Naučno-izšledovateľski geologičeski institut pri Glavno upravlenie po geologija  
i ochrana na zemnite nedra, Laboratorja aktivacionen analiz, Sofija*

Vypracovala sa rýchla a jednoduchá metóda na stanovenie india v intermetalických zliatinách neutrónovou aktivačnou analýzou. Aktivácia sa uskutočňovala pomocou Po + Be laboratórného neutrónového zdroja o aktivite 7 curie. Presnosť stanovenia je rovnaká ako pri bežne používaných chemických analytických metódach.

Stanovením india neutrónovou aktivačnou analýzou vo vzorkách rozličného pôvodu sa zaoberali viacerí autori (tieto práce sú súborne uvedené v monografiách [1—3], resp. v práci [4]). Na ožarovanie vzoriek sa používal väčšinou jadrový reaktor alebo Ra + Be neutrónový zdroj.

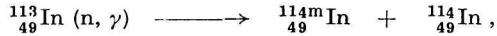
Nukleárne charakteristiky india sú uvedené v tab. 1.

Tabuľka 1  
Jadrové charakteristiky india

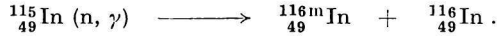
Izotop	% zastúpenie v prírodnej zmesi	Produkt aktivácie	Účinný prierez barn	Doba polovičného rozpadu	Žiarenie
$^{113}\text{In}$ ( $T > 10^{14}$ r)	4,23	$^{114\text{m}}\text{In}$	$56 \pm 12$	50 dní	$K$ (3 %) $^{114}\text{Cd}$ ; $e$ (97 %) izomérny prechod
		$^{114}\text{In}$	$2,0 \pm 0,6$	72 sekúnd	$\beta^+$ (0,65 MeV), $\beta^-$ (1,98 MeV), $\gamma$ (od 0,5 do 1,3 MeV)
$^{115}\text{In}^*$ ( $T = 6 \cdot 10^{14}$ r)	95,77	$^{116\text{m}}\text{In}$	$155 \pm 15$	54 minút	$\beta^-$ [0,6 (21 %); 0,87 (28 %); 1,00 (51 %) MeV], $\gamma$ (0,137; 0,40; 0,80; 1,09; 1,27; 1,48; 2,09 MeV)
		$^{116}\text{In}$	$52 \pm 6$	13 sekúnd	$\beta$ [2,95 MeV (100 %)]

\* Pri energii  $\sim 1,44$  eV indium má rezonančný aktivačný účinný prierez 2640 barnov [1].

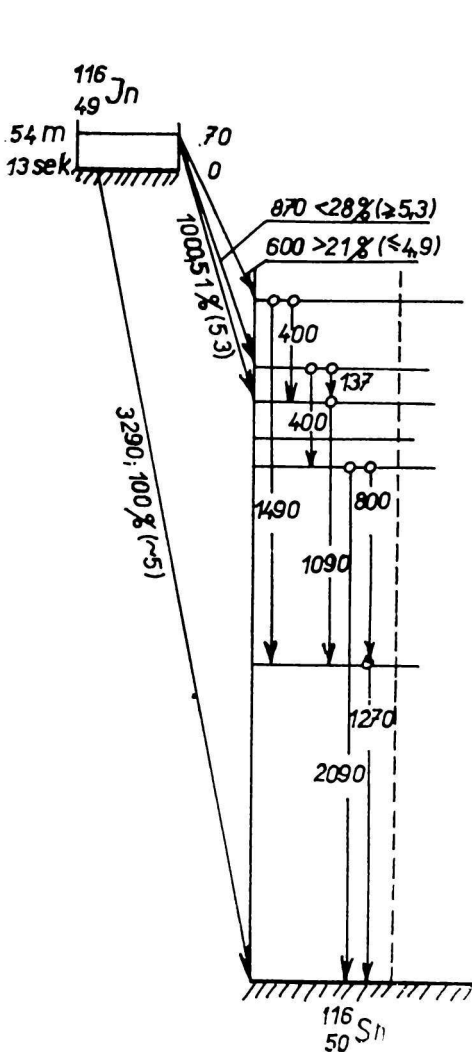
Pri ožarovaní india termickými neutrónmi prebieha reakcia



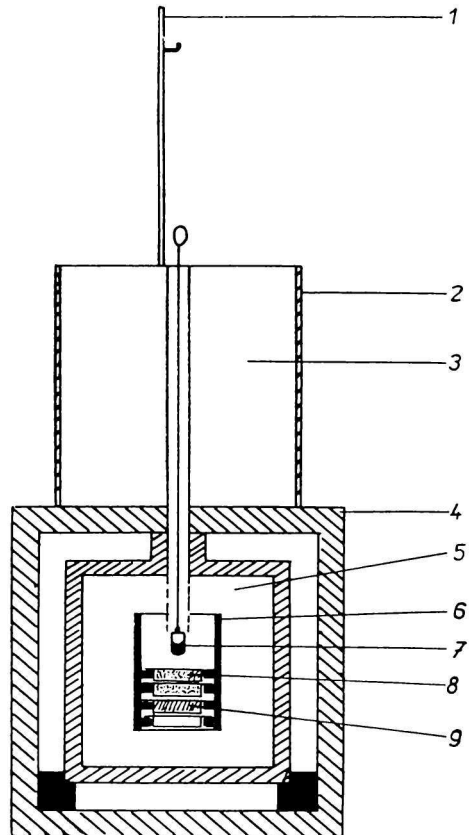
resp.



Ako vidieť z tab. 1, veľmi výhodné jadrové vlastnosti má izotop india  ${}^{116m}\text{In}$  (doba polovičného rozpadu, účinný prierez, percentuálne zastúpenie v prírodnej zmesi), v dôsledku čoho možno ho výhodne upotrebiť na stanovenie india i pri použití prírodných neutrónových zdrojov s nižšími neutrónovými tokmi. Jeho rozpadové schéma je uvedená na obr. 1 [5].



Obr. 1. Rozpadové schéma india [5].



Obr. 2. Neutrónový zdroj.

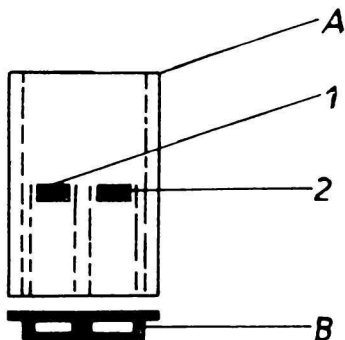
1. stojan; 2. plechová nádrž; 3. voda; 4. drevené puzdro potiahnuté kadmiovým plechom; 5. parafínový blok; 6. menší parafínový blok zasúvateľný do veľkého bloku; 7. Po + Be neutrónový zdroj; 8. parafínové doštičky; 9. držadlo vzoriek so vzorkami.

V predloženej práci sa zaoberáme vypracovaním nedeštruktívnej analytickej metódy na stanovenie india v intermetalických zliatinách.

## Experimentálna časť

### Neutrónový zdroj

Schéma laboratórneho zariadenia na ožarovanie je znázornená na obr. 2. Po + Be neutrónový zdroj (7) mal aktivitu  $Po \sim 7$  curie. Tok rýchlych neutrónov bol  $\sim 1,4 \cdot 10^7$  n/cm<sup>2</sup> . sek. Tok pomalých neutrónov (pri 45 mm hrúbke parafínu) bol rádovo  $10^3$  až  $10^4$  n/cm<sup>2</sup> . sek. Ako moderátor rýchlych neutrónov sa použil parafín. Parafínový blok (5) v drevenom puzdre o rozmeroch  $45 \times 45 \times 45$  cm sa zasúval po drážkach do veľkého dreveného puzdra o rozmeroch  $60 \times 60 \times 60$  cm, potiahnutého kadmiovým plechom (4). Na hornú stranu dreveného puzdra sa pripevnila plechová nádrž (2) o výške 42 cm, o priemere 44 cm, naplnená vodou (3), v strede s plechovou rúrkou, cez ktorú sa vpúšťal zdroj do parafínového bloku. Ak sa nepracuje, zdroj je v bezpečnostnej polohe — v plechovej nádrži s vodou. Do veľkého parafínového bloku sa zasúva menší parafínový blok (6) o rozmeroch  $30 \times 13 \times 18$  cm, v ktorom sú priehradky pre vkladanie držadla vzoriek so vzorkami (9) (obr. 3) i parafínových doštičiek (8). V menšom bloku je kruhový otvor pre zapúšťanie neutrónového zdroja z nádrže naplnenej vodou cez veľký parafínový blok do blízkosti skúmaných vzoriek.



Obr. 3. Držadlo vzoriek z plexiskla.  
A. pohľad zhora; B. rez.  
1. skúmaná vzorka; 2. štandardná vzorka, resp. druhá skúmaná vzorka.

### Zariadenie na meranie rádioaktivity

Použil sa sovietsky binárny reduktor B-2 spojený s počítačou trubicou SI-2B.

### Stanovenie optimálnej vzdialenosti pre ožarovanie

Tok termických neutrónov v rozličných miestach parafínového moderátora je rôznych. Optimálna vzdialenosť vzorky od zdroja závisí od sily zdroja, od druhu, vlastnosti, geometrického tvaru a rozmerov moderátora a od veľkosti a tvaru ožarovanej vzorky [6]. Optimálnu vzdialenosť skúmaných vzoriek od zdroja sme určili pomocou vzorky s obsahom india (vzorka 1), ktorej veľkosť približne zodpovedala veľkosti skúmaných vzoriek-

Skúmaná vzorka v držadle z plexiskla sa umiestovala do rôznych vzdialeností od zdroja, pričom priestor medzi neutrónovým zdrojom a skúmanou vzorkou bol vyplnený parafínovými doštičkami o hrúbke 0,5—1 cm. Na obr. 4 je vynesená závislosť nameranej aktivity od vzdialenosti od neutrónového zdroja (resp. hrúbky parafínovej vrstvy). Aktivita vzoriek sa merala 10 minút po skončení ožarovania, keď už vymrel krátkodobý izotop  $^{114}\text{In}$  s dobou polovičného rozpadu 72 sekúnd. Na obr. 4 vidieť, že vo vzdialenosti 45 mm od zdroja (čo je súčasne najvýhodnejšia poloha pre ožarovanie) je najväčší tok neutrónov vhodnej energie pre aktiváciu indiu.

### Pracovný postup

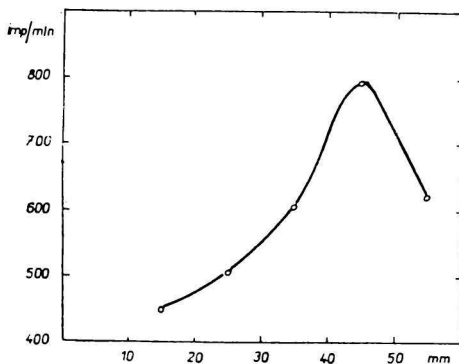
Skúmané vzorky o váhe 18—22 mg sme navážili do mištičky z plexiskla a zalial lakom. Vzorky sme vložili do držadla vzoriek z plexiskla a umiestili v parafínovom bloku vo vzdialenosti 45 mm od neutrónového zdroja. Vzorky sme ožarovali 60 minút a ich aktivitu sme zmerali 10 minút po skončení ožarovania.

### Zhotovenie kalibračnej krivky

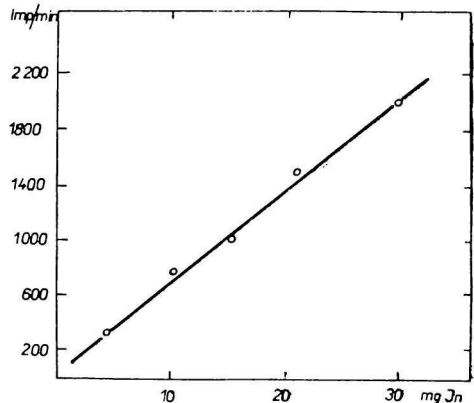
Na obr. 5 je kalibračná krivka, získaná pomocou modelových vzoriek indiu. Ako vidieť, pomocou uvedeného neutrónového zdroja možno pomerne presne stanoviť miligramové množstvá indiu. Väčšiu citlivosť možno dosiahnuť zväčšovaním toku neutrónov (použitím silnejšieho neutrónového zdroja) a zväčšovaním váhy ožarovaných vzoriek.

### Štúdium prípadného rušivého vplyvu sprievodných prvkov

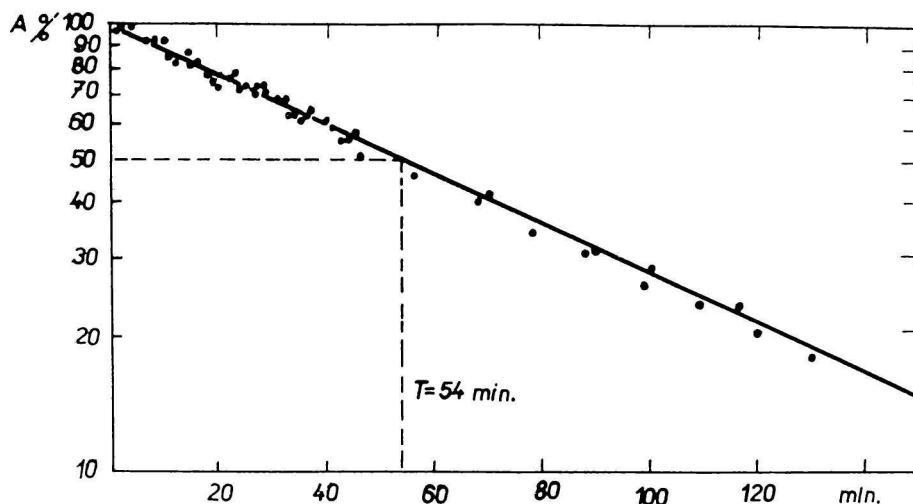
Pre jednotlivé vzorky sme zostrojili rozpadové krivky, aby sme preverili, či pri našich pokusoch sa neaktivuje  $\text{As}$  a  $\text{Sb}$ , ktoré sú prítomné v skúmaných intermetalických ziatinách. Na obr. 6 je uvedená rozpadová krivka pre vzorku 10 (InAs). Z rozpadových kriviek sme zistili iba aktivitu s  $T = 54,0$  minút, čo zodpovedá aktivite  $^{116\text{m}}\text{In}$ . Výsledky teda ukázali, že tieto prvky pri uvedených podmienkach aktivácie a merania rádioaktivity stanovenie nerušia.



Obr. 4. Určenie optimálnej vzdialenosti pre ožarovanie.



Obr. 5. Kalibračná krivka pre stanovenie indiu.



Obr. 6. Rozpadová krivka india.

### Výsledky a diskusia

Výsledky získané pri analýze štyroch vzoriek intermetalických zliatin sú v tab. 2, z ktorej vidieť, že presnosť stanovenia india použitou metódou je rovnaká ako pri bežne používaných chemických analýzach. Jej výhodou je predovšetkým jednoduchosť a rýchlosť, lebo odpadajú práčne chemické operácie, ako je rozpúšťanie vzorky a pod. Možno takto stanoviť obsah india približne do 1 mg v prítomnosti prvkov s nízkymi aktivačnými účinnými prierezmi alebo s dlhými alebo veľmi krátkymi dobami polovičných rozpadov vzniknutých rádioizotopov. Táto metóda je teda obzvlášť vhodná na stanovenie india v intermetalických zliatinách so stredným a vysokým obsahom india.

Tabuľka 2  
Stanovenie india v intermetalických zliatinách

Vzorka	Zloženie	Návažok mg	Množstvo In stanovené		Rozdiel v %
			chemickou analýzou	aktivačnou analýzou*	
10	InAs	21,72	71,81	72,76	+1,32
1	InSb	19,85	60,03	59,78	-0,42
4	InSb	19,85	81,23	81,80	+0,70
13	InSb	21,55	52,41	53,63	+2,33

\* Výsledky sú aritmetickým priemerom zo šiestich stanovení.

Výhoda použitého  $Po + Be$  laboratórneho neutrónového zdroja je v tom, že tienenie nerobí nijaké ťažkosti, keďže ide o žiarič  $\alpha$  ( $Po$ ). Takýto zdroj môžeme preto postaviť priamo v laboratóriu. Toto potom umožňuje využiť i rádioizotopy s veľmi krátkymi dobami polovičných rozpadov (rádovo niekoľko desiatok sekúnd alebo minút). Tieto zdroje majú veľký význam predovšetkým pri sériových analýzach priamo v závodoch alebo aj v teréne. Jedno stanovenie india v intermetalických zliatinách netrvá dlhšie než 1 1/2 hodiny (príprava vzorky a váženie trvá 5—10 minút, ožarovanie 60 minút, príprava vzorky na meranie, meranie rádioaktivity 12—15 minút). Pri sériových analýzach možno priemernú dobu trvania jednej analýzy skrátiť úpravou zariadenia na súčasné ožarovanie niekoľkých vzoriek. Nevýhoda týchto zdrojov je v tom, že pre ich nízke neutrónové toky vzniká merateľná aktivita iba pri prvkoch s vysokým aktivačným účinným prierezom, resp. vtedy, ak v skúmanej látke je väčšia koncentrácia stanovovaného prvku.

НЕДЕСТРУКТИВНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНДИЯ  
НЕЙТРОНОВЫМ АКТИВАЦИОННЫМ АНАЛИЗОМ  
В КАЧЕСТВЕ НЕЙТРОНОВОГО ИСТОЧНИКА  $Po + Be$   
В ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ

Ю. Тэльдеши, X. П. Попов, Г. И. Стефанов, Т. Т. Томов

Кафедра радиохимии и радиационной химии  
Словацкого политехнического института, Братислава

Научно-исследовательский геологический институт  
при Главном управлении по геологии и охране земных богатств,  
Лаборатория активационного анализа, София

Недеструктивным нейтронным активационным анализом определялся индий в интерметаллических сплавах, причем в качестве нейтронного источника применялся  $Po + Be$  при активности 7 кюри, ток термических нейтронов был порядка  $10^3$  до  $10^4$   $n/cm^2сек$ . В работе описывается конструкция прибора для облучения, определение оптимального расстояния для облучения, отрицательное действие сопровождающих элементов, результаты анализов, а также обсуждаются выгоды и невыгоды использованной методики. При анализе используется метод калибровочной кривой. Точность определения индия по этой методике является такой же, как при обычно применяемых химико-аналитических методах. Выгодой этой методики является быстрота и несложность операций. Один анализ занимает не больше, чем полтора часа. Методика очень удобна для серийных анализов на заводе или прямо при разведках.

*Preložila T. Dillingerová*

DESTRUKTIONSFREIE BESTIMMUNG  
DES INDIUMS IN INTERMETALLISCHEN LEGIERUNGEN DURCH  
DIE NEUTRONENAKTIVIERUNGSANALYSE UNTER VERWENDUNG  
DER Po + Be NEUTRONENQUELLE

J. Tölgyessy, C. P. Popov, G. I. Stefanov, T. T. Tomov

Lehrstuhl für Radiochemie und Strahlenchemie an der Slowakischen Technischen  
Hochschule, Bratislava

Naučno izsledovatelski geologiĉeski institut pri Glavno upravljenie  
po geologija i ochrana na zemnite nedra, Laboratorija aktivacionen analiz, Sofija

Es wurde Indium in intermetallischen Legierungen durch die destruktionsfreie Neutronenaktivierungsanalyse bestimmt, u. zw. unter Verwendung der Po + Be Neutronenquelle von einer Aktivität von 7 c, mit einem Fluss der thermischen Neutronen von stellenmässig  $10^3 - 10^4$  n/cm<sup>2</sup> . s. In der vorliegenden Arbeit werden die Konstruktion der Bestrahlungsanlage, die Bestimmung der optimalen Entfernung für die Bestrahlung, das Studium des störenden Einflusses von Begleitelementen und die Analyseergebnisse beschrieben, wobei über die Vor- und Nachteile der verwendeten Methode diskutiert wird. Bei der Analyse arbeitet man nach der Methode der Schwärzungskurve. Die Genauigkeit der Bestimmung des Indiums durch die verwendete Methode ist die gleiche wie bei den laufend verwendeten chemisch-analytischen Methoden. Der Vorteil dieser Methode besteht in ihrer Schnelligkeit und Einfachheit. Eine Analyse nimmt eine Zeit von nicht länger als 1½ Std. in Anspruch. Diese Methode ist für Serienanalysen direkt in Betrieben, aber auch im Terrain von Bedeutung.

*Preložil K. Ulrich*

#### LITERATÚRA

1. Koch R. C., *Activation Analysis Handbook*, 120. Academic Press, New York—London 1960.
2. Schulze W., *Neutronenaktivierung als analytischer Hilfsmittel*, 160. Enke Verlag, Stuttgart 1963.
3. Tölgyessy J., *Jadrové žiarenie v chemickej analýze*, 159. Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, Bratislava 1962.
4. Okada M., *Nature* **197**, 279 (1963).
5. Dželepov B. S., Peker L. K., *Schemy raspada radioaktivnych jađer*, 314. Izdatelstvo Akademii nauk SSSR, Moskva—Leningrad 1958.
6. Aoki F., Okada M., *Bull. Chem. Soc. Japan* **31**, 996 (1958).

Do redakcie došlo 22. 8. 1963

*Doc. inž. Juraj Tölgyessy, C. Sc., Katedra rádiochemie a radiačnej chémie SVŠT, Bratislava, Kollárovo nám. 2.*

*Christomil Petkov Popov, Georgi Ivanov Stefanov, inž. Trifon Tomov Tomov, Naučno izsledovateľski geologičeski institut pri Glavno upravlenie po geologija i ochrana na zemnite nedra, Laboratorja aktivacionen analiz, Sofija-C, bul. „G. Dimitrov“, No. 22.*