

# Детекторы нейтронов на полимерной основе, содержащие серу и фосфор

АМБАРДАНИШВИЛИ Т. С., КИКНАДЗЕ Г. И., КОЛОМИЙЦЕВ М. А., ЛЕВИН Е. А.,  
ЗАХАРИНА Т. Я., ДУНДУА В. Ю., ПАЧУЛИЯ Н. В.

УДК 539.1.074.88

Как было показано в работе [1], фенолформальдегидная резольная смола (ФФС) может использоваться для изготовления активационных детекторов нейтронов. Разработан универсальный способ внедрения нейтроночувствительных элементов в указанный полимер, обеспечивающий получение гомогенных детекторов в интервале концентраций  $10^{-2}$ — $10^{-10}$  г элемента на 1 г матрицы [2, 3].

В настоящей работе изучена возможность изготовления гомогенных детекторов с высоким удельным содержанием серы и фосфора.

Порошок нейтроночувствительного элемента с частичками размером  $\sim 50 \text{ мкм}$  смешивали с порошком активационно-чистого углерода, синтезированного пиролизом ФФС [3]. После усреднения смеси по объему добавляли 50%-ный спиртовый раствор резола. Массу, полученную после удаления спирта, растирали в порошок и просеивали через сито с отверстиями диаметром  $\sim 50 \text{ мкм}$ , а затем использовали для прессования таблеток. В результате отверждения резола, содержащегося в композиции, после термостатирования при  $100 \pm 5^\circ\text{C}$  в течение 3—4 ч таблетки приобретают высокую механическую прочность. Присутствие в смеси углеродного порошка облегчает прессование. Таким способом можно получить детекторы, содержащие до 85—90% серы, 8—10% резола и 2—3% углерода, а для фосфора — до 25% этого элемента, 60—70% полимера и 10—15% углерода. Гомогенность распределения нейтроночувствительного элемента в детекторах одной партии изучали путем анализа 15 случайно отобранных таблеток. Каждый элемент определяли двумя параллельными методами. Серу переводили в состояние сульфата путем растворения детектора в смеси брома с царской водкой. Сульфат определяли титрованием солюю свинца в присутствии дитизона и взвешиванием осадка сульфата бария. Фосфор переводили в раствор путем нагревания таблетки в дымящейся азотной кислоте с последующим определением получен-

ного ортофосфата осадка фосфоромolibдата аммония и калориметрированием продукта его восстановления гидросульфитом натрия [4]. Ошибки определения серы весовым и объемным методами не превышают  $\pm 0,5\%$ . При определении удельного содержания серы в отдельных таблетках отклонения от среднего достигают 0,9—1% (таблица). Очевидно, это обусловлено отклонением распределения серы в каком из анализируемых детекторов от гомогенного. Отклонение от среднего значения удельного содержания нейтроночувствительного элемента представляет собой суммарную величину, состоящую из ошибки метода определения элемента и отклонения от гомогенности распределения этого элемента в детекторе. Таким образом, отклонение распределения от гомогенного во всех случаях меньше 1%. Для фосфора относительная ошибка калориметрического метода  $\pm 0,5\%$ , а ошибка весового определения  $\pm 1,5\%$ . Как видно из таблицы, отклонение от гомогенности практически находится в пределах ошибок методов определения содержания серы и фосфора.

Микротвердость для серного детектора вышеприведенного состава равна  $\sim 30 \text{ кг}/\text{мм}^2$ , для фосфорного —  $\sim 80 \text{ кг}/\text{мм}^2$ .

Для повышения термостойкости изготовлены таблетки, содержащие меньшее количество серы. При 20%-ном содержании термостойкость соответствует  $150^\circ\text{C}$ , тогда как температура плавления чистой серы  $\sim 119$ — $120^\circ\text{C}$  [5].

Детектор с фосфором работоспособен до температуры  $250$ — $300^\circ\text{C}$ . Вследствие малой термостойкости детектора с элементарной серой изучена возможность наполнения ФФС термостойкими соединениями этого элемента. Для наполнения выбран сульфид железа FeS. Таблетки, содержащие FeS, подвергались пиролизу при  $800^\circ\text{C}$  в токе аргона. После термообработки эти детекторы работоспособны при  $700$ — $800^\circ\text{C}$  в течение длительного времени.

Номер таблетки	Сера в таблетках				Фосфор в таблетках			
	$C, \text{ мг}/\text{ч}$ (объемным методом)	$\Delta$	$C, \text{ мг}/\text{ч}$ (весовым методом)	$\Delta$	$C, \text{ мг}/\text{ч}$ (калориметрическим методом)	$\Delta$	$C, \text{ мг}/\text{ч}$ (весовым методом)	$\Delta$
1	871,0	0,06	872,5	0,1	241,0	0,2	245,0	1,6
2	871,0	0,06	878,5	0,8	240,5	0,0	243,0	0,8
3	877,0	0,7	863,0	1,0	237,5	1,2	240,5	0,2
4	870,0	0,1	869,0	0,3	242,0	0,6	239,5	0,7
5	872,0	0,1	873,5	0,4	240,0	0,2	240,0	0,5
6	872,0	0,1	878,0	0,7	239,5	0,4	239,5	0,7
7	875,0	0,5	878,0	0,7	239,0	0,6	239,5	0,7
8	863,0	0,9	865,0	0,6	240,0	0,2	237,0	1,7
9	869,0	0,2	869,5	0,3	241,0	0,2	244,5	1,4
10	868,0	0,3	877,0	0,6	241,5	0,4	242,0	0,4
11	879,0	0,9	873,0	0,1	242,0	0,6	240,0	0,5
12	868,0	0,3	874,0	0,3	242,5	0,8	240,5	0,2
13	863,0	0,9	864,5	0,3	239,0	0,6	244,0	1,2
14	873,0	0,6	870,5	0,1	241,5	0,4	239,0	0,9
15	866,0	0,2	869,5	0,3	240,5	0,0	243,0	0,8
Среднее	870,5	0,4	871,8	0,5	240,5	0,4	241,1	0,8

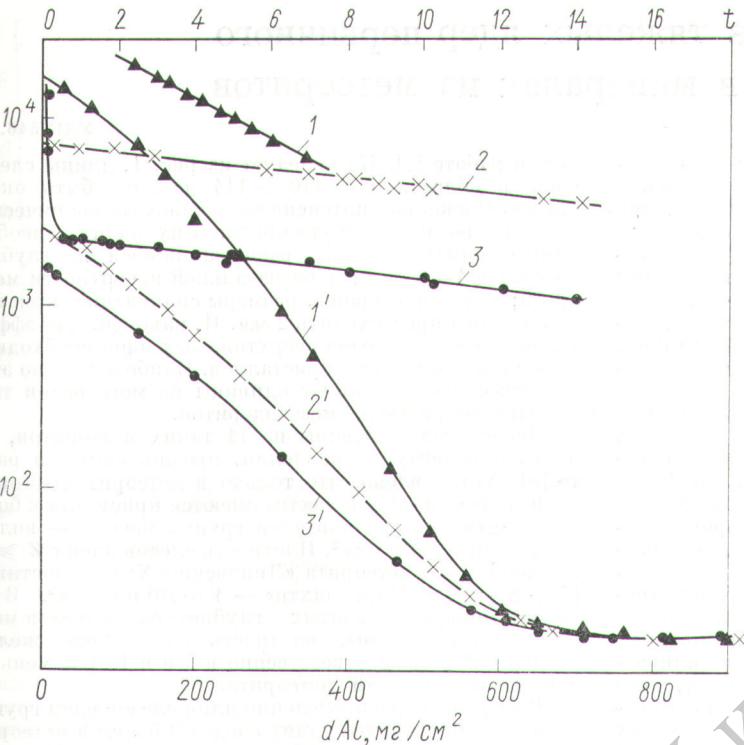


Рис. 1. Спад  $\beta$ -активности  $A$  детекторов на основе ФФС во времени и кривые поглощения  $\beta$ -частиц, испускаемые облученными детекторами в алюминии (интегральный поток нейтронов  $5 \cdot 10^{15} \text{ нейтр}/\text{см}^2$ ;  $t$  — время после облучения):

1, 2, 3 — кривые распада детекторов, содержащих фосфор, элементарную серу и сульфид железа соответственно; время распада фосфора выражено в часах; серы и сульфида железа — в сутках; 1'; 2'; 3'; — кривые поглощения  $\beta$ -частиц в алюминии для тех же детекторов.

Атомная  
Энергия

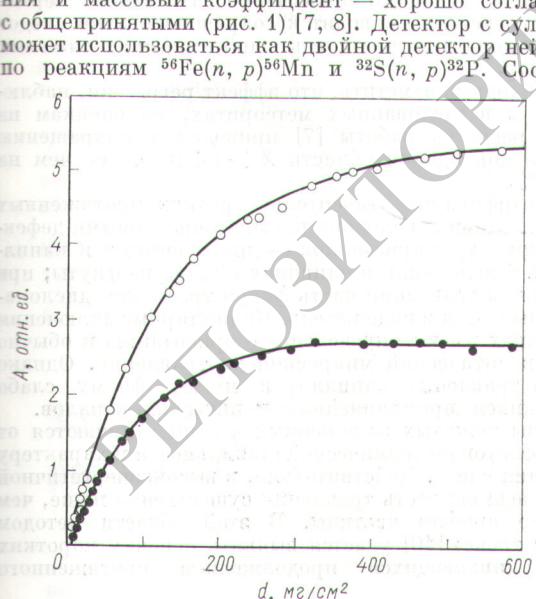


Рис. 2. Зависимость эффективности регистрации  $\beta$ -частиц  $^{31}\text{Si}$  (●) и  $^{32}\text{P}$  (○) от толщины детекторов  $d$  ( $A$  — скорость счета импульсов  $\beta$ -частиц).

В целях проверки изотопной чистоты изготовленные детекторы облучались на реакторах как в режиме однократного нейтронного импульса [6], так и в стационарном нейтронном потоке. Измеренные характеристические величины — период полураспада, толщина слоя половинного поглощения и массовый коэффициент — хорошо согласуются с общепринятыми (рис. 1) [7, 8]. Детектор с сульфидом может использоваться как двойной детектор нейтронов по реакциям  $^{56}\text{Fe}(n, p)^{56}\text{Mn}$  и  $^{32}\text{S}(n, p)^{32}\text{P}$ . Соотношение активностей  $^{32}\text{P}$  и  $^{56}\text{Mn}$  в облученных детекторах удобно для их измерения. Зависимость эффективности регистрации  $\beta$ -активности изотопов  $^{32}\text{P}$  и  $^{31}\text{Si}$  от толщины детекторов показана на рис. 2. Как видно, для измерений нейтронных потоков оптимальная толщина детекторов составляет  $100\text{--}200 \text{ мг}/\text{см}^2$ . Самопоглощение  $\beta$ -частиц в объеме полимерных детекторов описанного состава, измеренное в  $2\pi$ -геометрии, незначительно отличается от этих же значений для чистых элементов. Авторы пользуются возможностью выразить благодарность И. Г. Бровкиной и Г. М. Громовой за измерения облученных образцов, О. А. Даниловой, В. М. Ериной и В. С. Сопадзе за выполнение химических анализов.

Поступило в Редакцию 16/VII 1973 г.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Цецхладзе Т. В., Фелькер В. М., Коломийцев М. А. «Атомная энергия», 1966, т. 20, вып. 3, с. 272.
- Амбарданишвили Т. С. и др. В кн.: Метрология нейтронного излучения на реакторах и ускорителях. М., Изд. ВНИИФТРИ, 1971, с. 71.
- Амбарданишвили Т. С. и др. Там же, с. 70.
- Шарло Г. Методы аналитической химии. М.—Л., «Химия», 1966.
- Лосев И. П., Федотова О. Я. Практикум по химии высокомолекулярных соединений. М., Госхимиздат, 1962.
- Смирнов А. И., Талызин В. М. и Хвостиков В. Е. Растворный реактор для активационного анализа. Препринт ИАЭ-1692, 1968.
- Лукьянов В. Б. Измерение и идентификация бета-радиоактивных препаратов. М., Атомиздат, 1963.
- Кимель Л. Р., Машкович В. П. Защита от ионизирующих излучений. М., Атомиздат, 1966.