

Определение углерода в урановых образцах

Металлический уран		Двуокись урана	
Масса навески, мг	Содержание углерода, %	Масса навески, мг	Содержание углерода, %
11,4	0,119	30,7	0,0059
20,3	0,112	58,3	0,0052
59,7	0,109	150,4	0,0058
200,3	0,110	300,2	0,0055
400,7	0,112	600,4	0,0054
1050,4	0,111	—	—
2052,2	0,109	—	—

1 м при комнатной температуре и расходе газа-носителя (He) 120 см³/мин.

В таблице приведены результаты определения углерода в металлическом уране и его двуокиси; видно, что для такого анализа достаточны навески 20—30 мг. Предел обнаружения углерода при навеске 300 мг 2·10⁻⁴ масс.%. Однако при анализе UO₂, содержащей менее 3·10⁻³% углерода, возможно завышение результата из-за сорбции двуокисью урана CO₂ из воздуха. Продолжительность единичного определения углерода в уране 7—10 мин, в таблетированной UO₂ 10—15 мин.

Воспроизводимость метода определения 0,11%, 0,048% и 0,02% углерода в уране характеризуется коэффициентом вариации 6%, 11% и 18% соответственно, а 0,01% и 0,006% углерода в таблетированной UO₂ — 11% и 17% соответственно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кунин Л. Л., Маликова Е. Д., Чапыжников Б. А. Определение кислорода, углерода, азота, водорода в щелочных и щелочноземельных металлах. М., Атомиздат, 1972.
2. Яковлев П. Я., Яковleva E. F., Оржевская А. И. Определение углерода в металлах. М., Металлургия, 1972.
3. ГОСТ 12344-66, ГОСТ 12365-66. (Стали легированные и высоколегированные. Методы химического анализа). М., Стандартиздат, 1967.
4. «Product. Group. U. K. Atomic Energy Author.» Rep. N 400 (S), 1963.
5. Марков В. К. и др. В кн.: Уран, методы его определения. М., Атомиздат, 1964, с. 431.
6. Аналитическая химия элементов. Уран. Под ред. Д. И. Рябчикова, М. М. Сенявина. М., изд-во АН СССР, 1962.

Поступило в Редакцию 07.08.78

УДК 539.1.074.88

Регистрация альфа-частиц трековым детектором на основе пленки РФ-3

ЖУК И. В., МАЛЫХИН А. П., РОГИНЕЦ Л. П., ЯРОШЕВИЧ О. И.

В последнее время все большее внимание уделяется регистрации α -частиц различной энергии твердыми трековыми детекторами [1].

В настоящей работе приведены основные результаты изучения регистрации α -частиц триапетатными подложками различных типов фотоматериалов: любительской пленки марки «Фото», технической «Микрат-200» и «Микрат-300», позитивной МЗ-3, рентгеновской, мультифильмовской и флюорографической РФ-3*. Наилучшим материалом для детектора оказалась подложка пленки РФ-3, которая после травления хорошо сохраняет чистоту поверхности, однородность и прозрачность слоя и имеет минимальный естественный фон ($\sim 5 \times 10^2$ трек/мм²). В отличие от треков с «рваными» краями, образующихся в подложках пленок «Фото» и рентгеновских, треки, образующиеся в подложке пленки РФ-3, имеют правильную и четкую форму кружков или слабо вытянутых эллипсов, причем заметное преимущество в регистрации имеет сторона подложки, ранее покрытая эмульсией. При том же режиме обработки треки на ней получаются крупнее и несколько четче. В связи с этим пленка РФ-3 была подробно исследована. На рис. 1 показана зависимость среднего диаметра треков от времени травления и плотности водного раствора NaOH. Обработку проводили при 60 °C: более высокая температура приводит к ухудшению качества поверхности детектора, а более низкая — к увеличению времени обработки. Источником α -частиц служил толстый (по сравнению с пробегом α -частиц) слой урана толщиной 0,1 мм с 90% обогащением по ²³⁵U. Основным излучателем являлся

ся ²³⁴U с $E_\alpha = 4,8$ МэВ, который во время облучения находился в тесном контакте с отмытой от эмульсии подложкой пленки РФ-3. После облучения детекторы помещали в раствор NaOH исследуемой плотности и травили ступенями по 30 мин. После каждой ступени детекторы окунали в стоп-банну (10%-ный раствор уксусной кислоты), энергично промывали водой, просушивали и фотографировали под микроскопом, причем фотографировался всегда один и тот же участок поверхности. Затем по увеличенным фотографиям определяли средний диаметр для группы в 50 треков. Увеличение времени травления приводило к ухудшению качества поверхности детектора и четкости трека, а уменьшение продолжительности травления и снижение плотности раствора NaOH — к более длительной обработке детектора. При повышении плотности раствора возрастает скорость роста трека и появляется необходимость более жесткого контроля времени обработки, плотности раствора и ее возможного изменения в процессе работы. Таким образом, оптимальным режимом обработки является травление детектора в растворе NaOH плотностью 1,2 г/см³ в течение ~ 4 ч.

При выбранной плотности раствора измеряли влияние времени травления на регистрацию α -частиц различной энергии. Источником α -частиц в этом случае служил тонкий образцовый источник (ОСАИ) из ²³⁹Pu ($E_\alpha = 5156$ кэВ) с несколькими диафрагмами-коллиматорами диаметром отверстия 3 мм. Энергию α -частиц, проходящих слой воздуха и падающих на детектор, определяли по известным соотношениям [2] между измеренной плотностью воздуха и расстоянием от источника до детектора с точностью 60 кэВ.

Результаты измерений (рис. 2) показывают, что диаметр трека не является монотонной функцией энергии

* Пленки были любезно предоставлены нам Казанским химзаводом им. В. В. Куйбышева.

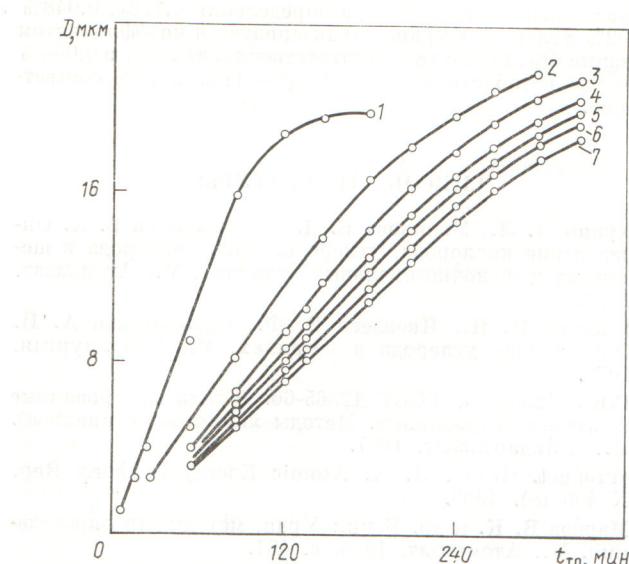


Рис. 1. Зависимость среднего диаметра треков α -частиц, регистрируемых в 2 π -геометрии, от времени травления для плотности раствора $\text{NaOH} = 1,305; 1,26; 1,22; 1,18; 1,17; 1,15; 1,11 \text{ г/см}^3$ (кривые 1—7 соответственно)

α -частиц и прямая спектрометрия α -частиц по диаметрам треков в подложке РФ-3 возможна лишь в сравнительно узком энергетическом диапазоне.

Увеличение времени травления способствовало выявлению α -частиц с большей энергией, ушедших глубже в детектор. Это свидетельствует о том, что регистрируются только концы треков α -частиц, где значения dE/dx имеют максимальную величину. Выявление α -частиц энергией $\sim 2,5$ МэВ становится уже затруднительным, а энергией $> 3,5$ МэВ практически невозможным из-за того, что при требующемся для этого времени травления поверхность детектора становится слишком неровной. Для хорошей регистрации normally падающих на детектор α -частиц энергией 2,5 МэВ и выше необходимо предварительное их замедление слоем воздуха или тонкими фольгами (пленками).

Для проверки работоспособности в нейтронном поле детекторы облучали на критборке БТС-2 [3] со средней

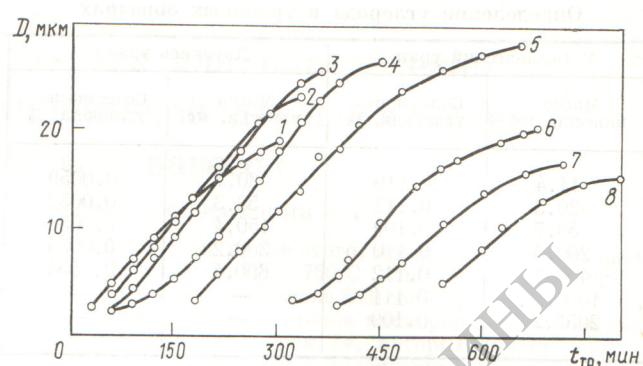


Рис. 2. Зависимость среднего диаметра треков, образующихся при нормальном падении α -частиц на детектор, от времени травления в растворе NaOH плотностью $1,2 \text{ г/см}^3$ для $E_\alpha = 0,98; 1,44; 1,81; 2,20; 2,45; 2,92; 3,77$ и $3,36 \text{ МэВ}$ (кривые 1—8 соответственно)

энергией спектра нейтронов ~ 600 кэВ; плотность дополнительных фоновых треков от нейтронов на поверхности детектора составила $(1,38 \pm 0,11) \cdot 10^{-6}$ трек./нейтр. Облучение в тепловом спектре практически не дало дополнительного фона.

Полученные данные позволяют сделать заключение, что отмытая от ампульсии подложка пленки РФ-3 является хорошим детектором α -частиц. Найденные зависимости диаметра треков от режима обработки и энергии α -частиц позволяют подобрать дозу облучения таким образом, чтобы коэффициент заполнения треками поверхности детектора не превышал $\sim 0,4$ — ниже этого значения перекрытие треков и связанные с этим погрешности счета еще несущественны.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. «Nucl. Instrum. Methods», 1977, v. 147, N 3—4.
2. Немец О. Ф., Гофман Ю. В. Справочник по ядерной физике. Киев, «Наукова думка», 1975.
3. Груша Н. М. и др. «Изв. АН БССР. Сер. физ.-энерг. наук», 1974, № 1, с. 20.

Поступило в Редакцию 07.08.78

УДК 546.11.02.3

Идентификация и оценка содержания трития в воде реактора ВВР-М

ДРОКИН А. М., КАПУСТИН В. К., КОРОТКОВ В. П., ЛЕОНОВ В. В., МИРОНОВ В. К., САЙКОВ Ю. П.

В 1976 г. в воде сбросных резервуаров реактора ВВР-М ЛИЯФ (после ее переработки на станции спецводоочистки) был обнаружен радионуклид с низкоэнергетическим (менее 20 кэВ) β -распадом. Несколько ранее аналогичный источник был обнаружен и в воде первого контура реактора. Было сделано предположение, что этим радионуклидом является тритий. Сведения о накоплении трития в обычной воде, используемой как теплоноситель в ядерных реакторах, имелись в работах [1, 2, 3]. Основная цель данной работы — подтверждение правильности сделанного предположения и оценка содержания трития в реакторной воде (накопление трития в этой воде может иметь принципиальное значение как при ее дезактивации, так и в плане эксплуатации реактора).

Для идентификации и оценки содержания трития в реакторных водах применен жидкостно-сцинтилляционный метод. Измерения выполнены на приборе «Isocap 300».

Скорость счета от радионуклида, находящегося в пробе, одновременно регистрировалась в двух каналах: низко- α и высокоенергетический β . Канал А (2—18 кэВ) использовали для измерения трития, канал Б (20—1500 кэВ) — для контроля присутствия в пробе других радионуклидов. Счетные пробы готовили смешиванием 13,5 мл жидкого сцинтиллятора ЖС-8 с 1,5 мл исследуемой воды. Эффект тушения сцинтилляций в пробе контролировался по способу внешнего стандарта. Вода первого контура даже после выдержки имеет сложный радионуклидный состав. Поэтому при ее измерении не исключена возможность заполнения канала А регистрацией β -частиц других (кроме трития) радионуклидов. Кроме того, если β -распад сопровождается испусканием γ -квантов, то возможен вклад в наблюдавшую скорость счета от комптоновских электронов, возникающих при поглощении γ -квантов сцинтилляционным веществом. Для устранения этих нежелательных явлений