

KÖZPONTI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZET KÖNYVTÁRA

leltárba véve 11.401 sz. alatt.

Budapest, 19 71 év V hó 5 én.

Pappné

1988

OLVASGÉTERMI PÉLDANY



1969. MÁJ. 14.

279/121

KFKI

KÖZLEMÉNYEK

ОБЩЕНИЯ ЦЕНТРАЛЬНОГО ИНСТИТУТА ФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

REPORTS OF THE CENTRAL RESEARCH INSTITUTE FOR PHYSICS

Szerkeszti: Ádám András

Редактор: А.Адам

Editor: A. Ádám

MTA KÖZPONTI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZET KÖNYVTÁR- ÉS KIADÓI OSZTÁLYA
БИБЛИОТЕКА И ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ОТДЕЛ
ЦЕНТРАЛЬНОГО ИНСТИТУТА ФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ВЕНГЕРСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
HUNGARIAN ACADEMY OF SCIENCES
CENTRAL RESEARCH INSTITUTE FOR PHYSICS LIBRARY AND DOCUMENTATION DEPARTMENT

BUDAPEST, 114. POB 49.

Technikai szerkesztő: Nagy Imréné
Megjelent: 1969. febr. 5.

Példányszám: 320
Rotaszám: 4315

A kiadásért felelős: Járossy Lajos

Megjelenik: kéthavonta
Előfizethető a 173.144-52. MNB bevételi számlán
Előfizetési díj: egyes szám 5,-Ft, egy évre: 30,-Ft /6 szám/

Vol. 17. No. 1. 1969.

T A R T A L O M

1. Szabó Zoltán és Dékány István: Impulzusüzemű neutrongenerátor reaktorfizikai célokra 3
2. Kulus Éva, Molnár Ferenc és Szabó Elek: Ittrium matrix ritkaföldfém szennyezőinek koncentrációja és meghatározása 21
3. Csajka Mária, Szabó Elek és Lavrukhina A.K.: Meteoritok makrokomponenseinek meghatározása roncsolásmentes aktivációs analízissel 25
4. Orbán Éva, Ördögh Mária, Szabó Elek, Miskovits Gusztáv és Dubay Miklós: Szilícium, alumínium és foszfor meghatározása biológiai anyagokban neutronaktivációs és spektrofotometriás módszerrel 39
5. Kostka Pál és Dobrosz Marian: Gyorsítócső ionpályáinak meghatározásáról. 59
6. Gróz Péter, Kiss István, Révész András és Sipos Tamás: Fluorgáz kezelésével kapcsolatos hazai tapasztalatok 73

Р Е З Ю М Е

1. Импульсный нейтронный генератор для исследований умножающих сред
Э. Сабо и И. Декань

Для исследований умножающих сред разработан и сооружен импульсный нейтронный генератор на реакции Д - Т (НИГ - 200). Ток на мишени в импульсе составляет 5 ма, ширина импульсов меняется в диапазоне от 10 мсек до 1 мсек, чистота повторения от 0,1 до 2 000 Гц, максимальная скважность 2%. Ускоряющую трубку можно поставить в любую позицию между горизонтальной и вертикальной. Высота над полом оси вращения меняется от 0,90 до 2,00 метров. Ускоряющее напряжение в 200 кв получается от трансформатора со секционированным сердечником.

2. Концентрирование и определение редкоземельных примесей иттриевых матриц

Е. Кулуш, Ф. Молнар, Э. Сабо

Разработан метод анионообменного концентрирования редкоземельных примесей иттриевых матриц и определения концентрированных примесей нейтроно-активационным анализом.

3. Определение макроэлементов метеоритов неструктивным нейтронным активационным анализом

М. Чайка, Э. Сабо, А.К. Лаврухина

Изложены принципы анализа метеоритов на составные компоненты: Mg, Cu, Ni, Co, Mn, Fe и Si неструктивным нейтронным активационным анализом. Определение проводили по короткоживущим изотопам из навески 2 мг. Приведены методика анализа и результаты определения указанных элементов.

4. Определение кремния, фосфора и алюминия в биологических материалах нейтронным активационным и спектрофотометрическими методами

Е. Орбан, М. Эрдэг, Э. Сабо, Г. Мишкович, М. Дубаи

Описана методика определения кремния, фосфора и алюминия в лимфатических железах. Содержание Al, а также сумма Si + P оценивались методом нейтронного активационного анализа без разложения образца. Индивидуальное определение P и Si проводили спектрофотометрическим методом после химического разложения образца.

5. Об определении ионных орбит ускорительной трубки

П. Костка, М. Доброш

Для выяснения некоторых вопросов по ионно-оптике ускорительной трубки генератора Ван де Граффа Лаборатории Ускорителей, проведены необходимые численные расчеты. Изучено влияние изменения распределения напряжения на отношения фокусировки. После изложения метода расчета приведены некоторые результаты. Вычисления проведены с помощью электронной вычислительной машины ICT 1905.

6. Опыт обращения с фтором газом

П. Гроз, И. Киш, А. Ревес, Т. Шипош

Производство и использование элементного фтора в Венгрии до 1965 г. ограничивались отдельными попытками. Однако, в связи с программой по получению соединений благородных газов начиная с 1965 г. мы постоянно работаем с этим материалом. Нами приобретен опыт в изготовлении соответствующих металлических и стеклянных аппаратур и в обращении с ними. Описанные оборудования и методики обеспечили надлежащую безопасность: за последние 4 года при использовании нами элементного фтора ни разу не произошел несчастный случай. Следовательно, соблюдая необходимые меры безопасности, можно без особых трудностей работать с этим опасным химическим газом.

S u m m a r i e s

1. Pulsed Neutron Generator for Reactor Physics

Z. Szabó and I. Dékány

A pulsed D-T neutron generator /NIG-200/ was developed and built for measurements in multiplying media. The pulse target current is 5 mA, the pulse length is variable from 10 μ s to 1 ms, the repetition frequency from 0,1 to 2000 pps, the maximum duty cycle is 2 %. The accelerating tube can be set to any position between the horizontal and vertical directions. The height of the rotational axis of the accelerating tube is variable from 0,90 m to 2,00 m above floor level. The 200 kV accelerating voltage is supplied by an insulating core transformer.

2. Concentration and Determination of the Rare Earth Impurities of Yttrium Matrix

É. Kulus, F. Molnár and E. Szabó

A method is presented for anion exchange concentration of rare earth impurities of yttrium matrices and for determination of these impurities by means of neutron activation analysis.

3. Determination of Macrocomponents in Meteorites by Nondestructive Activation Analysis

M. Csajka, E. Szabó and A.K. Lavrukhina

A method for the non-destructive activation analysis of the macrocomponents, Mg, Al, Ni, Co, Mn, Fe and Si in meteoric samples is described. The macrocomponents can be evaluated from the short-lived isotopes activated in samples weighing up to 2 mg. Results of the analyses are reported.

4. Analysis of Silicon, Aluminium and Phosphorus in Biological Samples, by Neutron Activation and Spectrophotometry

É. Orbán, M. Ördögh, E. Szabó, G. Miskovits and M. Dubay

A method developed for the quantitative determination of silicon, phosphorus and aluminium in lymphatic glands is described. Nondestructive neutron activation analysis is used to evaluate the Al concentration of the sample with a simultaneous determination of the summed Si and P content. The Si and P concentrations are determined individually by spectrophotometry after chemical decomposition.

5. On the Determination of Ion Trajectories in Accelerating Tubes

P. Kostka, M. Dobrosz

Numerical calculations were performed in connection with some problems of ionoptics in the accelerating tube of Van de Graaff generator. Calculating the degree of focusing, primarily the effect of a change in the nominal voltage distribution was investigated. The calculation method is described and some results are discussed. ICT 1905 computer was used for the calculations.

6. Report on Fluorine Experiments in Hungary

P. Gróz, I. Kiss, A. Révész and T. Sipos

The preparation and use of elementary fluorine in Hungary prior to 1965 was limited to scattered attempts. Since 1965 however - as result of our noble-gas-compound program - this material found regular use. Sufficient experience and practice was gained in building and handling metal and glass apparatus. The equipment and know-how used provide sufficient safety: no accident of any kind occurred using elementary fluorine during the past 4 years. By applying suitable precautions this potentially dangerous element may be handled without too much difficulty.

IMPULZUSÜZEMŰ NEUTRONGENERÁTOR REAKTORFIZIKAI CÉLOKRA

Irtá: Szabó Zoltán és Dékány István

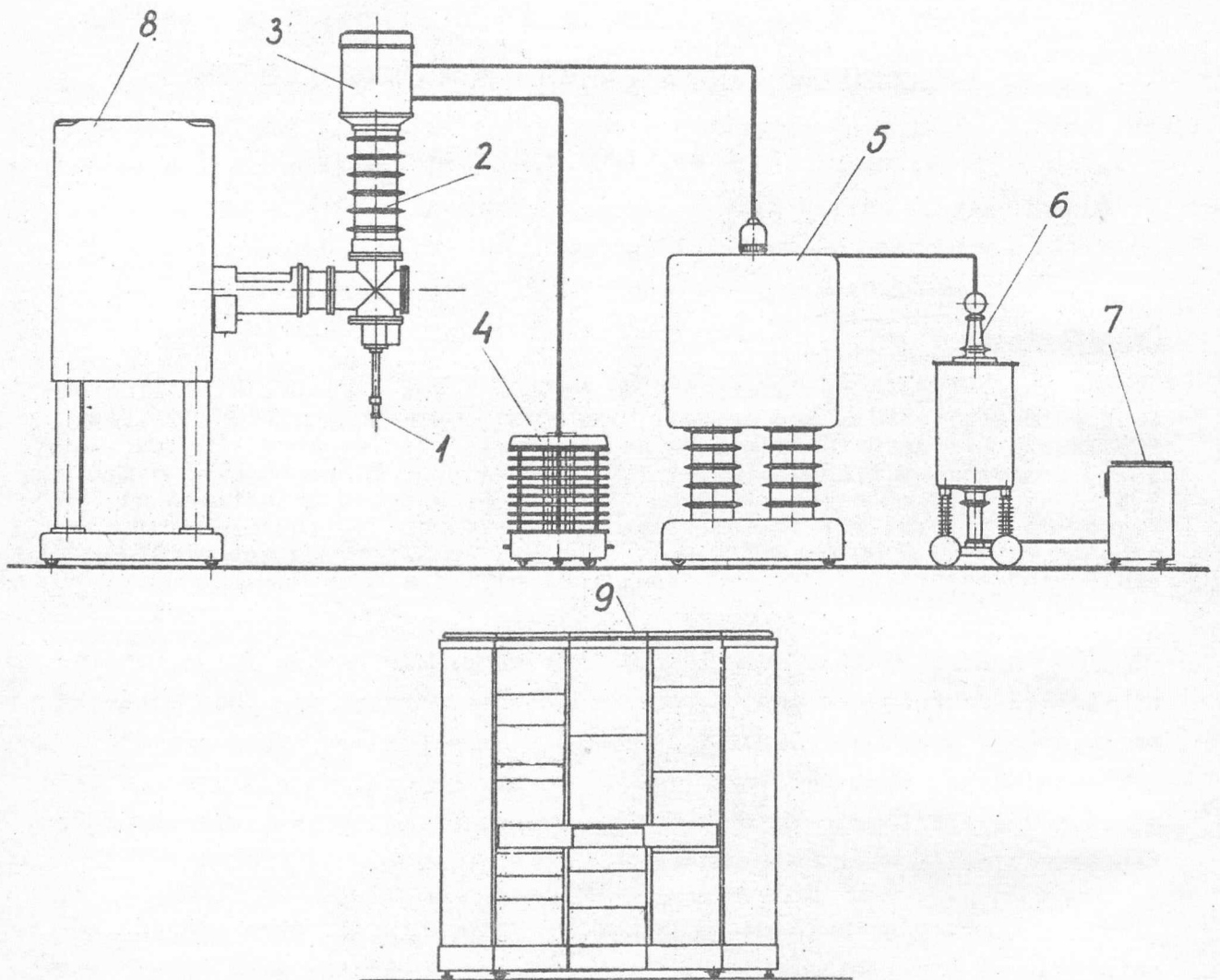
Összefoglalás

Sokszorozó rendszereken végzendő mérések céljaira kifejlesztettünk és megépítettünk egy pulzált D-T neutrongenerátort /NIG-200/. Az impulzus alatt mérhető áram a targeten: 5 mA, impulzushossz 10 μ s ... 1 ms, ismétlődési frekvencia 0,1 ... 2000 Hz, kitöltési tényező max. 2 %. A gyorsítócső saját síkjában tetszőleges szögben vízszintes és függőleges helyzet között beállítható, az elforgatás tengelyének magassága 0,90 és 2,00 m között változtatható. A 200 kV-os gyorsítófeszültséget osztottmagu transzformátorral állítjuk elő.

A KFKI Reaktorfizikai-Technikai Laboratóriumában folyó kutatások tették szükségessé egy, a sokszorozó rendszereken végzendő mérésekre különösen alkalmas, impulzus üzemű neutrongenerátor kifejlesztését. A követelmények nagy neutronhozamot, a neutron-impulzus adatainak széles szabályozási tartományát, valamint a berendezés mechanikai alkalmazkodóképességét irták elő.

A neutrongenerátor működését vázlatosan az 1. ábra alapján követhetjük. A neutrontermelés D-T reakcióval történik: az 1 Zr-T targetet a 2 gyorsítócsőben 200 keV energiára felgyorsított deutérium-ionok bombázzák. Az ionokat a 3 egységben elhelyezett rádiófrekvenciás ionforrás állítja elő. A gyorsítófeszültséget a 4 osztottmagu transzformátor szolgáltatja. Az 5 nagyfeszültségű elektróda az előfokuszáló tápegységet és az ionforrás táplálásához szükséges berendezéseket tartalmazza. Az 5 nagyfeszültségű elektróda a 6 leválasztó transzformátorról kap hálózati táplálást, ez utóbbi primérjével a 7 hálózati stabilizátorhoz csatlakozik. A 2 gyorsítócsőben a vákuumot a 8 vákuumrendszer állítja elő. A berendezés távvezérlése a 9 vezérlőpultról történik.

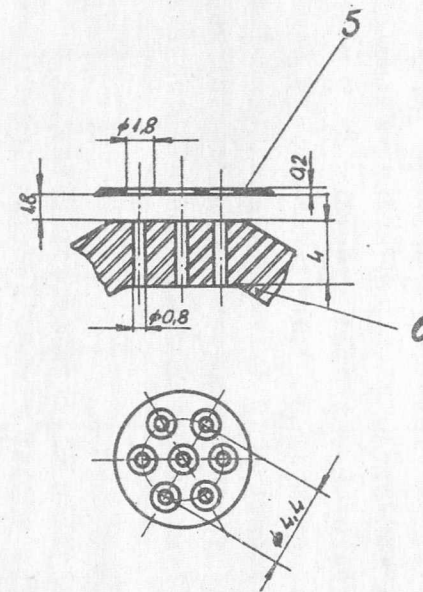
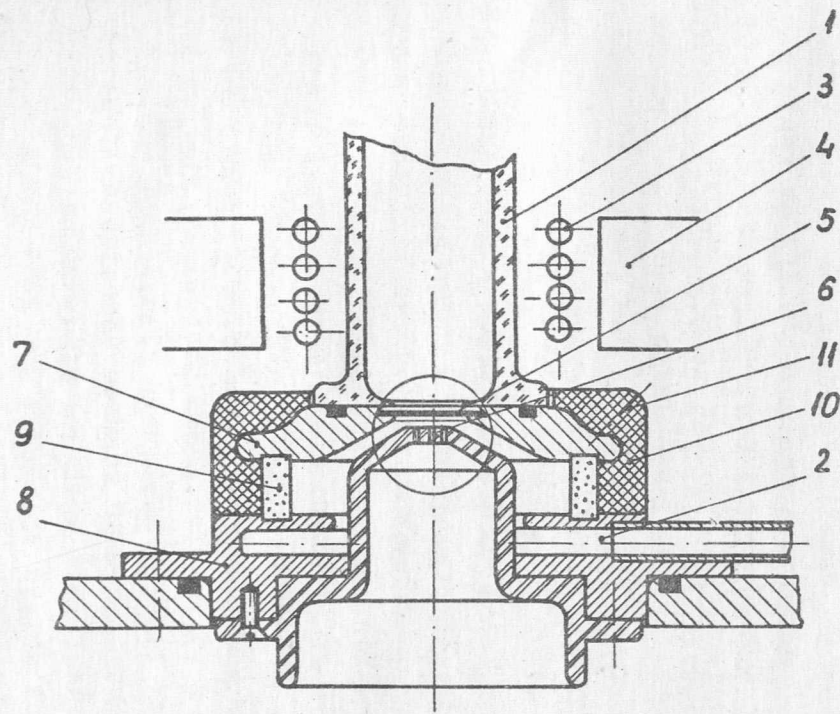
Az ionforrás és a kihuzórendszer metszete a 2. ábrán látható. Az ionforrás Razotherm üvegből készült 1 ballonjába a 2 furaton keresztül jut a deutérium gáz. A gázt vízbontóval kombinált palládium-szelepen



1. ábra

A neturongenerátor vázlata

1 - target; 2 - gyorsítócső; 3 - ionforrás-egység; 4 - 200 kV-os tápegység; 5 - nagyfeszültségű elektróda; 6 - leválasztó transzformátor; 7 - hálózati stabilizátor; 8 - vákuumrendszer; 9 - vezérlőpult.



-  rozotherm üveg
-  kerámia
-  araldit
-  acél
-  rozsdamentes acél
-  alumínium
-  gumi

2. ábra

Az ionforrás és a kihúzó rendszer

- 1 - ionforrás; 2 - gázbevezető furat; 3 - oszcillátor gerjesztőtekercs;
- 4 - elektromágnes; 5 - plazmaelektroda /molibdén/; 6 - kihúzó elektróda;
- 7 - tárcsa; 8 - alaplemez; 9 - távtartó gyűrű; 10 - araldit ragasztás;
- 11 - feszültség-bevezető csavar helye.

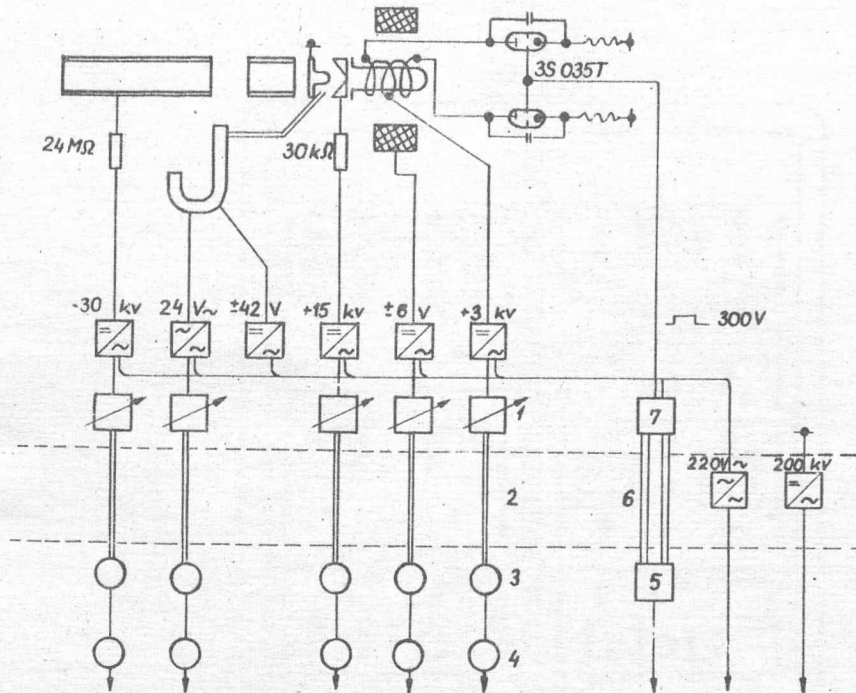
át szabályozottan nyerjük [1], a gáz beömlését a szelep fűtőáramának változtatásával szabályozzuk. Az ionforrásba jutott gázt a 3. oszcillátor tekercs és a 4. elektromágnes segítségével ionizáljuk. Az ionforrás kihuzó rendszere hétlyuku: az 5. molibdén plazmaelektródából és a 6. rozsdamentes acél kihuzó elektródából áll, méreteit [2] alapján állapítottuk meg. A hétlyuku kihuzórendszer az ionforrás gázfogyasztása, valamint a targetfelület egyenletes terhelése szempontjából előnyös. Az 5. molibdén lemez a 7. tárcsába van beperemezve, amelyet a 8. alaplemeztől a 9. kerámia gyűrű szigetel el. A 7. és 8. alkatrészeket a 10. araldit-ragasztással rögzítettük egymáshoz. A 7. tárcsa a 11. feszültségbevezetőn keresztül kapja meg a kihuzófeszültséget. A 8. alaplemez a nagyfeszültségű elektróda potenciálján van.

A 3. ábrán az ionforrás elektromos táplálásának a vázlatát láthatjuk. Az oszcillátor 2 db. 3S035T típusú adócsővel épült, ellenütemű kapcsolásban. Működési frekvenciája: 25MHz, teljesítménye kW nagyságrendű. Az oszcillátor impulzus-üzemben működik, a rácásra 300 V-os nyitó impulzusokat adunk, impulzusszünetben az oszcillátorcsövek le vannak zárva. A nagyfeszültségen levő 7. végfokozat az oszcillátor-impulzus kezdetét és végét kijelölő fényimpulzusokat 2 db. plexi fényvezetőn (6) át kapja a földpotenciálon levő 5. meghajtó fokozatról. A fényimpulzusokat DGL 11-02 V0 típusú glimmlámpák állítják elő, vételük OC 615 tranzisztorral történik [3]. Az impulzusgenerátor 10 μ s ... 1 ms hosszúságú és 0,1 ... 2000 Hz ismétlődési frekvenciájú impulzusokat ad, lehetőség van továbbá pl. véletlenszerű /random/ jelekkel történő külső indításra is.

Az oszcillátor 0 ... +3 kV-os anódfeszültségét a nagyfeszültségű elektródában elhelyezett tápegység szolgáltatja. A tápegység kimenőfeszültségét a nagyfeszültségű transzformátor primérfeszültségének változtatásával az 1. toroid transzformátor segítségével szabályozzuk. A toroid transzformátort vagy az előlapon elhelyezett forgatógombbal vagy pedig távvezérléssel, a 3. szervómotor és 2. plexitengely segítségével állíthatjuk be. A toroid transzformátor mindenkor helyzetéről a 4. adószinkró ad jelzést a vezérlőpulthoz.

Az ionforrás plazmaelektródjára 30 kohm-os védőellenálláson keresztül adjuk a 0 ... +15 kV között változtatható kihuzófeszültséget.

A nagyfeszültségű elektródában található többi tápegység /kihuzó-, előfókuszáló-, palládium szelep-, mágneses tér-/ távvezérlése hasonlóan történik, mint az oszcillátor anódfeszültséget szolgáltató tápegységé.



3. ábra

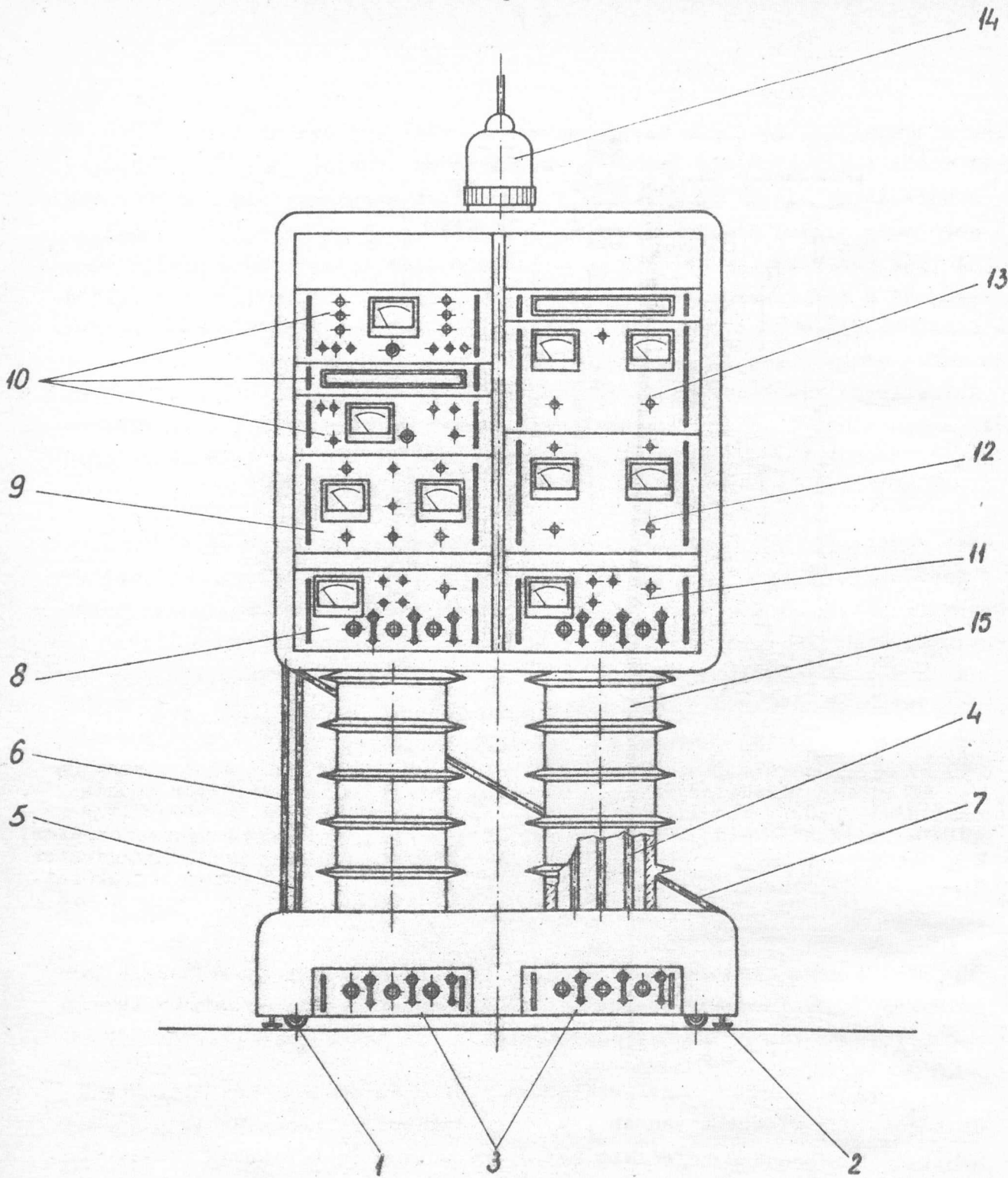
Az ionforrás elektromos táplálása

-30 kV előfókuszáló feszültség; 24 V ~ Pd szelep fűtés; + 42 V vizbontó; +15 kV kihuzó feszültség; + 6 V mágneses tér; +3 kV oszcillátor anódfeszültség; +300 V oszcillátor meghajtó impulzus; 220 V ~ nagyfeszültségű elektróda hálózata; 200 kV gyorsítófeszültség; 1-toroid transzformátor; 2 - plexi tengely; 3 - szervó motor; 4 - adószinkró; 5 - impulzusgenerátor meghajtó fokozat; 6 - plexi fényvezetők; 7 - impulzusgenerátor végfokozat.

A nagyfeszültségű elektróda 220 V-os hálózati feszültségét le-
váltató transzformátor szolgáltatja. A transzformátor szekunder teker-
cse a földhöz képest 200 kV egyenfeszültségre van szigetelve.

A 4. ábrán a nagyfeszültségű elektróda vázlata látható. Ennek
egységei rack-fiókokba vannak szerelve. Az ionforrás-egységhez a tápfe-
szültségek gégecsőbe helyezett hajlékony kábeleken keresztül jutnak el.
A gyorsítófeszültség kikapcsolásakor, a gyorsítóhelyiség ajtajának nyi-
tásakor automatikus kisütőrud földeli le a nagyfeszültségű elektródát.

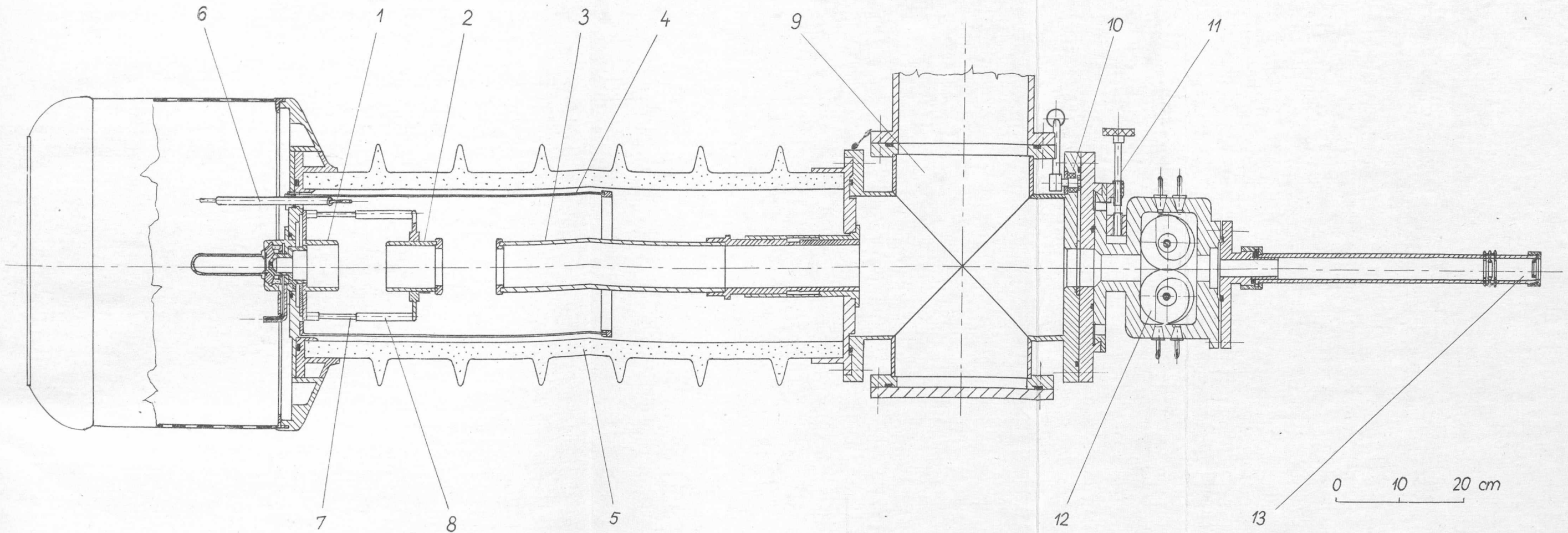
A fókuszáló rendszer /5. ábra/ feladata az ionforrásból nyert
ionok gyorsítása s A fókuszált nyaláb formájában a targetre való jutta-
tása. Ezt a feladatot két lencséből álló lencserendszerrel oldottuk meg:
az 1 és 2 elektródák alkotta előfókuszáló lencsével, valamint a 2 és 3
elektródák alkotta gyorsító lencsével. Az 1 elektróda a nagyfeszültségű
elektróda potenciálján van, a 3 elektróda földpotenciálon, a 2 elektróda



4. ábra

A nagyfeszültségű elektróda

- 1 - görgő; 2 - emelő; 3 - szervomotorok és szinkrók; 4 - plexi tengely; 5 - plexi fényvezető; 6 - automatikus földelő rud; 7 - 200 kV-os mérőellenállás; 8 - I. toroid transzformátor egység és mágneses tér tápegység; 9 - oszcillátor tápegység; 10 - impulzusgenerátor végfokozat, tápegység, ventilátor; 11 - II. toroid transzformátor egység és Pd szelep tápegység; 12 - előfokuszáló tápegység; 13 - kihúzófeszültség tápegység; 14 - kábelcsatlakozás az ionforráshoz; 15 - szigetelő porcelán



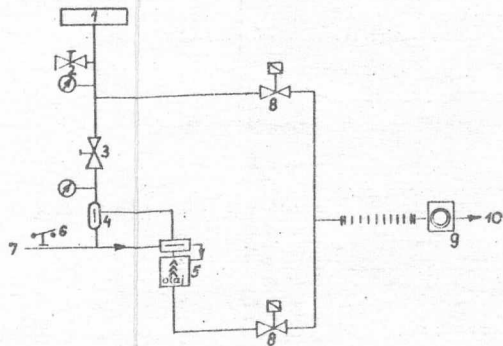
5. ábra

A fókuszáló rendszer vázlata

1. első elektróda, 2. közbülső elektróda, 3. földpotenciálú elektróda, 4. árnyékoló henger, 5. szigetelő porcelán, 6. előfókuszáló-feszültség bevezető, 7. kerámiarud, 8. fémrud, 9. csatlakozás a vákuumrendszerhez (T-cső), 10. tolózáár, 11. X-Y beállító, 12. kvadráns, 13. target.

potenciálja az 1-hez képest 0...-30 kV között változtatható, ez lehetővé teszi a lencserendszer fókusz távolságának beállítását. A 4 árnyékoló elektróda szerepe: megakadályozni az 5 szigetelő porcelán feltöltődését a lencsék közelében. A vákuumszivattyúk csatlakozása a 9 T-csőnél van. A 13 target cseréje esetén a 10 tolózár a teljes vákuumrendszer lelevegőzését van hivatva megakadályozni. A 12 kvadráns az ionnyaláb helyzetének indikálására, a 11 X-Y beállító pedig a target központba való beállítására szolgál.

A vákuumot a gyorsítócsőben 1500 l/s-es olajdiffúziós szivattyúval, az elővákuumot pedig 25 m³/ó szivósebességű rotációs szivattyúval állítjuk elő /6. ábra/. A target olajgőzökkel történő elszennyeződésének csökkentésére cseppfolyós nitrogénnel hűtött kifagyasztót használunk. A



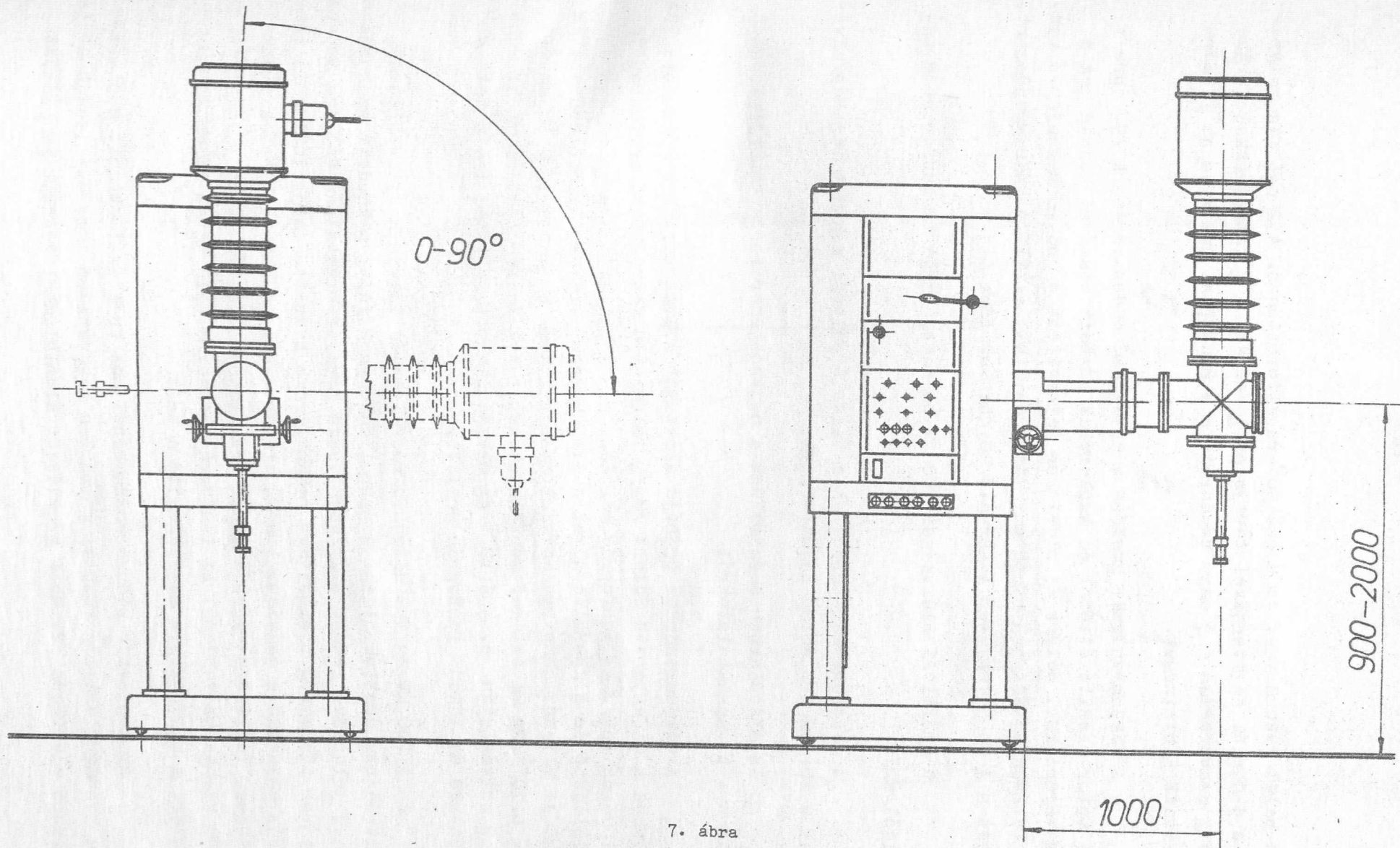
6. ábra

A vákuumrendszer elvi sémája
1 - gyorsító cső; 2 - lelevegőző szelep; 3 - tányérszelep; 4 - kifagyasztó; 5 - olajdiffúziós szivattyú; 6 - vizkapcsoló; 7 - hűtővíz csatlakozás; 8 - mágneses szelep; 9 - rotációs szivattyú; 10 - elszívás

kifagyasztó és a diffúziós szivattyú tányérszeleppel választható le a leszívandó tértől. A tányérszelep félautomatikus működésű: kézi nyitás, de áramkimaradás esetén automatikusan zár. A rotációs szivattyú mágneses szelepek segítségével átkapcsolható a diffúziós szivattyúra vagy közvetlenül a gyorsító csőre.

A vákuumrendszer a gyorsítócsőhöz 1,0 m-es csőtoldattal csatlakozik. A gyorsítócső szöghelyzete 90°-on belül a vákuumrendszer megbontása nélkül, folyamatosan változtatható. A vákuumrendszer megbontásával a gyorsítócsövet 30°-onként állíthatjuk, tehát összesen 12 kiindulási alaphelyzet van. A gyorsítócső a vákuumrendszerrel együtt emelhető, súlylészthető is /7. ábra/. A gyorsítócső helyzetének széles határok között lehetséges változtatása a berendezés kritikus rendszerekhez való alkalmazását könnyíti meg.

A gyorsítócső vákuum alatt történő 90°-os elforgatásának gépészeti részletei a 8. ábrán láthatók. Az 1 cső csatlakozik a T csőhöz,



7. ábra
A gyorsítócső lehetséges mozgásai

ezen belül vákuum van; ez a cső 90° -ra elfordítható. A 2 cső fix helyzetű, a 4 görgők segítségével tartja az 1 csövet. A 8 kézikerékkel forgatott 7 csavarorsón a 9 anya vándorol, s a 6 csappal mozgatja az 1 csőre rögzített 5 bilincset.

A vákuumrendszer emelése a következő módon történik /9. ábra/: az 1 motor lassító áttétel és kupkerek közbeiktatásával hajtja meg a 2 csavarorsókat, melyek az oldalukon felhasított 4 csövek belsejében vannak felfüggesztve. A 2 orsók a 3 vándoranyákkal emelik a vákuumrendszert, melyet a 4 és 5 csöveken legördülő görgők vezetnek meg.

A gyorsítófeszültséget 200 kV-os osztottmagu transzformátor [4] szolgáltatja.

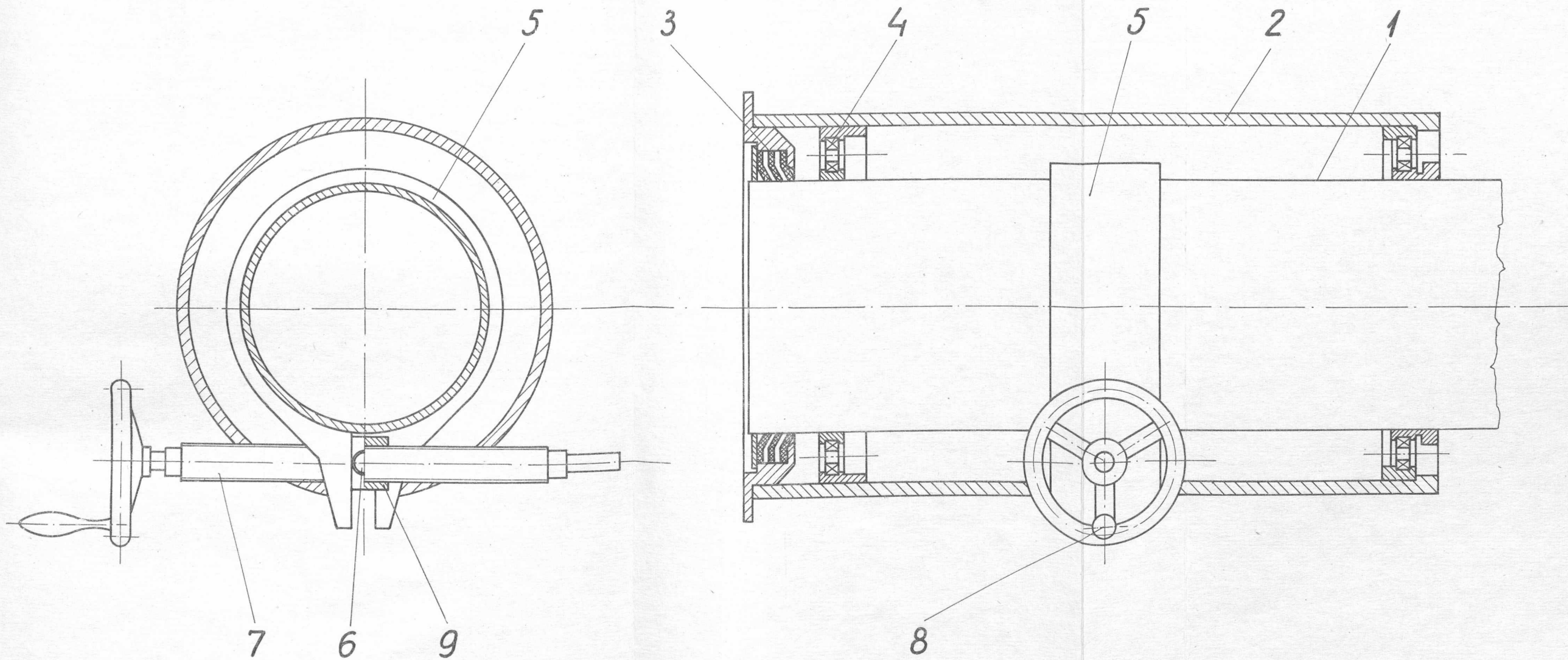
A neutrongenerátorról és a vezérlő pultról készült fényképfelvételek a 10. és 11. ábrán láthatók.

Az alábbiakban beszámolunk a neutrongenerátor üzembehelyezése során nyert tapasztalatokról.

A vákuumrendszer próbája alatt két helyen mértük a vákuumot: közvetlenül a kifagyasztó fölött p_1 , valamint a gyorsítócső ionforrás felőli végén p_2 . Az ionforrás működése alatt beáramló deutérium gáz a gyorsítócső és a gyorsítócsövet a vákuumrendszerrel összekötő csővezeték áramlási ellenállásán nyomásesést hozott létre. $p_1 = 3,8 \cdot 10^{-5}$ Hg mm és $p_2 = 6 \cdot 10^{-5}$ Hg mm értéket mértünk, tehát a nyomásesés nem jelentős. Többnapos szivás után $p_1 = 5 \cdot 10^{-6}$ Hg mm-es vákuumot mértünk, feltöltött kifagyasztó és működő ionforrás mellett.

A 200 kV-os feszültségforrással eredetileg a nagyfeszültségű elektródához csatlakoztunk. A gyorsítócsőben - főleg a kezdeti szakaszban - mindig jelenlévő kisebb nagyfeszültségű kisülések hatására azonban az oszcillátor tápegység biztosítóka rendszeresen kiégett. Valószínűleg az ionforrás-egységet a nagyfeszültségű elektródával összekötő kábelek induktivitásán fellépő nagyfeszültségű tranziensek okozták ezt a jelenséget. A 200 kV-nak közvetlenül az ionforrás-egységre való adása mindenestre egyszer, s mindenkorra megszüntette a bajt.

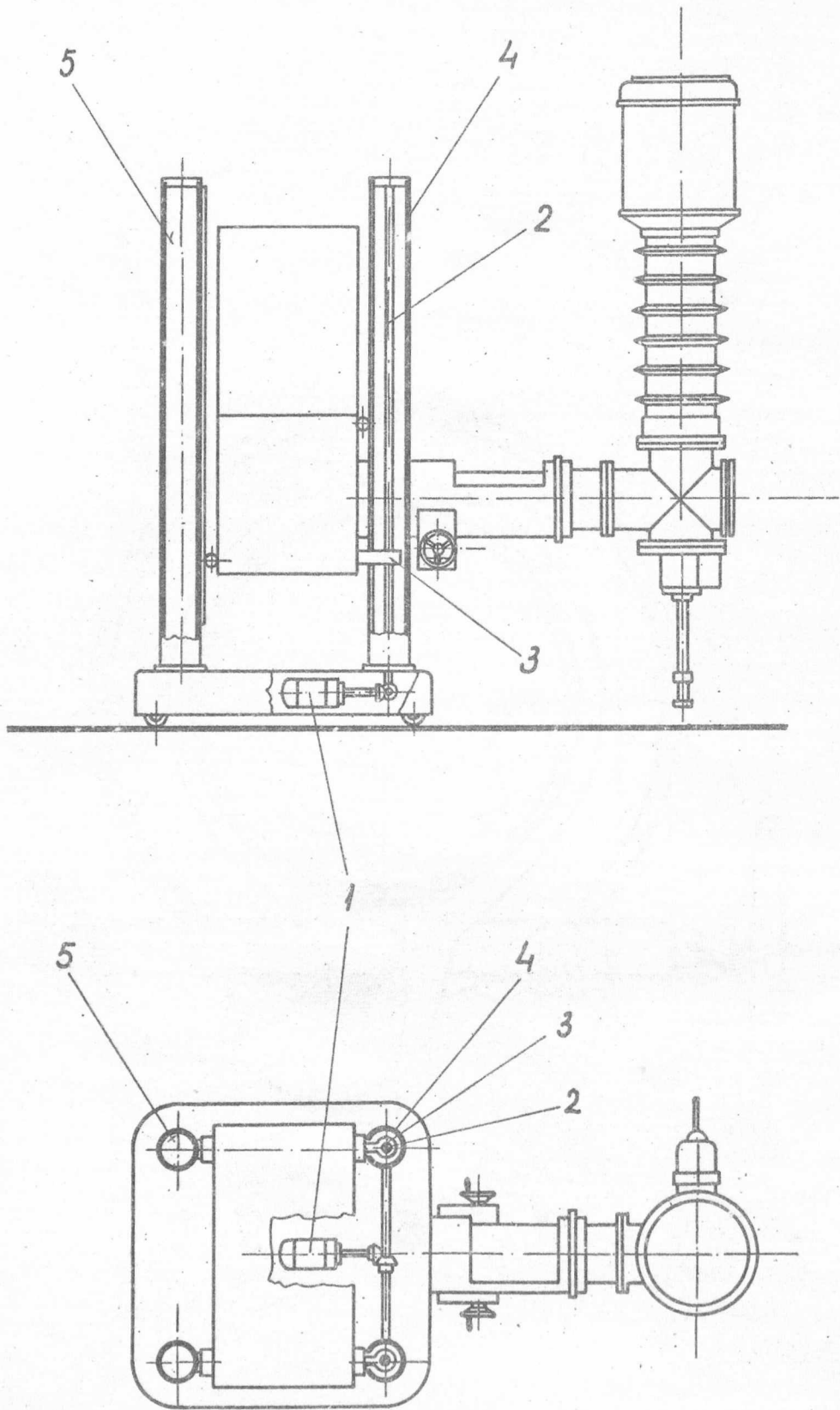
Az ionforrás kihuzórendszerénél sok problémát okozott a plazma és a kihuzó-elektroda közötti gáztérben bekövetkező nagyfeszültségű átütés. A kihuzó elektróda /2. ábra 6/ először aluminiumból készült [2] később



8. ábra

A gyorsítócső elforgatásának megoldása

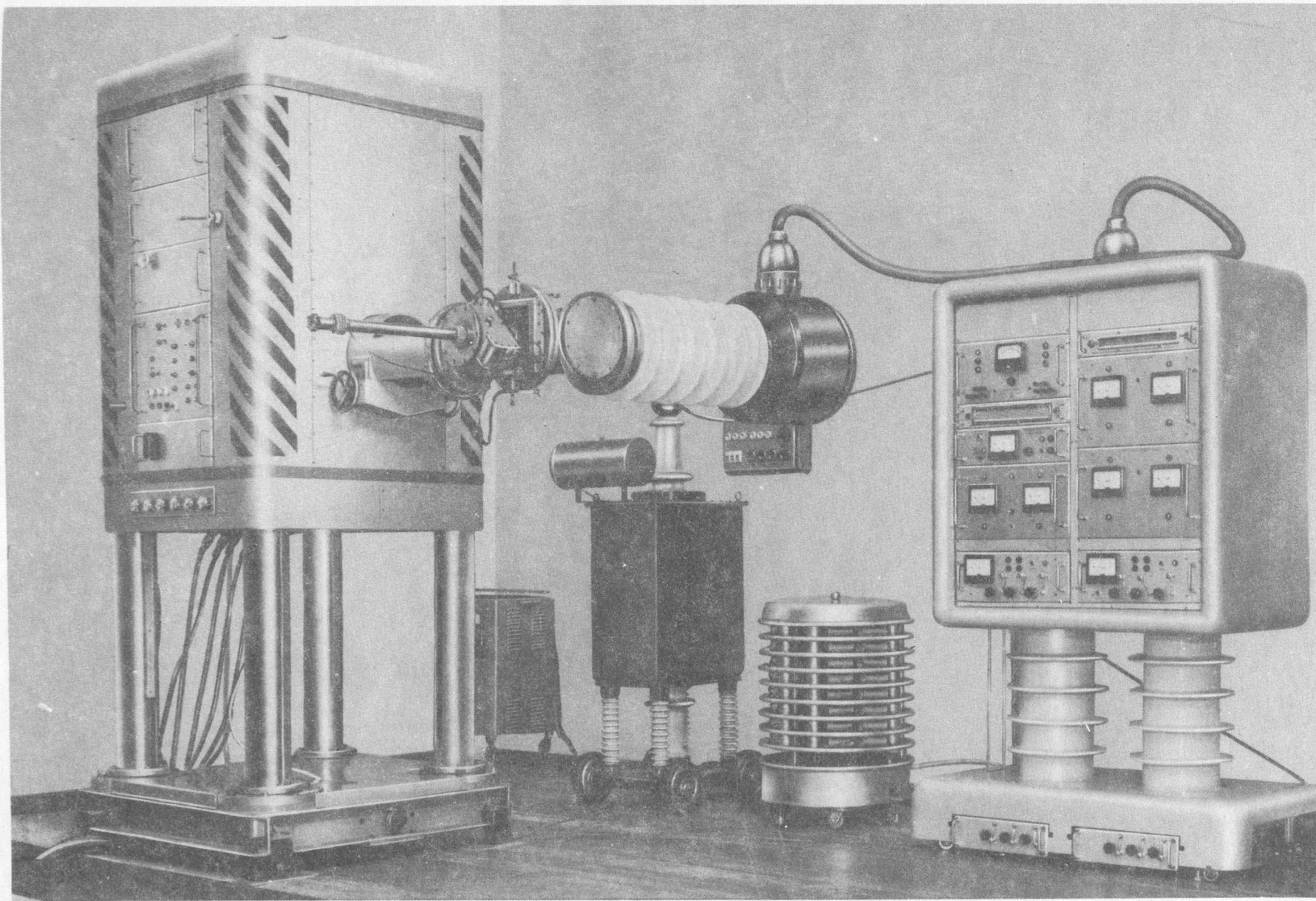
1. forgó, vákuumot tartó cső, 2. tartócső, 3. Wilson-tömítés,
4. görgő, 5. bilincs, 6. csap, 7. csavarorsó, 8. kézikerek,
9. vándoranya.



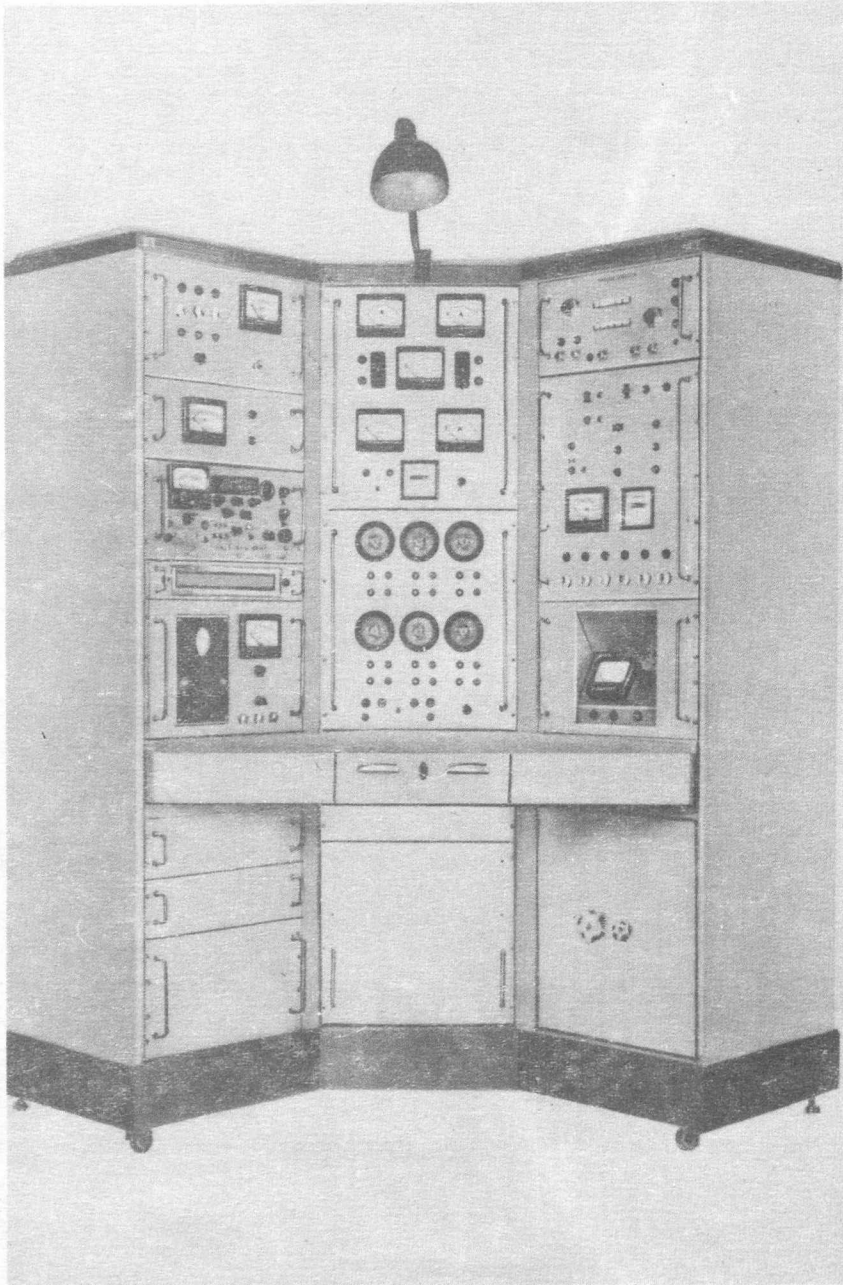
9. ábra

A vákuumrendszer emelésének megoldása

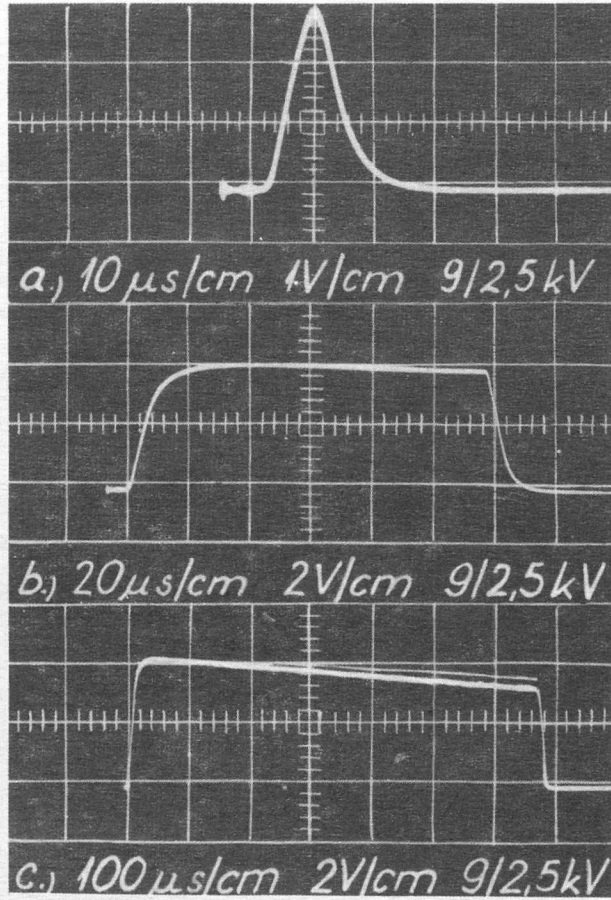
1 - motor; 2 - csavarorsó; 3 - vándoranya; 4 és 5 - tartócsövek



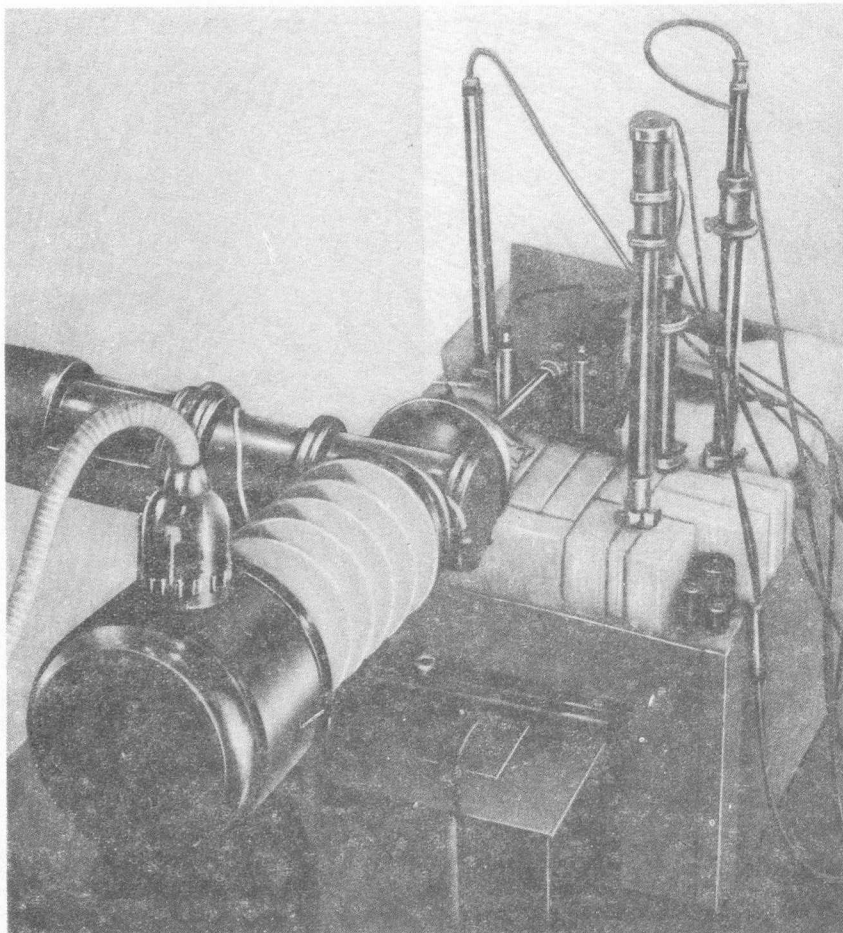
10. ábra
A NIG-200 neutrongenerátor



11. ábra
A vezérlő pult



12. ábra
Targetáram-impulzusok



13. ábra
A NIG-200 mérési helyzetben ZR-4 zérusteljesítményű
reaktornál

áttértünk rozsdamentes acélra, ez itt teljesen megszüntette a nagyfeszültségű átütés okozta problémákat.

Az ionforrásból 15 mA-es áramot tudunk reprodukálható módon kivenni. A target síkjában mérhető foltátmérő 20-22 mm, ami jól egyezik a számított értékkel. A jelenlegi méréseknél 14 mm átmérőjű targetet használunk, az erre jutó 5 mA ionáram eddig kielégítőnek bizonyult. Amint ennek a szükségessége felmerül, nagyobb átmérőjű targetre való áttéréssel az ionnyaláb teljes áramát ki fogjuk használni.

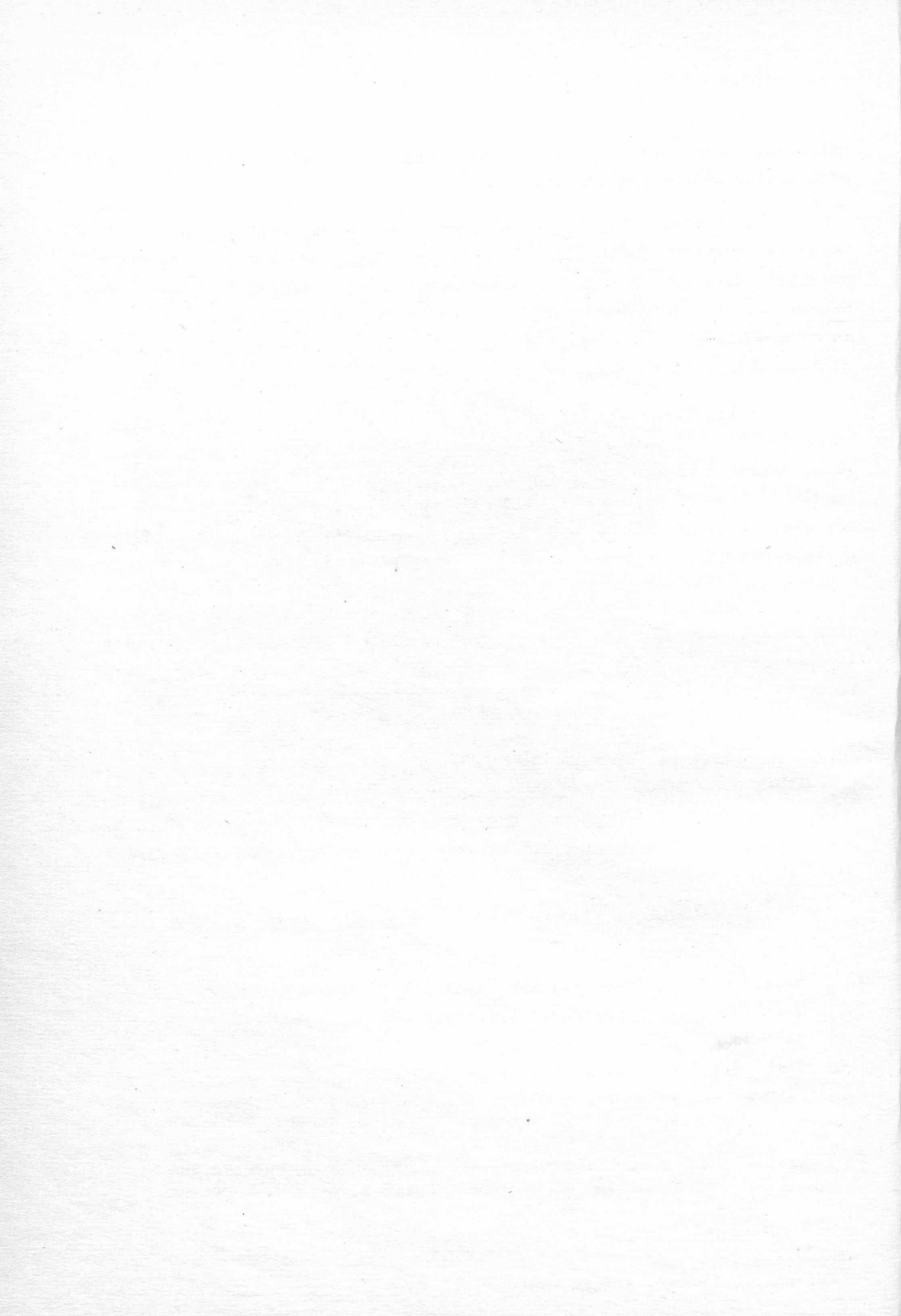
A 12. ábrán a targeten kapott három különböző hosszúságú áramimpulzus EMG 1546 típusú oszcilloszkóppal felvett képét láthatjuk. Az impulzusokat 1 kohmos ellenállásról vettük le, tehát $1 \text{ V} \approx 1 \text{ mA}$. A szekundér elektronok visszaszorítására ellenteret alkalmaztunk. Az impulzusok alatt feltüntettük az oszcilloszkóp vízszintes és függőleges léptékét, a kihuzófeszültség és az oszcillátor anódfeszültség értékét.

A neutrongenerátor próbaüzeme 1968. áprilisában volt. A próbaüzem után a neutrongenerátort a ZR-4 zérusteljesítményű reaktor mellett állítottuk fel /13. ábra/, ahol eddig tranziens reaktorállapotok vizsgálata, valamint pulzált reaktivitás-mérések céljára üzemeltettük [5],[6].

A neutrongenerátor tervezésében, ill. gyártásában a Reaktorfizikai és Technikai Laboratóriummal együttműködött a Szerkesztési és Kísérleti Osztály, a Műszaki Kísérleti Üzem, a Mérésautomatizálási Laboratórium, az Elektronikus Fejlesztési és Kísérleti Üzem, a Reaktor Üzem. Valamennyi közreműködőnek ehelyütt is szeretnénk köszönetünket kifejezni.

I r o d a l o m

- [1] Madarász Z. és Azabó Z.: KFKI Közl., 11, 421-423 /1963/
- [2] Szerbinov, A.N.: Morokova, V.I.: PTE 27-31 /1960/
- [3] Garamszegi L.: Megjelenés alatt.
- [4] Szabó Z.: KFKI Közl., 15, 367-372 /1967/
- [5] Gyimesi Z., Valkó J.: 5 RC/25, 5th Conference on Physics and Technique of Research Reactors, Warsaw, December 16-21, 1968.
- [6] Szatmári Z., Turi L.: 5 RC/31, 5th Conference on Physics and Technique of Research Reactors, Warsaw, December 16,21, 1968.



ITTRIUM MATRIX RITKAFÖLDFÉM SZENNYEZŐINEK KONCENTRÁLÁSA ÉS MEGHATÁROZÁSA

Irtta: Kulus Éva, Molnár Ferenc és Szabó Elek

Összefoglalás

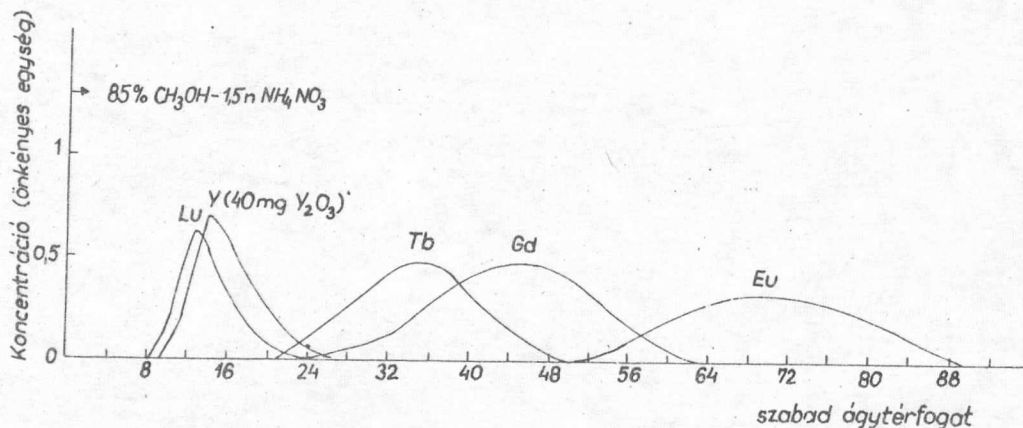
Módszert írtunk le ittrium matrixban lévő ritkaföldfém szennyezők anioncserés dusicítására és a dusicított szennyezők neutronaktiválásos eljárással történő meghatározására.

Előző munkánkban [1] a cérium csoportu ritkaföldfém matrixok összes ritkaföldfém szennyezői anioncserés koncentrálásának lehetőségeit vizsgáltuk. Megállapítottuk, hogy a cérium csoportu matrixok valamennyi ritkaföldfém szennyezője - a matrixnál nehezebb szomszédos szennyező kivételével - részben vagy egészben elválasztható a matrixtól. Jelen munkában ezen vizsgálatokat kiterjesztjük az ittriumra, és eljárást írunk le az előzetesen dusicított ritkaföldfém szennyezők neutronaktiválásos módszerrel történő meghatározására.

Eredmények és tárgyalásuk

Ritkaföldfém szennyezőknek makromennyiségű ittriumtól való ioncserés elválaszthatóságát 6 mm x 250 mm-es Dowex 1x8 /200-400 mesh, nitrát forma/ oszlopon, már korábban közölt kísérleti technikával tanulmányoztuk [1]. Az eredményeket az 1. ábra mutatja. Látható, hogy az ittriumtól - az adott ioncserés rendszerben - csak a diszpróziumnál könnyebb ritkaföldfém szennyezők választhatók el. Bár a diszprózium elválasztási hozamát nem határoztuk meg, azt tapasztaltuk, hogy a diszpróziumnak az ittriumtól elválasztható mennyisége szintén elégséges az analitikai meghatározáshoz.

Az ittriumot a 28. frakcióig eluálva, a terbium 75%-a a gadolinium 97%-a, a gadoliniumnál könnyebb szennyezők 100%-a marad az oszlopon. Ezeket - az ittrium eluciója után - kb. 3 ml 0,02 M-os salétromsavval oldhatjuk le. Ezzel a dusicítási eljárással 10^6 -szoros dusicítás könnyen elér-

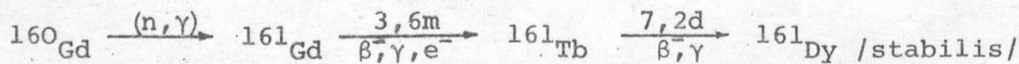


1. ábra

Mikromennyiségű ritkaföldfém szennyezők elválasztása makromennyiségű ittriumtól. Oszlop: 6 mm x 250 mm Dowex 1x8 /200-400 mesh, nitrát forma/. $t = 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

hető. Mivel mikromennyiségű ritkaföldfémeknek egymástól való elválasztása, pl. a szokásos kationcserélős - α - hidroxizobutirátos módszerrel, könnyen kivitelezhető, a matrixtól elkülönített szennyezők meghatározása már nem okoz nehézséget. A meghatározást bármely alkalmas módszerrel véghezjűk. Azonban - különösen nagy tisztaságú termékek analízise esetén - leginkább a neutronaktivációs módszer javasolható.

Ritkaföldfémeket neutronokkal aktiválva, a képződő radioaktív izotópok némelyike nem stabilis maggá, hanem a szomszédos kémiai elem megfelelő radioaktív izotópjává alakul. A leányelem-képződés zavaró hatása szempontjából az alábbi folyamat a leglényegesebb:



A ^{161}Tb aktivitásának és a $^{159}\text{Tb} /n, \gamma / ^{160}\text{Tb}$ folyamatban képződő ^{160}Tb aktivitásának aránya 10 órás besugárzás befejezésének időpontjában $7,7 \cdot 10^{-2}$, ha a minta a terbiiumot és gadoliniumot azonos mennyiségben tartalmazza. Ez az arány a bomlási idő növekedésével csökken ugyan, de meglehetősen lassan; kb. 20 nap múlva éri el a 10^{-2} értéket. A ^{161}Tb zavaró hatása azonban más módon kiküszöbölhető. Mivel a ^{161}Tb maximális γ -energiája 0,106 MeV [2], a ^{160}Tb pedig számos, nagyobb energiájú γ -t emittál, megfelelő energiadiszkriminációval biztosítható, hogy a mérőberendezés csak a ^{160}Tb aktivitását regisztrálja.

Amennyiben a diszprózium meghatározása is szükséges, és a dúsított szennyezőket α -hidroxi-izobutirátos elucióval választjuk el egymástól, figyelembe kell venni, hogy a szennyezők koncentrációja nyomnyi mennyiségű ittriumot is tartalmazhat. Ismeretes ugyanis, hogy kationcserélős- α -hidroxi-izobutirátos rendszerben az ittrium és a diszprózium nem választhatók szét egymástól. Azonban az ittrium zavaró hatása bomlásgörbe-analízis útján kiküszöbölhető.

A dúsítás és meghatározás módszere

40 mg ittrium-oxidot kis feleslegű 5 M-os forró salétromsavban oldottunk. Oldódás után 0,5 ml 4 M-os metanolos litium-nitrát oldatot adtunk hozzá, majd 50 °C-ra fűtött és az eluens 3-4 ágytérfogatónyi mennyiségével előkezelte, 6 mm x 250 mm Dowex 1x8 /200-400 mesh, nitrát forma/ ágyat tartalmazó oszlopra vittük fel. Az oldat áramlási sebessége a szorpciós lépésben: 0,5 ml/cm² perc. Szorpció után az ágy feletti oszlop-részt az eluenssel öblítettük és az ittriumot 28 szabad ágytérfogatónyi /72,5 ml/ 85 % CH₃OH -0,01 M HNO₃-1,5 M NH₄NO₃ összetételű oldattal eluáltuk. Az eluens áramlási sebessége: 2 ml/cm² perc. Az ittrium eluciója után a ritkaföldfém szennyezőket 1,5 szabad ágytérfogatónyi 0,02 M-os salétromsavval oldottuk le a gyantáról.

A szennyezők salétromsavas oldatát csiszoltdugós kvarc edénykébe vittük át és infra-lámpa alatt szárazra pároltuk. A kvarc edénykét kb. 10¹³ n/cm² sec fluxusu neutronokkal sugároztuk be, 10 órán keresztül. Egyidejűleg, azonos helyen, ismert mennyiségű ritkaföldfémek /0,01 μ g Eu + + 0,1 μ g Pr, Dy + 1 μ g La, Sm, Gd + 10 μ g Ce, Nd, Tb/ keverékét is aktiváltuk.

Az aktivált szennyezőket néhány csepp 0,1 M-os sósavban oldottuk. Az oldatot 2 mm x 100 mm méretű Dowex 50x8 /-400 mesh, ammónium forma/ ágyra vittük fel. Szorpció után a gyantát 3 ágytérfogatónyi 0,1 M-os ammónium-kloriddal, majd 2 ágytérfogatónyi desztillált vízzel mostuk. A ritkaföldfém szennyezőket ammónium- α -hidroxi-izobutirátos elucióval választottuk szét [3], [4]. Az effluentet, műanyag lapocskákon, cseppenként fogtuk fel.

A standarddal ugyanugy jártunk el, mint a szennyezőket tartalmazó mintával.

Az egyes elemeknek megfelelő cseppeket egy-egy csiszoltdugós kémcsőbe gyűjtöttük össze. Radioaktivitásukat furt-lyukas NaI /Tl/ kris-

tállyal ellátott szcintillációs berendezéssel mértük, úgy, hogy a szennyező elem aktivitásának mérése után azonnal mértük a megfelelő standard aktivitását.

A szennyezők mennyiségét az alábbi képlettel számítottuk:

$$x = 5 \cdot 10^4 \frac{M \cdot m_s \cdot a_m}{A \cdot Y \cdot a_s \cdot q} \text{ } \mu\text{g Ln}_2\text{O}_3/\text{g Y}_2\text{O}_3$$

ahol

- M - a szennyező elem háromértékű oxidjának molekulásúlya;
A - a szennyező elem atomsúlya;
 m_s - a szennyező elem mennyisége a standardban / μg / ;
Y - a szennyező elem anioncserés elválasztási hozama /%/ ;
 a_m - a szennyező elem radioaktivitása a mintában;
 a_s - a szennyező elem radioaktivitása a standardban;
q - a vizsgálandó minta / Y_2O_3 / mennyisége /mg/ .

I r o d a l o m

- [1] Molnár F. és Lebegyev, N.A.: KFKI Közl., 16, 205 /1968/, J. Radionat. Chem., közlés alatt.
[2] Б.С. Желепов, Л.К. Пекер: Схемы распада радиоактивных ядер. стр. 475, Изд. Акад. Наук СССР, Москва-Ленинград, 1958.
[3] Vobecký, H., Maštálka, A.: Coll. Czechoslov. Chem. Comm., 28, 709 /1963/
[4] Molnár F., Horváth A., Khalkin, V.A.: Preprint 2670. Dubna, 1966.; J. Chromatog., 26, 225 /1967/

Érkezett: 1968. okt. 3.

KFKI Közl. 17.évf. 1.szám, 1969.

METEORITOK MAKROKOMPONENSEINEK MEGHATÁROZÁSA RONCSOLÁSMENTES AKTIVÁCIÓS ANALIZISSSEL

Irta: Csajka Mária, Lavrukhina A. K. és Szabó Elek

Összefoglalás

Meteoritok főkomponenseinek - Mg, Al, Ni, Co, Mn, Fe és Si - meghatározását végeztük el roncsolásmentes aktivációs analízissel. A meghatározásokat 2 mg vagy ennél kisebb súlyú mintákból a besugárzás folyamán létrejövő rövid felezési idejű izotópok segítségével hajtottuk végre. Ismertetjük az analízisek menetét és a kapott eredményeket.

Az aktivációs analízist egyre elterjedtebben alkalmazzák meteoritok összetevőinek meghatározására. Példaképpen említhetjük meg, hogy az aktivációs analízis segítségével kapták a legpontosabb eredményeket a ritkaföldfémek elterjedettségéről [1-3]. Ezek az adatok jelentős mértékben elősegítik a nukleoszintézis elméletének fejlődését [4-6], valamint a különböző meteoritok közötti genetikai kapcsolatok megállapítását [7-9]. A meteoritok keletkezésének és fejlődésének problémája nem oldható meg, ha nem ismerjük az elemek gyakoriságára vonatkozó törvényszerűségeket a meteoritot alkotó egyes fázisokban és ásványokban. Ennek vizsgálata sokáig nehézségekbe ütközött, mert az alkalmazott analitikai eljárások, még makrokomponensek /Fe, Mg, Si, Al, K, Na, stb./ meghatározásánál is csak akkor adtak kielégítő eredményeket, ha 1-10 grammos próbákból indultak ki. Mivel ilyen nagy mennyiségben nagyon nehéz ugyanolyan fázisu, ill. ásványi összetételű anyagot összegyűjteni, alig rendelkezünk olyan adatokkal, amelyek a meteoritot tartalmazó egyes fázisok összetételét adják meg. Az aktivációs analízis jó lehetőséget ad ezeknek az elemzéseknek az elvégzéséhez. Különösen jelentős a roncsolásmentes aktivációs - analízis, amelynek segítségével több elem egyidejű meghatározása lehetséges 0,1 mg-nál nem kisebb bemérésekből [10.] A módszerrel nátriumot, mangánt, kobaltot, nikkelt, vasat, rezt, szkandiumot és krómot határoztak meg [11, 12] vas- és kőmeteoritokban, továbbá egyes kondrákban és egyedi ásványokban is. Sajnos, néhány esetben még ezzel a módszerrel sem érhető el a megfelelő érzékenység, ha néhány milligrammos anyagmennyiségből

indultunk ki. Például kőmeteoritok vastartalma csak akkor határozható meg kellő pontossággal $\pm 6\%$, ha 100 mg-nál nagyobb mintát alkalmazunk [11]. A szkandium és eurórium koncentrációja vasmeteoritokban olyan kicsi, hogy nagy neutronbefogási hatáskeresztmetszetük ellenére is csak 4 g-nál nagyobb bemérésekből végezhető el meghatározásuk [13].

Munkánk célja az volt, hogy gyors eljárást dolgozzunk ki meteoritok fő komponenseinek roncsolásmentes meghatározására rövid felezési idejű izotópok segítségével /Mg, Ni, Co, Al, Mn, Fe, Si/. Az ez irányú kísérletek első eredményeit a továbbiakban közöljük.

Vizsgálataink tárgyául két vasmeteoritot választottunk - a Szihote Alinszki vasmeteoritot és a Járdimlinszki vaserő Arusz példányát. Analizáltuk továbbá a Kunasak hipersztén kondrit világos frakciójából mikroszkóp alatt kiválogatott nikkel-vas és troilit monoásványu frakcióit, valamint a Lipovszki Hutor pallaszit szilikátos frakciójából kiválogatott olivin-krizolit egyes kristályait.

Kísérleti rész

A besugárzásokat a Központi Fizikai Kutató Intézet /Budapest/ VVR-Sz típusu atomreaktorában a reaktorba beépített pneumatikus csőposta segítségével végeztük [14], így az aktivált minták a besugárzás befejezése után 5 sec-mal a laboratóriumba kerülnek. A neutronfluxus értéke a csőposta helyén kb. $5 \cdot 10^{12}$ n/cm² sec, ennek mintegy 10%-a gyorsneutron. A mintákat 20-40 sec-on keresztül aktiváltuk. A besugárzásokat kadmiumtokban és anélkül is elvégeztük, hogy különbséget tegyünk a gyors és a termikus neutronok indukálta magreakciókkal létrehozott aktivitások között.

A standardokat a vizsgált elemek ismert koncentrációju nitrát oldatából készítettük úgy, hogy az oldatok mért térfogatát hamumentes szűrőpapírra cseppentettük, majd infralámpa alatt megszáritottuk. Kivételt képezett a mgnézium és a szilícium, amelyhez standardként ismert mennyiségű p.a MgO-t, ill. SiO₂-t mértünk be, valamint a vas, amelyhez a Szihote Alinszki meteorit ismert mennyiségét használtuk standardként kőmeteoritok elemzésénél. A standardokat és mintákat vékony polietilén fóliába csomagoltuk, minden standardból, ill. mintából egyet 1 mm vastagságú kadmiumtokba tettünk, majd a kadmiumburkolat nélküli mintákkal együtt ugyanazon besugárzó testben helyeztük el és egyidejűleg sugároztuk be.

Besugárzás után felvettük a minták, ill. standardok γ -spektrumát. A mérésekhez 3"x3" NaJ/Tl/ kristályt és 256 csatornás amplitudó ana-

lizátort használtunk, a kristály felbontóképessége 8% volt. A radioaktív mintákat, ill. standardokat a következő sorrendben mértük: kadmiumburkolat nélkül besugárzott minta, a legrövidebb felezési idejű elem kadmium nélkül besugárzott standardja, kadmium csomagolásban besugárzott minta, a legrövidebb felezési idejű elem kadmium csomagolásban besugárzott standardja. Ugyanigy folytattuk a méréseket a hosszabb felezési idejű radioaktív izotópok meghatározására is. Az egyes izotópok pontos azonosítására, valamint az azonos γ -energiájú fotocsucok időbeli felbontására /pl. ^{56}Mn $E = 0,85$ MeV és ^{27}Mg $E = 0,84$ MeV/ ismételten mértük a minta γ -spektrumát. A γ -spektrumok kiértékelését a fotocsuc magassága alapján végeztük a háttér és nagyobb energiájú csucok Compton tartományának kivonása után. A nagyon rövid felezési idejű izotópoknál ^{28}Al $t_{1/2} = 2,3$ perc, ^{60}Co $t_{1/2} = 10$ perc, ^{27}Mg $t_{1/2} = 9,5$ perc/ a minták és standardok aktivitását ugyanazon mérési időpontra vonatkoztattuk a keresett elem mennyiségének kiszámításához.

Néhány nap múlva, a minta, ill. standardok aktivitásának teljes lebomlása után a meghatározásokat megismételtük.

A párhuzamos magreakciók zavarásának kiküszöbölése

A gyorsneutronok által létrehozott párhuzamos magreakciók zavarásának mértéke különböző módszerekkel vehető figyelembe. Például a kőmeteoritokban jelenlévő nagymennyiségű szilícium a $^{28}\text{Si}/n$, $p/^{28}\text{Al}$ magreakcióval zavarja az alumínium meghatározását. Ezt úgy küszöbölték ki, hogy a mintával együtt 100 mg tiszta szilíciumot is besugároztak és annak ismeretében, hogy a kőmeteoritok átlagos szilíciumtartalma 17%, számításal alkalmaztak korrekciót [12-15]. A gyorsneutronokkal létrehozott magreakciók úgy is kiküszöbölhetők, ha a minták besugárzása a reaktor olyan helyén történik, ahol a neutronfluxus csaknem teljesen termikus. Ezt a lehetőséget használták ki mangán, kobalt, nikkel és nátrium meghatározásánál [12], azonban a kis neutronfluxus miatt ezek között a feltételek között nem érhető el nagy érzékenység.

Kísérleteinkben azt az általános módszert követtük a gyors-, ill. lassoneutronokkal indukált aktivitások megkülönböztetésére, hogy a besugárzást kadmiumburkolatban és anélkül is elvégeztük, majd a mért aktivitásértékekből a következő számításal határoztuk meg az egyes magreakciókhoz tartozó aktivitásértékeket. A kadmiumköpeny nélkül aktivált mintákban egy adott i -dik radioaktív izotóp aktivitása $|A_m^i|$ a termikus neutronokkal létrehozott $/n, \gamma$ / reakció eredményeképpen keletkező $|A_1^i|$ ill. a gyorsneutronokkal létrehozott $/n,p/$, $/n,2n/$ és $/n, \alpha$ / magreak-

ciókkal keletkező A_2^i aktivitás összege:

$$A_m^i = A_1^i + A_2^i \quad /1/$$

A kadmium csomagolás a kadmium nagy termikus neutron befogási hatáskeresztmetszete miatt a lassuneutronokat gyakorlatilag teljesen elnyeli, míg a gyorsneutronokat változatlanul keresztülengedi, ezáltal az (n, γ) reakció lejátszódásának valószínűsége erősen lecsökken és így a kadmium nélkül besugárzott minta A_2^i aktivitásának csak egy kis a hányda keletkezik. A gyorsneutronokkal létrehozott magreakciók csaknem változatlanul lejátszódnak, a keletkező aktivitás kismértékben, egy b faktor erejéig tér csak el a kadmium nélkül besugárzott minta A_2^i aktivitásától. Az i radioaktív izotóp teljes aktivitása kadmiumban történő besugárzás után tehát a következő összeggel fejezhető ki:

$$A_m^i / Cd = a A_1^i + b A_2^i \quad /2/$$

a és b koefficiens értékét a megfelelő elemekből készített standardok segítségével határozhatjuk meg:

$$a = \frac{A_{st}^1 / Cd}{A_{st}^1} \quad b = \frac{A_{st}^2 / Cd}{A_{st}^2} \quad /3/$$

Az egyenletek alapján a termikus neutronokkal létrehozott aktivitás:

$$A_1^i = \frac{A_m^i / Cd - b A_m^i}{a - b} \quad /4/$$

A gyorsneutronokkal létrehozott aktivitás pedig:

$$A_2^i = \frac{A_m^i / Cd - a A_m^i}{b - a} \quad /5/$$

Az aluminium meghatározása

[12, 15, 16] közleményben 10 különböző kondrit aluminium tartalmának meghatározásáról számolnak be. A minták sulya 20-120 mg, az alkalmazott neutronfluxus 10^{10} n/cm² sec, a meghatározás pontossága $\pm 10\%$ volt. Az aluminium mennyisége a különböző típusu és szerkezetű kondritokban 1,14 és 1,55% között változott.

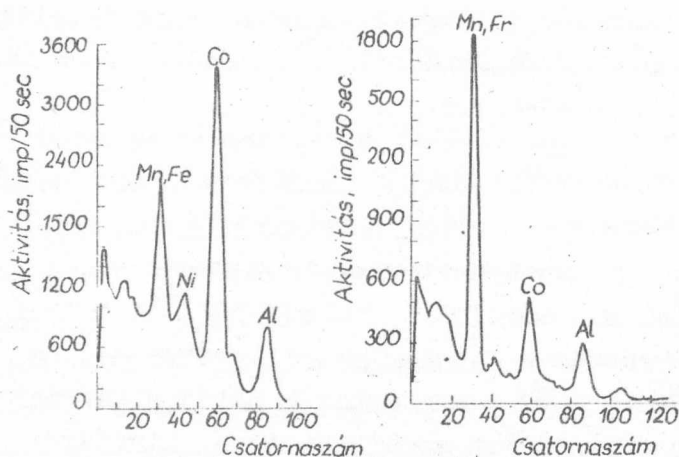
Vizsgálataink során a Lipovszki Hutor pallaszit olivin kristálya, a Kunasak kondrit troilit és nikkél-vas fázisának, valamint vasmeteoritok alumíniumok tartalmának meghatározását végeztük el, ez utóbbiak alumínium tartalma jelentősen kisebb, mint a kondritoké.

Az alumíniumot az $^{27}\text{Al}/n, \gamma / ^{28}\text{Al} / t_{1/2} = 2,3$ perc/ magreakcióval keletkező ^{28}Al 1,78 MeV-es fotocsucsá alapján határoztuk meg /az ^{27}Al gyakorisága 100 %, a reakció hatáskeresztmetszete 230 mbarn/. A $^{28}\text{Si}/n, p / ^{28}\text{Al}$ és a $^{31}\text{P}/n, \alpha / ^{28}\text{Al}$ magreakciókkal keletkező ^{28}Al mennyiségét kadmiumtokban végzett besugárzás segítségével határoztuk meg /a ^{28}Si gyakorisága 92,18 %, a ^{31}P -é 100 %, a magreakciók hatáskeresztmetszete 4, ill. 2 mbarn a reaktor neutronokra vonatkoztatva/. Standardként 10^{-4} g alumíniumot használtunk. A kapott adatokat a táblázatban közöljük.

A szilícium meghatározása

Meteoritok szilícium tartalmának meghatározásával viszonylag sokat foglalkoztak [19-22]. A besugárzást 14,1-14,5 MeV-es neutronokkal végezték, a $^{28}\text{Si}/n, p / ^{28}\text{Al}$ magreakció hatáskeresztmetszete ebben az energiatartományban 220 mbarn. 119 különböző típusu kőmeteoritra adtak meg adatokat - ezek szilícium tartalma az I. típusu szénkondritoktól a II. típusu fehér kalciumos akondrit típusig 10,8 és 26 % között változik. Négy párhuzamos mérés szórása ± 3 % volt [21].

Kísérleteinkben reaktorban történő aktiválás segítségével párhuzamosan határoztuk meg a vizsgált meteoritok alumínium és szilícium tartalmát. A $^{28}\text{Si}/n, p / ^{28}\text{Al}$ magreakció hatáskeresztmetszetértéke 55-ször kisebb a reaktor neutronainak energiaeoszlására vonatkoztatva, mint 14 MeV-es neutronokra ugyanakkor a gyors neutronfluxus 10^3 -ször nagyobb a reaktorban, mint neutrongenerátornál ezért ha minták alumínium tartalma a szilíciumhoz viszonyítva kicsi, reaktor besugárzással jobb meghatározási érzékenység érhető el. Standardként 1-2,5 mg tiszta SiO_2 -t használtunk, a szilícium mennyiségét az /5/ egyenlet segítségével számítottuk ki. A táblázat adatai mutatják, hogy még 20-30-ször kisebb bemérések esetén is lényegesen kisebb mennyiségű szilíciumot sikerült meghatározni /0,5 absz. %/, mint a [19-21] irodalomban szereplő érzékenységi adatok. A szilícium meghatározását a $^{31}\text{P}/n, \alpha / ^{28}\text{Al}$ magreakció zavarja, a zavaró hatás azonban kisebb, ha a besugárzást reaktorban végezzük /a hatáskeresztmetszetek aránya $\sigma_{\text{pi}} / \sigma_{\text{p}}$, a reaktor-neutronok energiaeoszlására vonatkoztatva 2, míg 14 MeV-es neutronokra



1. ábra

No.2302 Arusz vasmeteorit
 γ -spektruma

- a/ 45 sec-on keresztül kadmiumentek nélkül aktivált 7,7 mg súlyu minta γ -spektruma, a mérést 2 perc 10 sec-mal a besugárzás befejezése után kezdtük meg,
- b/ 45 sec-on keresztül kadmiumentek nélkül aktivált 11,4 mg súlyu minta γ -spektruma, a mérést 7 perc 3 sec-mal a besugárzás befejezése után kezdtük meg.

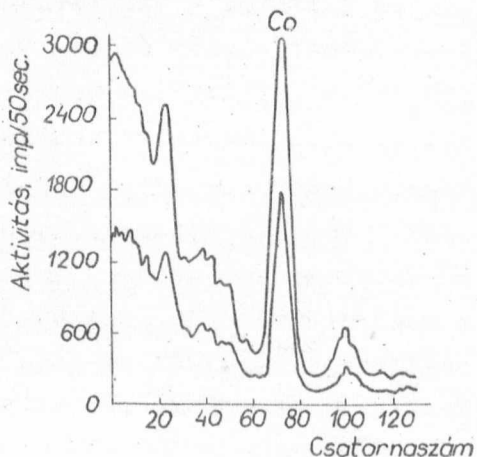
csak 1,5/. Minthogy kőmeteoritok csak kis mennyiségben tartalmaznak foszfort /0,1 % alatt/, ez a zavaró hatás elhanyagolható. Vasmeteoritokban a foszfor mennyisége nagyobb mint a szilíciumé [1] , valószínűleg ezzel magyarázható, hogy az Arusz meteoritban a vártnál nagyobb koncentrációban találtunk szilíciumot. Az aktivációs és a kémiai analízis átlagos eltérése 1,6 absz. %, ill. 10 rel. % volt.

A kobalt meghatározása

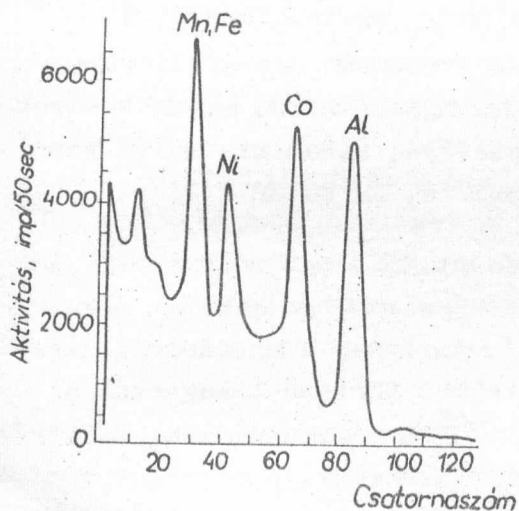
A kobalt meghatározását általában a hosszú felezési idejű ^{60}Co / $t_{1/2} = 5,27$ év/ segítségével végzik el. Vizsgálatainknál a rövid felezési idejű $^{60\text{m}}\text{Co}$ / $t_{1/2} = 10,5$ perc/ radioaktív izotópot használtunk, így a meghatározást a többi rövid felezési idejű izotóppal együtt elvégezhetjük /2. ábra/. A zavaró $^{60}\text{Ni}/n,p/^{60\text{m}}\text{Co}$ és $^{63}\text{Cu}/n, \alpha /^{60\text{m}}\text{Co}$ magreakciók ha-

2. ábra

No.203 Szihote Alinszki vaseső 4,6 mg-os mintájának γ -spektruma /a mintát kadmiumentek nélkül aktiváltuk, a felső és az alsó görbe felvétele között 7,3 perc telt el/.



táskeresztmetszete szerencsére kicsi és így hatásuk még viszonylag nagy-mennyiségű nikkel jelenlétében sem nagy /Ni:Co= 10:1/. Ennek a zavarás-nak a mértékét kadmiumtokban történő besugárzással ellenőriztük, ez pél-dául az Arusz meteoritnál 10%-ot tett ki. A standardok 0,0474 mg kobal-tot tartalmaztak. A vizsgált minták kobalt tartalmát a táblázatban tűn-tettük fel. Az átlagos szórás 2-3 ismételt besugárzásnál 6% körül volt, az átlagos eltérés az aktivációs és kémiai analizisek adatai között az Arusz meteoritnál 0,07 absz. %, ill. 14 rel. %. A Kunasak kondrit eseté-ben a kobalt tartalmát is nagyinak találtuk ugyanugy, mint az alumíniumot és a nikkelt /3. ábra/.



3. ábra

No.1724 szürke módosulatu Kunasak kondritből kiválasztott 2,6 mg sulyu troilit frakció γ -spektruma /45 sec-os aktiválási időt alkalmaztunk, a besugárzást kadmiumtok alkalmazása nélkül hajtottuk végre; a besugárzás végétől a mérés meg-kezdéséig 3 perc 10 sec telt el/.

A nikkel meghatározása

A nikkel roncsolásmentes aktivációs analitikai meghatározását négy vasmeteoritban végezték el, 20-120 mg-os beméréseket alkalmaztak [12]. Habár a $^{64}\text{Ni}/n, \gamma$ / ^{65}Ni magreakció hatáskeresztmetszete relative nagy /1,6 barn/, a nikkel kis gyakorisága /1,16 %/ és a ^{65}Ni relative hosszú felezési ideje miatt a meghatározás érzékenysége elég rossz. A módszer így nem alkalmazható kőmeteoritok nikkel tartalmának meghatározására, még kevésbé alkalmas monominerális frakciók kis mintáinak elemzésénél.

Vasmeteoritok nikkel tartalmát az 1,09 MeV energiájú fotocsucs alapján határoztuk meg /1a és 3. ábra/. A minták és standardok aktivitá-sát 1 órával a besugárzás befejezése után mértük, hogy elkerüljük a ^{27}Mg

zavarását, amelynek 1,01 MeV-nél szintén van fotócsucs. Kadmiumtokban történő besugárással a $^{65}\text{Cu}/n,p/^{65}\text{Ni}$ és $^{68}\text{Zn}/n,\alpha/^{65}\text{Ni}$ magreakciók zavarását határoztuk meg. Ezek a magreakciók az Arusz meteoritnál 15 %-kal növelik a ^{65}Ni összaktivitását. A standardok 0,0048 mg. nikkelt tartalmaztak. Az eredmények szórása 2-4 párhuzamos mérésnél 1-2 relatív %. Az aktivációs és kémiai analízis eredményeinek eltérése a Szihote Alinszki meteoritnál 0,54 absz. %, ill. 10 rel. %.

A mangán meghatározása

Az aktivációs analízist eddig csak kőmeteoritok mangán tartalmának meghatározására alkalmazták [12], ehhez 20-120 mg-os beméréseket készítettek. Három kondrit átlagos mangán tartalma $0,32 \pm 0,02$ % volt. Minthogy a $^{55}\text{Mn}/n,\gamma/^{56}\text{Mn}$ magreakció hatáskeresztmetszete nagy és az ezt zavaró $^{56}\text{Fe}/n,p/^{56}\text{Mn}$ magreakció hatáskeresztmetszete kicsi /13,3 barn, ill. 1,04 mbarn/ a módszer nemcsak 0,1 mg/11/ súlyu egyes kondrák mangán tartalmának meghatározását teszi lehetővé, hanem kis súlyu vasmeteoritok mangán tartalmának meghatározását is, ha $\text{Fe}:\text{Mn} = 10^5:1$.

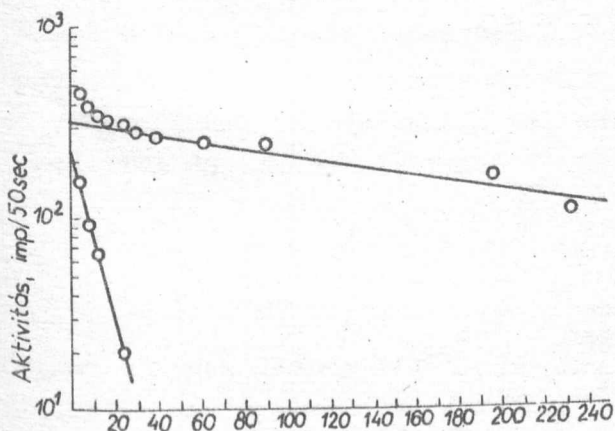
A mangánt a 0,85 MeV-es fotócsucs alapján határoztuk meg. Az aktivitás mérését 2 órával a besugárzás befejezése után kezdtük meg, ezalatt elbomlik a $^{27}\text{Mg} /t_{1/2} = 9,5$ perc/, amelynek a mangánéval megegyező 0,84 MeV-es fotócsucs van. Kadmiumtokban történő besugárással meghatároztuk a $^{56}\text{Fe}/n,p/^{56}\text{Mn}$ és $^{59}\text{Co}/n,\alpha/^{56}\text{Mn}$ magreakciókkal keletkező aktivitást. A standardok 10^{-4} mg. mangánt tartalmaztak. A Szaratov kondrit /No. 308-as példány/ MnO tartalma $0,33 \pm 0,2$ %-nak adódott; ami jó egyezést mutat a kémiai analízisekkel kapott 0,31 %-kal [24]. Adataink szórása 0,2 absz. %, ill. 6 rel. %. Vasmeteoritoknál a nagy vastartalom miatt /pl. az Arusz vizsgált mintájában 93,19 % vas van [23] /, az említett párhuzamos magreakció zavarása viszonylag nagy; így az Arusz meteoritnál a teljes ^{56}Mn aktivitás 91 %-a vasból származik /1/a és b ábra/. A meghatározásnál mégis viszonylag kicsi a statisztikus hiba, mert a teljes aktivitás, ill. a mangántól származó aktivitás értéke eléggé nagy. Ezáltal lehetővé vált, hogy vasmeteoritok mangán tartalmát $5 \cdot 10^{-4}$ % érzékenységgel meghatározzuk; a szórás értéke 10^{-3} % mangán tartalomnál /Arusz meteorit/ ± 5 % volt. Eddig nagyon kevés adat állt rendelkezésünkre vasmeteoritok mangán tartalmára vonatkozóan - három meteorit kémiai analízisének $2 \cdot 10^{-3}$ % átlagértéket kaptak [1], a Szihote Alinszki vasmeteoritot pedig spektrálanalízissel vizsgálták és megállapították, hogy mangán tartalma $1 \cdot 10^{-3}$ %-nál kisebb [18].

A magnézium meghatározása

Aktivációs analizissel eddig nem határoztak meg meteoritokban magnéziumot. Vasmeteoritoknál ez nem is látszik célszerűnek a nagy vas és kis magnézium tartalom $/1 \cdot 10^{-3} \%$ $/1/ /$, valamint a meghatározás relative kis értékenysége miatt $/a^{26}\text{Mg}$ gyakorisága 11,29 %, a $^{26}\text{Mg}/n, \gamma / ^{27}\text{Mg} / t_{1/2} = 9,5$ perc/ magreakció hatáskeresztmetszete 30 mbarn/. Ezenkívül az alumínium tartalom, amely a $^{27}\text{Al}/n, p / ^{27}\text{Mg}$ párhuzamos reakciót adja, vasmeteoritokban megegyezik a magnéziummal, ami feltétlenül szükségessé teszi a fenti reakció súlyának figyelembevételét, és ez jelentős mértékben nehezíti a magnézium meghatározását.

Kőmeteoritokban sokkal kevesebb vas van $/\text{átlagosn } 25,7\%$ $/1/ /$ és az átlagos magnézium+alumínium arány 10:1 $/1/$. Ezért kőmeteoritoknál a feltételek kedvező megválasztása esetén a magnézium a többi alapkompone-nssal együtt roncsolásmentes aktivációs analizissel meghatározható.

A meghatározás a 0,84-0,85 MeV-es csucs - amely a ^{27}Mg és a ^{56}Mn aktivitásának összegét adja - bomlási görbéjének felbontásán alap-szik $/4. \text{ ábra}/$. A két izotóp felezési ideje közötti nagy különbség $/16,5\text{-szörös}/$ lehetővé teszi, hogy a két komponenst a bomlási görbe alapján

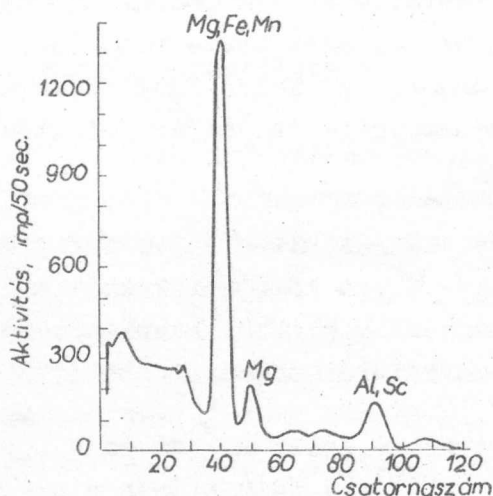


4. ábra

Aktivált Szaratov kondrit 0,84 MeV-os fotocsucsának bomlási görbéje $/a$ besugárzás ideje 20 sec volt, a mérést 4 perccel a besugárzás befejezése után kezdtük meg/.

szétválasszuk. A görbe felbontása a magnéziumra nézve pontosabban végezhető el, ha rövid idejű besugárzást alkalmazunk és ha a besugárzás befejezésétől az aktivitás mérésének megkezdéséig eltelt idő a lehető legrövidebb. A meghatározás pontosságát befolyásolja a Fe:Si:Mg:Al:Mn elemek mennyiségi aránya is a vizsgált mintában. Pl. a Szaratov kondritban, ahol az említett arány 17,7:18:15:2,3:0,24, nem sikerült meghatározni a

magnéziumot. Ugyanakkor a Lipovszki Hutor pallaszit frakciójában, amelyben jelentősen kevesebb alumínium és vas, ill. több magnézium van jelen /az elemek aránya 7,6:19:,29,5:0,02:17/, a meghatározás jól elvégezhető. A minta 21% magnéziumot tartalmazott, a besugárzott minta spektruma az 5. ábrán látható.



5. ábra

A Lipovszki Hutor pallaszit szilikátos frakciójából kiválasztott olivin 2,4 mg-os mennyiségének γ -spektruma, /a besugárzást kadmiumtok nélkül végeztük, az aktiválás ideje 20 sec volt, a besugárzás végétől a mérés megkezdéséig 7 perc 30 sec telt el/.

A vas meghatározása

Vasmeteoritokban, ahol a vasnak a mangánhoz viszonyított mennyisége nagy, a $^{56}\text{Fe}/n,p/^{56}\text{Mn}$ magreakció segítségével a vas meghatározható. A csőpósta helyén a reaktorban a termikus és gyors neutronfluxus arány olyan, hogy a vas meghatározását csak akkor lehet elvégezni, ha a $\text{Fe}+\text{Mn}$ arány > 100 .

Összefoglalás

1/ $1 \cdot 10^{-3}$ % érzékenységgel alumíniumot határoztunk meg kis mennyiségű /néhány mg/ meteorit mintákból $\text{Al}:\text{Si} = 1:10$ aránynál. Az eredmények átlagos szórása 4 rel. % volt. Ezek az első adatok vasmeteoritok alumínium tartalmára vonatkozóan.

2/ Megvizsgáltuk, hogy hogyan zavarja a mintában jelenlévő alumínium és foszfor mennyisége a szilícium meghatározásának érzékenységét.

3/ Meteoritok kobalt tartalmát a rövid felezési idejű ^{60}mCo izotóp segítségével határoztuk meg. Az átlagos szórás ± 6 % volt.

Meteoritok Al, Si, Co, Mn és Ni-tartalma /súly %/

Meteoritok	Bemérés mg	Al, 10 ⁻³	Si	Co	Ni	Mn, 10 ⁻³
Szihote Alinszki No. 2093	4,6	1,69±0,07	-	0,49±0,004	5,4±0,1	0,6±0,1
Arusz No. 2302	7,7	1,90±0,04	0,97±0,06	0,49±0,02	5,4	1,10±0,05
Nikkel-vas fázis az No.1724 Kunasak meteorit- ból	4,4	1,62±0,04	0,46±0,03	0,57±0,04	10,8±0,1	6,65±0,37
Troilit fázis az No. 1724 Kunasak meteorit- ból [*]	2,6	15,0	13,4	1,6	-	23,0
Olivin pallaszit frakció a Lipóvszki Hutor meteorit- ból	5,2	14,8	15 ^{**}	-	-	170±20

* A gyors neutronos reakciók zavarásának figyelembevétele nélkül végzett analízis.

** Kémiai analízissel kapott adat.

4/ A roncsolásmentes nikkell meghatározás érzékenysége kicsi és ezért csak vasmeteoritok nikkell tartalmának meghatározására alkalmas. Az átlagos szórás 1-2 rel. %.

5/ A mangánra $5 \cdot 10^{-4}$ %-os meghatározási érzékenységet értünk el még nagy mennyiségű vas jelenlétében is /Fe:Mn = 10:1/. Az átlagos szórás ± 5 rel. %.

6/ Magnéziumot határoztunk meg mangán tartalmu meteoritokban.

7/ Vasmeteoritokban vasat határoztunk meg és megállapítottuk, hogy körülményeink között csak akkor végezhető el a meghatározása, ha a Fe:Mn arány > 100 .

I r o d a l o m

- [1] Явнель А.А.: О распространённости элементов в металлической фазе железных метеоритов и в хондритах. Метеоритика № 25, 1964.
- [2] Urey, H.C.: A review of atomic abundances in chondrites and the origin of meteorites. - Rev. Geophys., 2, No.1, 1964.
- [3] Лаврухина А.К.: Эффекты ядерных реакций, вызванных быстрыми протонами в метеоритах. Ядерная химия. Изд-во "Наука", М., 1965.
- [4] Burbidge, E.M., Burbidge, G.R., Fowler, W.A., Hoyle, F.: Synthesis of the elements in stars. - Rev. Mod. Phys., 29, No 4, 1957.
- [5] Лаврухина А.К.: Роль ядерных процессов в образовании химических элементов. Успехи химии, 28, № II, 1959.
- [6] Франк-Каменецкий Д.А.: Происхождение химических элементов. Успехи физ. наук, 68, № 3, 1959.
- [7] Мейсон Б.: Метеорика. Изд-во "Мир" М., 1965.
- [8] Левин Б.Ю.: Происхождение метеоритов. Успехи физ. наук, 86, № I, 1965.
- [9] Виноградов А.П.: Вещество метеоритов. Геохимия, № II, 1965.
- [10] Активационный анализ горных пород и других объектов. Изд-во ФАН, Ташкент, 1967.
- [11] Schmitt, R.A., Smith, R.H., Goles, G.G.: Abundances of Na, Sc, Cr, Mn, Fe, Co and Cu in 218 individual meteorite chondrules via activation analysis. - J. Geophys. Res., 70, No.10, 1965.

- [12] Fischer, D.F., Currie, R.L.: Instrumental activation analysis of meteorites involving both thermal and fast neutrons. Radiochemical methods of analysis Proc. Sympos. Salzburg 1964. okt. 19-23.
- [13] Лаврухина А.К., Кашкаров Л.Л., Колесов Г.М., Генаева Л.И.: Изучение распределения редких элементов между различными фазами каменных метеоритов методом нейтронно-активационного анализа Acad.Scient.Hung, 1967.
- [14] Активационный анализ. Felelős kiadó: Dénes Imre KFKI kiadás Budapest, 1966.
- [15] Fiescher, D.F.: The aluminium content of chondritic meteorites as determined by activation analysis. - Geochim. et Cosmochim. Acta, 28, No 5, 1964.
- [16] Fischer, D.F.: Non-destructive activation analysis of meteorites. - Meteoritics, 2, No 2, 1964.
- [17] Заварицкий А.Н., Кваша Л.Г.: Метеориты СССР, Изд-во АН СССР, М., 1952.
- [18] Янвель А.А.: Содержание некоторых микроэлементов в Сихотэ-Алинском метеорите. - Сихотэ-Алинский железный метеоритный дождь, Изд-во АН СССР, М., 1963.
- [19] Vogt, J.R., Ehmman, W.D.: An automated system for rapid and precise fast neutron activation analysis. Internat. J. App. Radiact. Isotop., 16, No 10, 1965.
- [20] Vogt, J.R., Ehmman, W.D.: The non-destructive determination of silicon and oxygen in meteorites by fast-neutron activation analysis. - Proc. Internat. Conf. Modern trends in activation analysis, 1965.
- [21] Vogt, J.R., Ehmman, W.D.: Silicon abundances in stony meteorites by fast neutron activation analysis. - Geochim. et Cosmochim. Acta 29, No5./1965/
- [22] Wing, J.: Simultaneous determination of oxygen and silicon in meteorites and rocks by non-destructive activation with fast neutrons. - Analyt. Chem., 36, No 3, 1964.
- [23] Кашкай М.А., Алиев В.И.: Структура и вещественный состав Ярымлинского железного метеоритного дождя. - Метеорика, № 20, 1961.
- [24] Дьяконова М.И., Харитонова В.Я.: Химический состав хондр метеоритов Никольское и Саратов. - Метеоритика, № 22, 1962.

SZILICIUM, ALUMINIUM ÉS FOSZFOR MEGHATÁROZÁSA BIOLÓGIAI ANYAGOKBAN NEUTRONAKTIVÁCIÓS ÉS SPEKTROFOTOMETRIÁS MÓDSZERREL

Irta: Orbán Éva, Ördögh Mária, Szabó Elek, Miskovits Gusztáv és Dubay Miklós

Összefoglalás

Eljárást dolgoztunk ki nyirokmirigyek szilícium, alumínium és foszfor tartalmának meghatározására. Roncsolásmentes neutronaktivációs analízissel határoztuk meg a minta alumínium tartalmát, valamint a szilícium és foszfor tartalom összegét. Külön a szilícium és külön a foszfor mennyiségét pedig a minta oldása után spektrofotometriásan határoztuk meg.

1. Bevezetés

A porártalmak, illetve a porbetegségek megállapítása és előrehaladottságának tisztázása az eddigi orvosi gyakorlatban a körelőzmény felvétele, a munkahely pontos ismerete, a mellkas röntgenfelvétele, légzésfunkciós vizsgálatok, próbakimetszés, valamint az utóbbi során nyert tüdőszövet szövettani vizsgálata alapján történt. Ezek a vizsgálatok nagy gyakorlati értékűeknek bizonyultak, a kapott kép független lehet azonban a belégzett por szilíciumtartalmától. Figyelemre méltó tény emellett az is, hogy a próbakimetszés a mellkas megnyitásával járó vizsgálatok közé tartozik és mint sebészi beavatkozás, nem közömbös a vizsgálandó egyénre nézve.

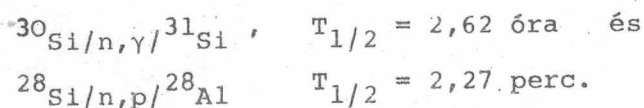
Ismert tény, hogy a belégzés alkalmával a szilíciumtartalmu por részben a tüdő alveolusaiba jut. A makrofagok és alveoláris hámsejtek bekebelezik és a por a tüdő intersticiumába, majd a tüdő nyirokhálózatába kerül. Feltehető, hogy főleg a kezdeti formákban, amikor még a nyirokérhálózat és a hilusi nyirokcsomók a szilícium miatt nem blokkoltak, az alveolustól távoleső nyirokcsomóban is megjelenik, részben tárolódik és így a nyirokcsomóban lévő szilícium összemennyisége összefüggésben lehet az elváltozás súlyossági fokával.

A nyirokutak, valamint a nyirokcsomók anatómiai elhelyezkedésének ismeretében célszerűnek látszott a jobb kulcscsont feletti árokban elhelyezkedő truncus lymphaticus dexterem ülő nyirokcsomó szilíciumtar-

talmának elemzése, mivel ez a nyirokcsomó viszonylag könnyen hozzáférhető és eltávolítása minimális kockázattal jár.

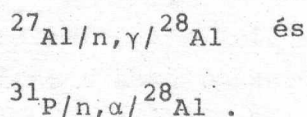
Egy-egy nyirokcsomó kicsiny sulya és közismerten inhomogén felépítése miatt a kémiai analízis céljára egyetlen egy minta áll rendelkezésünkre. Kivánatos tehát egy olyan eljárás, amelynek segítségével az egyetlen mintát ismételten tudjuk vizsgálni. Erre a célra egyetlen számításba vehető módszer a neutron aktivációs analízis, segítségével ugyanis az analízis a besugárzott minta indukált radioaktivitásának lebomlása után tetszés szerinti számban ismételtető.

A szilícium mennyiségének meghatározása neutron aktivációs analízissel akár termikus, akár gyors neutronok felhasználásával végezhető a következő magreakciók alapján:



Az első magreakciók tiszta β -sugárzó izotópot eredményez, amely egy ilyen bonyolult mátrix besugárzása után roncsolásmentesen nem mérhető.

Az ^{28}Al izotóp 1,78 MeV-es γ -energiájával jól mérhető, itt azonban két zavaró magreakció lép fel:



Az ^{27}Al -ből az ^{28}Al termikus neutronokkal keletkezik, tehát ha a minta besugárzása kadmiumburkolatban történik az ^{28}Al aktivitás minimálisra csökkenthető és ugyanakkor számításba vehető. A mintában jelenlévő foszfor zavaró hatása ily módon nem küszöbölhető ki, mivel ez a magreakció is gyors neutronokkal megy végbe, és a $^{31}\text{P}/n,\alpha/^{28}\text{Al}$ magreakció küszöbenergiája 2,0 MeV, ugyanakkor a $^{28}\text{Si}/n,p/^{28}\text{Al}$ magreakcióé 3,9 MeV. Ugyanezen okból a nyirokcsomó analízise neutrongenerátorral előállított gyors neutronokkal sem valósítható meg. Közelítő számítások alapján, ha a mintában a szilícium és foszfor mennyisége azonos, a ^{31}P -ből kb. fele annyi ^{28}Al aktivitás keletkezik, mint a ^{28}Si -ből. Ily módon az általunk választott módszerrel a szilícium és foszfor összegét tudtuk meghatározni. Abból a célból, hogy a szilícium mennyiségét megkapjuk, az aktivációs vizsgálat befejezése után a mintát feltártuk és a foszfor

mennyiségét spektrofotometriásan határoztuk meg. Kiegészítésképpen egy sor mintánál a szilícium mennyiségét is meghatároztuk spektrofotometriásan.

A szilícium neutron aktivációs meghatározására biológiai anyagokban szilikoózis vizsgálatokkal kapcsolatban nagyon kevés irodalmi adat található. Sárdi és Tomcsányi [1] szilikotikus betegek köpetének szilíciumtartalmát vizsgálták és hasonlították össze nem szilikotikus tbc-s betegek köpetének szilíciumtartalmával. Az analízist neutrongenerátorral előállított gyors neutronokkal besugározva, a $^{28}\text{Si}/n,p/^{28}\text{Al}$ magreakció alapján végezték. A besugárzás előtt a vizsgálandó anyagból az organikus és anorganikus foszfort eltávolították. Alumíniummeghatározást nem végeztek. A szilikotikus betegek köpetének szilíciumtartalma mintegy négyszerese volt a kontroll csoporténak.

Kísérleti rész

Vizsgálataink során 13 szilikotikus beteg /zömében pécsi szénbányász/ és 16 különböző koru, előzőleg egészségesnek tekinthető egyén nyaki nyirokcsomójának összehasonlító analízisét végeztük el.

A minta előkészítése

A minta analízisre történő előkészítésére kétféle módszert alkalmaztunk. Az első szerint a nyirokcsomókat $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on sulyállandóságig szárítottuk, utána sulyukat analitikai mérlegen mértük. A másik módszer szerint a mintákat egy héten át 10 ml 70 %-os etilalkoholban tartottuk, utána szárítottuk és mértük. A minták szárítás után mért sulya 10-80 mg között változott. A kétféle módszer közül az alkoholos kezeléssel kiegészített megfelelőbb, mivel az alkoholos kezelés során a nyirokcsomó nátrium-klorid-tartalma erősen csökkent, szilíciumtartalma viszont kísérleteink alapján nem változott, mivel a ^{38}Cl 1,64 MeV-es fotocsuca igen közel esik a mérésre felhasznált ^{28}Al izotóp 1,78 MeV gamma-energiáéértékehez, a klór és hasonlóképpen a mintában jelentős mennyiségben jelenlévő nátrium /amelyből ugyancsak nagy intenzitású aktivitás keletkezik/ eltávolítása jelentősen megkönnyíti a gamma-spektrumok kiértékelését.

A meghatározás menete

Az ily módon előkészített mintákat danamidtokokba tettük. Az alkalmazott standardok a következők voltak: 10, 100, 200, 300,

400 μg P, 100 és 250 μg Si. Az alumínium és foszfor standardok készítésénél megfelelő koncentrációju oldatokat szűrőpapírra cseppentettük, majd ezeket műanyagfóliába csomagoltuk. A szilícium-dioxidot Sartorius-mikromérlegesen közvetlenül műanyagfóliába mértük. A felhasznált szűrőpapírok, illetve burkolóanyagok gamma-spektrumát minden alkalommal külön megmértük és korrekcióba vettük.

A vizsgálandó mintákat és standardokat a VVR-Sz atomreaktor egyik függőleges csatornájába beépített pneumatikus csőpostarendszer segítségével juttatuk a reaktorba, ahol a termikus neutron fluxus értéke kb. 10^{13} n/cm².sec, a gyors neutron fluxus értéke pedig ennél mintegy egy nagyságrenddel kisebb. A mintákat 30 sec-ig sugároztuk be. A mintákat és a standardokat először kb. 1 mm falvastagságú kadmiumtokba helyezve sugároztuk be, amely a termikus neutronokat gyakorlatilag elnyeli és a $^{27}\text{Al}/n, \gamma / ^{28}\text{Al}$ magreakcióból keletkező aktivitást a minimumra csökkenti. A besugárzott minták, ill. standardok aktivitását a besugárzás után 3 perc elteltével kezdtük mérni, egy-egy mérés ideje 50 sec volt. A besugárzás során keletkezett ^{28}Al lebomlása után a besugárzást kadmiumtok nélkül mind a mintákkal, mind a standardokkal megismételtük. A kadmiumtokban való besugárzás során megkapjuk a ^{28}Si -ből /n,p/ reakcióval és a ^{31}P -ből /n, α / reakcióval keletkező ^{28}Al aktivitást és a ^{27}Al -ből /n, γ / reakcióval keletkező ^{28}Al aktivitásnak egy kis részét /kísérleti adataink szerint mintegy 5 %-át/, kadmiumtok nélkül besugározva pedig mind a szilíciumból és foszforból gyors neutronokkal, mind az alumíniumból termikus neutronokkal keletkező ^{28}Al aktivitások összegét.

A mirigyek gamma-spektrumán az 1,78 MeV-es csúcsterületnek megfelelő aktivitásokat a mérési adatokat tartalmazó két-ismeretlenes egyenletek segítségével kettéválasztottuk a minta alumínium, illetve szilícium + foszfortartalmából kapott aktivitásokra. A kadmiumtokba helyezett mirigy besugárzása esetén a benne lévő alumínium mennyiségének kb. 5%-át, míg kadmiumtok nélkül besugározva 100 %-át mértük.

Az alkalmazott egyenletek a következők:

$$N = N_{\text{Si}} \cdot x + N_{\text{Al}} \cdot y$$

$$N_{\text{Cd}} = N_{\text{Si/Cd}} \cdot x + N_{\text{Al/Cd}} \cdot y$$

ahol N = a mirigy gamma-spektrumának 1,78 MeV-es csucsterülete kadmiumtok nélkül besugározva;

$N_{/Cd/}$ = a mirigy gamma-spektrumának 1,78 MeV-es csucsterülete kadmiummal árnyékolt besugárzás esetén;

N_{Si} = a szilícium standard gamma-spektrumának 1,78 MeV-es csucsterülete;

$N_{Si/Cd/}$ = a szilícium standard gamma-spektrumának 1,78 MeV-es csucsterülete kadmiummal árnyékolt besugárzás után;

N_{Al} = az alumínium standard gamma-spektrumának, 1,78 MeV-es csucsterülete;

$N_{Al/Cd/}$ = az alumínium standard gamma-spektrumának 1,78 MeV-es csucsterülete kadmiummal árnyékolt besugárzás után;

x = szorzószám, amely kifejezi, hogy a vizsgálandó mirigy Si és P tartalmából keletkező aktivitás hányszorosa a szilícium standard aktivitásának;

y = szorzószám, amely kifejezi, hogy a vizsgált anyag alumíniumtartalmából létrejött aktivitás hányszorosa az alumínium standard aktivitásának.

Az egyenleteket x -re és y -ra megoldottuk. Az y értékét az alumínium standard μg -ban mért súlyával beszoroztuk, majd figyelembe véve a mirigy súlyát, $\mu\text{g/g}$ értékre számítottuk át. x értéke a Si és P együttes mennyiségére vonatkozik, és miután ez a két aktivitás nem választható külön, a kiszámított x értéket a Si standard μg -ban kifejezett súlyával szoroztuk és $\mu\text{g/g}$ mirigy értékre számítottuk át.

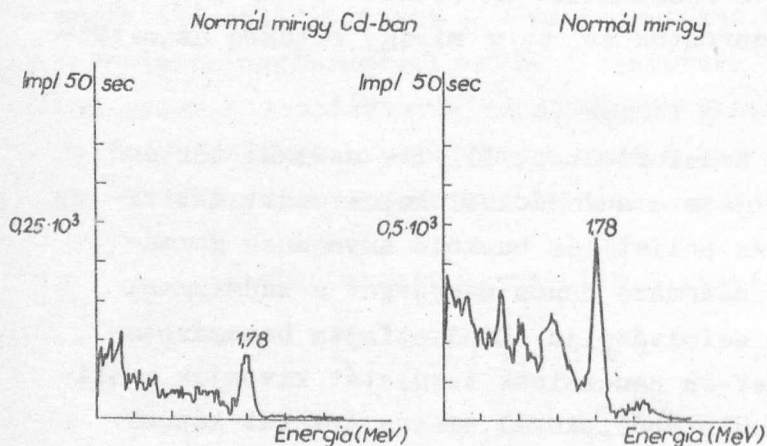
Megvizsgáltuk, hogy a kadmiumtokban, illetve anélkül történő besugárzás mennyiben befolyásolja a standardokból keletkezett aktivitásokat. A szilícium standard és polietilén burkoló anyagának gamma-spektruma szerint a ^{28}Si -ből származó csucs nagyságát a kadmiummal történő árnyékolás valóban nem befolyásolja. Mindkétfajta besugárzásnál, ha a burkoló anyag 1,78 MeV-es csucsainak területét kivonjuk a szilícium standardok megfelelő területéből, közel azonos értéket kapunk. Ugyanez volt a helyzet a 200, ill. 400 μg foszfor standardok besugárzása esetén. A mérések során kiderült, hogy ugyanazon szilíciumból ke-

letkezett aktivitás kb. 2,5-szerese az azonos mennyiségű foszforból keletkező aktivitásnak. Ezt az aktivitásarányt minden méréssorozatnál meghatároztuk, és a későbbiekben minden esetben az aktuális aránnyal számoltunk. Számítások alapján ez az arány közelítőleg 2:1.

10 μg aluminium standard vizsgálata szerint a $^{27}\text{Al}/n, \gamma / ^{28}\text{Al}$ magreakció hozama a kadmiummal történő árnyékolás esetén csupán kb. 5%-a a burkolat nélküli hozamnak. Az aluminium standard polietilén fólia csomagolását itt is korrekcióba vettük.

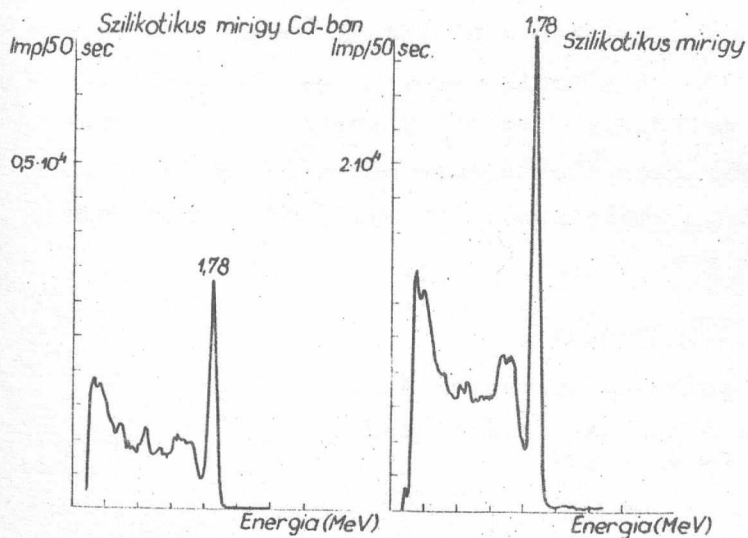
A következő ábrákon bemutatjuk 1/ a normál csoport 4. sz. mirigyének gamma-spektrumait kadmiumtokban és anélkül végzett besugárzás után /1. ábra/; 2/ a szilikotikus csoport 1. sz. mirigyének gamma-spektrumait kadmiumtokban és anélkül végzett besugárzás után /2. ábra/; és 3/ egy szilikotikus mirigy gamma-spektrumát alkoholos áztatás nélkül előkészítve /3. ábra/.

Ha az 1. és 2. ábrán összehasonlítjuk az 1,78 MeV-es csucok magasságait, látható, hogy a két mirigy összetételében jelentős különbség van. A 2. ábrán a kadmium nélkül besugárzott szilikotikus mirigy 1,78 MeV-es csucsmagassága, amely a mirigy szilícium-, foszfor- és aluminiumtartalmának felel meg, mintegy ötvenszerese az 1. ábrán lévő mirigy csucsmagasságának. A kadmiumtokban végzett besugárzás utáni gamma-spektrumnál is kb. negyvenszeres a különbség, amely már főleg a szilícium- és foszfortartalomban lévő különbségből származik.



1. ábra

A normál csoport 4. sz. mirigyének gamma-spektrumai kadmiumtokban és anélkül végzett besugárzás után.

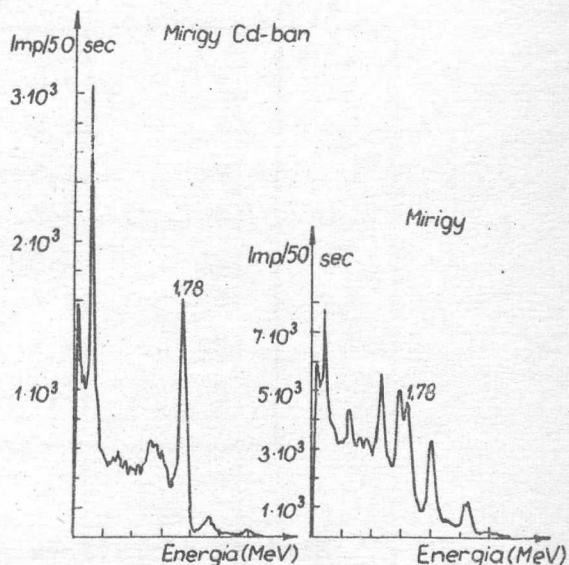


2. ábra

A szilikotikus csoport 1.sz. mirigyének gamma-spektrumaikadmiumentokban és anélkül végzett besugárzás után

3. ábra

Alkoholos áztatás nélkül előkészített szilikotikus mirigy gamma-spektrumaikadmiumentokban és anélkül végzett besugárzás után



Azokat a mirigyeket, amelyeknek gamma-spektrumaik az 1. és 2. ábrákon láthatók, alkoholos áztatással készítetttük elő az elemzésre. A 3. ábrán egy alkoholos előkezelés nélküli szilikotikus mirigy gamma-spektruma látható. Amint látható, kadmium nélküli besugárzás esetén az 1,78 MeV-es fotocsucs nagyon nehezen értékelhető a ^{38}Cl , 1,64 és 2,15 MeV-es fotocsucsaival, valamint a mintában jelenlévő nagymennyiségű nátrium által okozott aktivitás miatt. A bemutatott spektrumok alapján látható, hogy az alkohols előkezelésre szükség van.

Mesterséges porkeveréssel végzett mérésorozat

Méréseink pontosságának megítélésére a mirigy összetételének megfelelő porkeverékeket állítottunk össze. Az elsőben a nátrium és

klorid mennyisége a mirigyekben és általában a biológiai anyagokban lévő mennyiségnek megfelelő volt [2, 3]. A második porkeverék összeállításánál a nátrium és klór bemérését mellőztük. Így a két porkeverék összehasonlításával mód nyílt ezen elemek zavaró hatásának mérésére. Mindkét porkeverékből több bemérést végeztünk, amelyek növekvő szilícium-, foszfor- és alumíniumtartalomnak feleltek meg.

I. táblázat

Mesterséges porkeverékek összetétele
/A keverék 1 g-jában lévő elemek
mennyisége/

Elem	I. sorozat	II. sorozat
mennyisége mg-ban		
N	132,0	140,0
Na	21,5	-
Mg	1,9	2,0
Al	0,6	0,7
Si	18,5	19,5
P	37,0	29,0
Cl	18,5	-
K	16,2	17,5

Mindkét porkeverék esetében összehasonlítottuk az alkotó elemek bemért és az analízis során talált mennyiségét, és az eltéréseket %-ban fejeztük ki.

A neutron aktivációs analízissel a szilícium- és foszfortartalom által együttesen létrehozott 1,78 MeV-es fotocsucs területét tudtuk megmérni és ennek nagyságát szilícium standard segítségével határoztuk meg. Ha az így talált értéket össze akarjuk hasonlítani a bemért szilícium és foszfor mennyiségével, figyelembe kell venni a két elem besugárzás utáni aktivitáсарányát is. Miután a meghatározás időpontjában a szilícium és foszfor aktivitások aránya 2,6:1/II. tábl./, ill. 2,9:1 /III.tábl./ volt, a bemért foszfor mennyiségét 2,6-del, ill, 2,9-del osztottuk, és a bemért szilícium mennyiségéhez hozzáadtuk. Ezt az összeget hasonlítottuk össze a neutronaktiváció során talált szilícium és foszfor értékkel.

II. táblázat

Az I. porkeverék szilíciumra, foszforra és alumíniumra vonatkozó
beméréseinek és a neutronaktiváció során talált mennyiségének
összehasonlítása

Sor- sz.	Bemérés mg		Al µg	Si + P µg	Al eltérés %	Si + P eltérés %
1.	2,48	Bemért	1,5	46 96	-6	-22
		Si-ra át- számítva		81		
		Talált	1,4	63		
2.	5,71	Bemért	3,6	106 212	-24	+ 8
		Si-ra át- számítva		188		
		Talált	2,7	204		
3.	8,40	Bemért	5,0	152 304	-28	-31
		Si-ra át- számítva		268		
		Talált	3,6	184		
4.	11,38	Bemért	7,0	210 420	-39	- 5
		Si-ra át- számítva		372		
		Talált	4,3	351		
5.	13,52	Bemért	8,3	250 500	-51	-17
		Si-ra át- számítva		442		
		Talált	4,2	365		
Átlag: Si + P eltérés					-13,4%±11,2%	

III. táblázat

A II. porkeverék szilíciumra, foszforra és alumíniumra vonatkozó beméréseinek és a neutron aktivációs vizsgálat során talált mennyiségének összehasonlítása

Sorsz.	Bemérés mg		Al µg	Si + P µg	Al eltérés %	Si + P eltérés %
1.	2,77	Bemért	1,8	54 81	-16	-14
		Si-ra átszámítva		82		
		Talált	1,5	70		
2.	7,30	Bemért	4,7	142 213	+15	-6,5
		Si-ra átszámítva		216		
		Talált	5,4	202		
3.	10,22	Bemért	6,7	199 300	+ 1	-13
		Si-ra átszámítva		300		
		Talált	6,8	260		
4.	13,05	Bemért	8,3	255 383	- 4	- 3
		Si-ra átszámítva		387		
		Talált	8,0	375		
Átlag: Si + P eltérés					-9,1% ± 5,2 %	
Al eltérés					-1,0% ± 11,1 %	

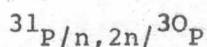
A két sorozat eredményei azt mutatják, hogy az alumínium meghatározásának pontossága csak a II. porkeverék /nátrium és klór nélküli/ esetén kielégítő. Az I. porkeveréknél növekvő bemérésekkel növekvő negatív %-os hibát kaptunk. Ezt a növekvő nátrium és klór mennyiségek önműködő hatásával lehet magyarázni. Ez is alátámasztja azt

az elképzelést, hogy a vizsgálandó minták 70%-os alkoholos előkezelésére szükség van.

A szilícium és foszfor meghatározásának pontossága is különbözik a két csoportnál, nem olyan nagy mértékben azonban mint az alumínium esetén. Mivel a szilícium és foszfor mennyiségét döntően a kadmium árnyékolás mellett történő /gyors neutronok hatására bekövetkező/ mérésekből kaptuk meg, amely mérések során a nátrium és klór zavarása elhanyagolható, érthető tehát, hogy ezek mérési eredményei kielégítőbb pontosságúak.

Kísérlet a foszfor zavaró hatásának kiküszöbölésére

Megkíséreltük a szilícium és foszfor által mért együttes aktivitás értékét különválasztani a két komponensre. Mint már a bevezetésben említettük, energia szelektálással erre nincs lehetőség, mivel a ^{31}P gyors neutronos magreakciójának küszöbenergiája kisebb mint a ^{28}Si -ének. Éppen ezért megvizsgáltuk a

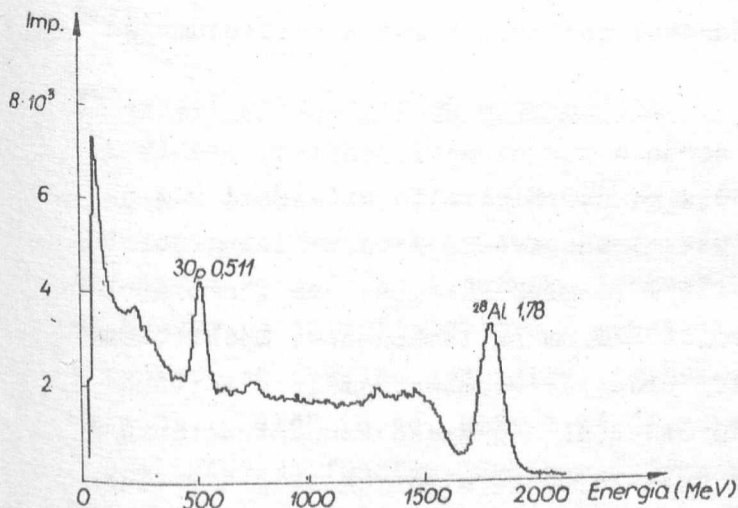


$$T_{1/2} = 2,55 \text{ perc}$$

reakciót. A ^{30}P -nak ugyanis az 1,78 MeV-es gamma-energia értéken kívül, mivel β^+ -sugárzó izotóp, 0,51 MeV-nél is van csucsa /4. ábra [4]/,

így ennek segítségével esetleg lehetővé válhatna a foszfor mennyiségének korrekcióba vétele. A fenti reakció küszöbenergiáját nem ismertük, és habár az /n,2n/ reakciók küszöbenergiája más elemeknél elég magas /kb. 10 MeV

[5], próbaképpen elvégeztünk egy olyan méréssorozatot, amelynek során a mesterséges porkeverék több bemérésénél a reaktorban kadmiumárnyékolással történő besugárzás, aktivitásmérés, majd lebomlás után különböző mennyiségű foszfort mértünk a



4. ábra

A ^{30}P izotóp gamma-spektruma [4].

keverékhez. Ismételten besugároztuk és analizáltuk ezeket a mintákat. Az 1,78 MeV-es csucs a hozzáadott foszfor mennyiségének megfelelően

megnőtt, a 0,51 MeV-es fotocsucs azonban kis intenzitása miatt alkalmatlannak bizonyult a szelektálásra.

Neutrongenerátorral előállított gyors neutronokkal végezve a besugárzást, 10 perces besugárzási időt alkalmazva, ennek a reakciónak az érzékenysége megfelelő lenne. Itt azonban egy másik probléma lép fel: a biológiai mintákban jelenlévő elemekből elég sok β^+ -sugárzó, néhány perces felezési idejű izotóp keletkezik. Ennek megfelelően a 0,51 MeV-es csucs felezési idő analizisét kellene elvégezni, amely a jelenlévő izotópok esetén nem adna megfelelő pontosságot.

A szilícium és foszfor spektrofotometriás meghatározása

A foszfor, ill. szilícium spektrofotometriás meghatározásának céljára a molibdén-kék eljárást választottuk [6, 7]. Méréseink során az irodalomban leírt módszerek alapján egy olyan eljárást kellett kialakítanunk, amely a mi mintáinkban előforduló széles szilícium és foszfor koncentráció ingadozások esetében mindig alkalmazható.

A vizsgálandó mintát platinatégelyben elégettük, 800 C^o-on két óráig izzítottuk, majd minden mirigyhez a neutron aktiváció során mért szilícium és foszfor értéket figyelembe véve adtuk a feltáró savmenyiséget /0,2-1,0 ml konc. HF, 0,1-0,5 ml 8n HCl/, 24 óra elteltével a maszkírozó 4 %-os bórsavval hígítottuk meghatározott térfogatra /10, 25, 50 ml/. Ennek alikvot részéből határoztuk meg a szilícium- és foszfortartalmat.

A foszfor meghatározása során a 2,0 ml semlegesített oldathoz 0,1 ml 10%-os citromsav oldatot, 0,4 ml 0,2 % metolt tartalmazó 20%-os biszulfid redukáló oldatot, majd 0,4 ml kénsavas 5 %-os ammónium-molibdát oldatot adtunk, desztillált vízzel 10 ml-re kiegészítve 1 óra elteltével mértük az oldat extinkcióját 820 nm hullámhosszon, Spektromom 201 műszerrel, olyan összehasonlító oldattal szemben, amely a feltáró és reagens anyagokat a vizsgálandó oldattal megegyező koncentrációban tartalmazta. A kalibrációs görbét ugyanilyen körülmények között vettük fel. A spektrofotométrálandó oldat pH-ja 1,2 volt, foszfortartalma 5-20 μg , amely tartományban érvényes a Lambert-Beer törvény. A szilícium zavaró hatását citromsav alkalmazásával, a reagensek fent leírt sorrendben történő adagolásával akadályoztuk meg. Standardok segítségével megállapítottuk, hogy a szilícium 3-4-szeres feleslegben sem za-

varja a meghatározást.

A szilícium mérésekor 2,0 ml semlegesített vizsgálandó oldathoz 0,4 ml kénsavas 5 %-os ammónium-molibdát oldatot, majd 10 perces várakozás után 0,4 ml 10 %-os oxálsavat és 0,4 ml metol-biszulfit reagenst adtunk, 10 ml-re kiegészítve 10 perc várakozás után mértük az oldat extinkcióját, 820 nm hullámhosszon a feltáró és reagens anyagokat a vizsgálandó oldattal azonos koncentrációban tartalmazó összehasonlító oldattal szemben. Szilícium-dioxidból hidrogén-fluoridos oldással készült standard hígításának segítségével készítettük a kalibrációs görbét. Az extinkció mérésekor az oldat pH-ja 1,2, szilíciumtartalma 5-15 μg volt, amely tartományban érvényes a Lambert-Beer törvény. A foszfor zavaró hatását oxálsavval, a reagensek fenti sorrendben történő adagolásával és az extinkció rövid időn belüli mérésével csökkentettük /a foszfor-molibdénké kialakulásának ideje 1 óra/. Standardokkal végzett méréssorozattal megállapítottuk, hogy a foszfor zavaró hatását tökéletesen megszüntetni nem lehet. Növekvő foszfor koncentrációju oldatokkal mértük ezt az egyébként nem nagy mértékű zavaró hatást. A továbbiakban a mirigyek szilícium meghatározása során a mért extinkció értéket az ismert foszfortartalom alapján korrigáltuk.

A mesterséges porkeverékek szilíciumtartalmát 5 %-os, foszfortartalmát 2 %-os pontossággal tudtuk meghatározni a fent leírt módszerekkel.

Kísérleti eredmények és értékelésük

A neutron aktivációs analízissel a vizsgálandó mintákban a szilícium és foszfor együttes mennyiségét és az alumíniumtartalmat tudtuk meghatározni. Az általunk vizsgált két csoportnál azonban már ez az összeg is jelentős eltérést mutatott. Így, ha vizsgálataink során a neutron aktivációs analízisre támaszkodunk, ennek eredményéből egyedül is eldönthető, hogy a kérdéses mirigy szilikotikus-e vagy sem. A szilícium és foszfor együttes értéke ugyanis kb. háromszorosa a normál csoport értékének. Az alumínium mennyisége a kóros mirigyeknél kb. négy és félszerese a normál mirigyekének.

Kiszámítottuk a "maximum likelihood" módszerrel a mérések standard deviáció értékeit [8, 9] és azt mindkét csoportban igen alacsonynak találtuk.

Az alumíniumnál $\sigma_{Al} = \pm 0,07 \mu\text{g}$

a szilíciumnál $\sigma_{Si} = \pm 0,90 \mu\text{g}$ érték volt.

IV. táblázat

Normál egyének nyirokcsomóinak szilícium+foszfor- és alumínium-tartalma

Mirigy száma	Kor	Si+P $\mu\text{g/g}$	Al $\mu\text{g/g}$
1.	1 hó	880	9
2.	20 év	1430	9
3.	21 év	1400	110
4.	24 év	1300	16
5.	28 év	3540	50
6.	30 év	2730	60
7.	35 év	480	5
8.	43 év	880	8
9.	47 év	1760	-
10.	50 év	2000	120
11.	53 év	5540	50
12.	65 év	1730	27
13.	65 év	5350	700
14.	68 év	3560	66
15.	71 év	3440	70
16.	71 év	3000	70
Átlag:		2438	85

Az így számított hiba értéke - miután a mért aktivitások elég nagyok - elenyészően kicsi a módszer egyéb, szisztematikus hibái mellett.

A módszer pontosságát a mesterséges porkeverékekkel végzett vizsgálatok eredményeiből kapjuk meg. Itt ugyanis összehasonlítottuk a neut-

V. táblázat

Szilikutikus betegek nyirokcsomóinak szilícium+foszfor és
aluminiumtartalma

Mirigy száma	Kor	Si+P µg/g	Al µg/g
1.	24 év	8900	1420
2.	38 év	5700	26
3.	40 év	4600	-
4.	41. év	4060	620
5.	42 év	2200	31
6.	43 év	26500	650
7.	47 év	6800	110
8.	48 év	5560	120
9.	56 év	5600	5
10.	58 év	5150	210
11.	65 év	4360	230
12.	70 év	5700	270
13.	73 év	9500	510
Átlag:		7279	323

ron aktivációs analizissel kapott szilícium és foszfor, továbbá az aluminiumtartalmat a bemért mennyiségekkel. Az aluminium meghatározásának pontossága, csak annál a keveréknél volt megfelelő, amely nátriumot és klórt nem tartalmazott. Így az aluminiummeghatározás standard deviációja $\pm 11,1\%$. A másik porkeveréknél növekvő bemérésekkel növekvő negatív hibát kaptunk, amely a minta főkomponenseinek önárnyékoló hatásával magyarázható. A szilícium és foszfor meghatározásának pontossága is különbözik valamennyire a két csoportnál. A nátriumot és klórt tartalmazó porkeverékben a talált szilícium és foszfor mennyisége a bemértől $-13,4\%$, $\pm 11,2\%$ -kal tért el, míg a másik csoportban -91% $\pm 5,2\%$ volt az elérés. Ez a kisebb eltérés azzal magyarázható, hogy a nátriumból és klórból keletkező aktivitások jelenlétében a kiértékelés pontatlanabb. Ennek megfelelően valóban szükség van a vizsgálandó min-

ták alkoholos előkezelésére, és ilyen körülmények között $\pm 10\%$ -os pontossággal végezhető el az analízisek.

Az aktivációs analitikai és spektrofotometriás eljárás összehasonlítása

A nyirokcsomók feltárása és a szilícium és foszfor spektrofotometriás meghatározása után vizsgálati eredményeinket a következő táblázatokban foglaltuk össze:

VI. táblázat

Normál egyének nyaki nyirokcsomóinak aktivációs analízissel és spektrofotometriásan mért szilícium- és foszfortartalma és az eredmények összehasonlítása

Mirigy száma	Beteg kora	Fotometria		Neutron aktiváció Si+P $\mu\text{g/g}$	Átszámított fotometriás Si+P $\mu\text{g/g}$	Eltérés %
		Si	P			
1.	1 hó	90	1400	880	790	-10
2.	20 év	650	1620	1430	1460	+ 2
3.	21 év	100	2490	1400	1345	- 4
4.	24 év	350	2300	1300	1500	+13
5.	28 év	900	5500	3540	3650	+ 3
6.	30 év	100	4000	2730	2100	-23
7.	35 év	60	1100	480	610	+21
8.	43 év	100	1640	880	920	+ 4
9.	47 év	270	2850	1760	1695	- 4
10.	50 év	420	4120	2000	2480	+24
11.	53 év	1100	10500	5540	6350	+14
12.	65 év	300	3100	1730	1850	+ 7
13.	65 év	3700	4000	5350	5700	+ 6
14.	68 év	1950	4600	3560	4250	+19
15.	71 év	1200	3600	3440	3000	-19
16.	71 év	1360	2630	3000	2675	-10
Átlag:		790	3465	2438	2523	+3,5

VII. táblázat

A szilikotikus nyaki nyirokcsomók aktivációs analízissel és spektrofotometriásan mért szilícium- és foszfortartalma és az eredmények összehasonlítása

Mirigy száma	Beteg kora	Fotometria		Neutron aktiváció Si+P µg/g	Atszámított fotometriás Si+P µg/g	Eltérés %
		Si	P			
1.	24 év	4900	7700	8900	8750	- 2
2.	38 év	1000	8950	5700	5475	- 4
3.	40 év	630	8950	4600	5105	+11
4.	41 év	2000	3760	4060	3880	+14
5.	42 év	1390	1190	2200	1985	-10
6.	43 év	3400	28000	26500	17400	-34
7.	47 év	2100	10000	6800	7100	+ 4
8.	48 év	1600	4440	5560	3820	-31
9.	56 év	940	12600	5600	7240	+29
10.	58 év	1700	8950	5150	6175	+20
11.	65 év	1400	5690	4360	4245	- 3
12.	70 év	2400	5200	5700	5000	-12
13.	73 év	7670	9650	9500	10900	+14
Átlag:		2394	8852	7279	6698	- 8

Vizsgálataink kezdetén feltételeztük, hogy mint egyéb szervekben, a nyirokcsomókban is a foszfortartalom, a biológiai ingadozások határai között, oly mértékben állandó lesz, hogy korrekcióba vehető. A táblázatok alapján látható azonban, hogy a két csoportnál nemcsak a szilícium, hanem a foszfortartalom között is jelentős különbség van. Ugyanakkor a foszfortartalomban csoporton belül is jelentős eltérések mutatkoznak, így ennek alapján korrekciót alkalmazni a neutron aktivációs analízis eredményében - az eddigi vizsgálati anyag szerint - nem lehetséges. Amint látható, az általunk vizsgált mirigyek legnagyobb részénél a szilíciumtartalom növekedésével az alumínium és foszfortartalom is növekedett.

Eddigi vizsgálataink szerint tehát az analízis helyes módja a következő:

1/ A megfelelően előkészített minta neutron aktivációs analízisét kadmium árnyékolás alkalmazásával elvégezzük. 1,78 MeV-es fotocsucs terület alapján kiszámítjuk a mirigy szilícium- és foszfortartalmának együttes mennyiségét.

2/ A besugárzást kadmium-árnyékolás nélkül is elvégezzük. A neutron aktivációs analízis az 1,78 MeV-es fotocsucs teljes lebomlása után /kb. 1/2 óra/ tetszés szerinti számban ismételhető.

A kapott eredményből kiszámítjuk a mirigy szilícium- és foszfortartalmának együttes mennyiségét és külön az alumíniumtartalmat.

3/ A mirigyét feltárjuk és foszfor-molibdén-kék eljárással meghatározzuk a foszfor és szilícium mennyiségét külön-külön. A törzsoldatból ugyancsak több párhuzamos spektrofotometriás meghatározás végezhető.

Ily módon a három vizsgálati lépés segítségével a szilícium-, foszfor- és alumíniumtartalmat külön-külön megkapjuk. A rendelkezésünkre álló egyetlen, inhomogén, kicsiny súlyú mintából így két különböző analitikai módszerrel több párhuzamos vizsgálat végezhető mind a három elemre, amelyek lehetővé teszik a mérések pontosságának ellenőrzését is. Az egyik módszer roncsolásmentesen, a másik roncsolás után alkalmazható, és így a feltárás pontosságát is ellenőrizzük. További előnye a két módszer alkalmazásának, hogy a neutron aktivációs analízis elvégzése után a szilíciumtartalmat meg tudjuk becsülni, ezáltal a feltáráshoz szükséges hidrogén-fluorid mennyiségét változtatni tudjuk. Ismeretes ugyanis, hogy a hidrogén-fluorid feleslege a molibdén-kék reakciót zavarja, bár a bórsav ezt a zavarást megszünteti. Ez utóbbi korlátolt oldékonysága. Ha minden mirigy feltárásánál ugyanannyi, a teljes oldódást biztosító savat adnánk, az erre szükséges maszkírozó bórsav oldat nagy mennyisége miatt rendkívül hig oldathoz jutnánk. Mivel az egyes nyirokcsomók szilíciumtartalmának nagyságrendekkel különbözik egymástól, a kis mennyiségű szilíciumot és foszfort tartalmazó mirigy esetében ebből a hig oldatból a spektrofotometriás meghatározás nem volna lehetséges.

A VI. és VII. táblázatokban a kétféle analitikai eljárás segítségével kapott értékeket hasonlítjuk össze, illetve a vizsgálati eredmények közötti eltéréseket mutatjuk be.

A spektrofotometriásan mért foszfor mennyiségét osztottuk kétfelé /mivel a mirigyek aktivációs analízisekor a szilícium és foszfor aktivitás aránya 2:1 érték körül ingadozott/, és hozzáadtuk a szilícium mennyiségéhez, ekkor kaptuk a táblázat átszámított fotometriás értékeit. Ezt hasonlítottuk össze a neutron aktiváció oszlopban lévő szilícium és foszfor értékkel, és az eltéréseket ez utóbbi érték százalékában fejeztük ki.

A spektrofotometriás és aktivációs analitikai eredmények közötti eltéréseket tekintve a két csoport szilíciumtartalmában lévő nagy különbséget nem tartjuk jelentősnek. A kétféle analízis során az erősen eltérő eredményt mutató mirigyek jelentős részénél /lásd VI. tábl. 11, 10, 14, 15 mirigy/ és a VII. tábl. 6. mirigy/ alkoholos kezelést nem alkalmaztunk, a neutron aktivációs analízis előtt, Valószínűleg ez a magyarázata az eltérésnek.

I r o d a l o m

- [1] Sárdi A., Tomcsányi A.: Atomtechn. Táj. 9, 301 /1966/
- [2] Schreiber H.: Unterlagen zur Neutronenbiologie des menschlichen Körpers. F.K. Schattauer Verl., Stuttgart, 1965.
- [3] Bowen, H. J.M., Cawse, P.A.: U.K. Atomic Energy Authority Research Group. AERE-R 4309. Wantage, 1963
- [4] Aude, G., Laverlochère, J.: Spectres gamma de radioéléments formes par irradiation sous neutrons de 14 MeV. Presses Universitaires de France, 1963.
- [5] Koch, R.C.: Activation Analysis Handbook. Academic Press, New York-London, 1960.
- [6] Koch, O.G., Koch-Dedic, G.A.: Handbuch der Spurenanalyse. Springer Verlag, Berlin, 1964
- [7] Erőművi vizvizsgálatok. Magy. Szabvány 5200-29.
- [8] Jánossy L.: Theory and Practice of the Evaluation of Measurements. VII. fejezet. Oxford, Clarendon Press, 1965.
- [9] Quittner P.: Acta Chimica Acad. Sci. Hung., 51, 6127 /1967/

Érkezett: 1968. okt. 3.

KFKI Közl. 17.évf. 1.szám, 1969.

GYORSÍTÓCSŐ IONPÁLYÁINAK MEGHATÁROZÁSÁRÓL

Irta: Kostka Pál és Dobrosz Marian

Összefoglalás

Numerikus módszerrel számításokat végeztünk a Gyorsító Laboratórium Van de Graaff-generátorának gyorsítócsövénél egyes ionoptikai kérdések tisztázására. A számításokkal elsősorban a névlegestől eltérő feszültségosztásnak hatását vizsgáltuk a fókuszálási viszonyokra. A számítási módszer ismertetése után kitérünk a számítások néhány eredményére. A számításokat az Intézet ICT 1905 típusú számológépének segítségével végeztük.

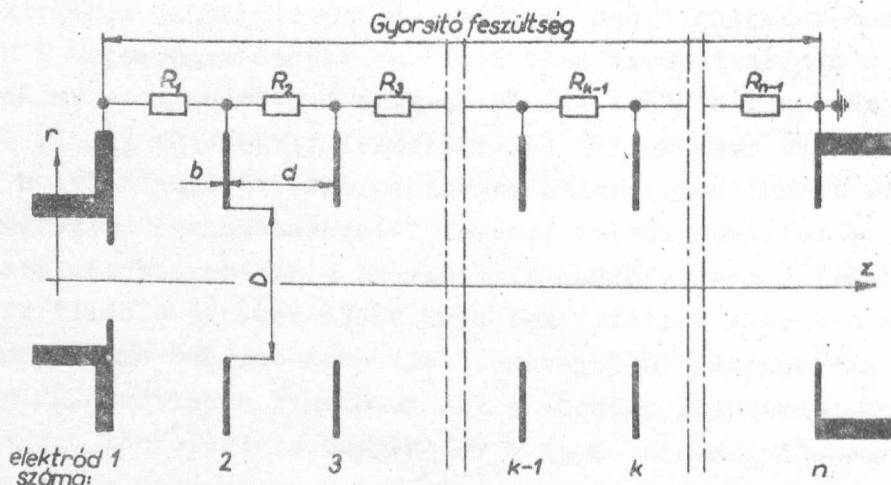
Bevezetés

Korszerű gyorsítóberendezésekben a felgyorsítandó ionok pályáinak pontos ismerete szükséges ahhoz, hogy a nyaláb minimális intenzitásvesztéssel, sok esetben négyzetmilliméter nagyságrendű kis foltta összefókuszálva, az ionokat indító ionoptikai rendszerből, az ionforrásból, különféle lencserendszerekkel keresztül a céltárgyig, /targetig/ elvihető legyen. Elektrosztatikus gyorsítóberendezésekben az ionok a végenergiának megfelelő teljes potenciálkülönbséget futják át. Ez legnagyobbbrészt a gyorsítócsőben, sok esetben több méter hosszúságú szakaszon történik. A gyorsítócső tulajdonképpen egyetlen, nagykiterjedésű ionoptikai lencse, amely a nyaláb fókuszálását döntő mértékben megszabja. E bonyolult ionoptikai rendszer optikai tulajdonságait legtöbbször a valóságos esetet többé-kevésbé megközelítő feltevésekkel tárgyalják [1, 2, 3]. Pontosan előírt feszültségeloszlás megvalósulását tételezik fel a gyorsítócsőben, egyes helyeken ismert lencsék tulajdonságaival helyettesítik a csőben levőket. A gyakorlatban alkalmazott elektródrendszer geometriai elrendezése ezeket a feltételeket csak többé-kevésbé elégíti ki, mivel ez sok más szempontnak is függvénye /villamos szilárdság, technológia, stb./. Ezért felmerült, először a Van de Graaff generátorokat előállító HVEC-cég laboratóriumában, hogy a valóságban kivitelezett elektródelrendezésből és potenciáleloszlásból kiindulva vizsgálándók meg a rendszer

ionoptikai tulajdonságai [4, 5]. Valóban lényeges eltéréseket tapasztaltak [6] az általában jó közelítésnek számító Elkind-féle [1] számításhoz képest.

A KFKI Van de Graaff-generátoránál alkalmazott fókuszálási rendszeren [7, 8] szerzett gyakorlati tapasztalatok mutatták, hogy az ionnyaláb fókuszálási tulajdonságai lényegesen változnak, ha egyes helyeken a gyorsítócső mentén a potenciáeloszlás megváltozik, illetve eltér az eredeti számítás követelményeitől. Az ilyen esetekben fellépő viszonyok áttekintésére olyan módszerrel végeztünk számításokat, amelynél a megvalósított geometriai elrendezésből és potenciáeloszlásból kiindulva határoztuk meg a rendszer fókuszálási tulajdonságait. Ezek a számítások két részre oszlanak: egyrészt szükség van az adott geometriai elrendezésnél a potenciáeloszlás pontos ismeretére, figyelembevéve, hogy hengersizmetrikus erőtérről van szó. Másrészt kiszámítandók az erőter ismeretében az ionnyalábban mozgó részecskék pályái a pályaeqyenlet megoldása alapján. A probléma megoldásával kapcsolatban utbaigazításul a [6] cikket használtuk fel, de a számítások konkrét kivitelénél eltérünk ettől. Cikkünkben a számításainknál alkalmazott módszert ismertetjük, majd a KFKI Van de Graaff-generátorának gyorsítócsövére vonatkozóan néhány eredményt mutatunk be.

A számításoknál messzemenően alkalmazkodtunk a gyorsítócső adottságaihoz. Geometriai szempontból a gyorsítócső ún. síkelektrodás cső. Egyes, szerkezeti okoknál fogva indokolt helytől eltekintve, egyenes távolságokban sík diafragmák helyezkednek el, amelyekre feszültségosztóról különböző feszültségeket kapcsolunk. /1. ábra/. Az elektródok egymás között egyformák $/D = 20 \text{ mm}, b = 1 \text{ mm} /$, a bemeneten levő



1. ábra

kivételével, amelynél a diafragma méret $0.2D-1.D$ között változó, $b \approx 0,5$ mm. Az elektródok száma számításainknál 100-150 között változott. Az elektródák közötti távolság általában egyforma $d = 24$ mm/, egyes helyeken azonban szerkezeti okoknál fogva ez a távolság jóval nagyobb. A teljes lencse hossza ezért kb. 3000-3700 mm. A feszültségosztás az ellenállás-elemek értéke szerint változik. Az ellenállások különböző megoszlásban 0-500 MOhm közötti értékeket vettek fel a számításoknál.

A potenciáeloszlás számítása

A potenciáeloszlás meghatározásánál a Laplace-egyenletet kell megoldani, amely hengerkoordinátákban, figyelembevéve a tengelyekre vonatkozó szimmetriát, az alábbi peremértékfeladat megoldására vezet;

$$\frac{\partial^2 \phi}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left[r \frac{\partial \phi}{\partial r} \right] = 0$$

$$\phi \Big|_C = \varphi(z, r) \quad /1/$$

ahol $\phi(z, r)$ a potenciáeloszlás, (z, r) értékei pedig a 2. ábrán látható M-tartományhoz tartoznak. A $\varphi(z, r)$ függvény adott, mégpedig a potenciál értéke az M tartomány C határán.

Bevezetjük az $z = ih$, $r = jh$, $i = 0, 1 \dots$; $j = 0, 1 \dots J$ rácst és a megoldást ezen rács pontjaiban keressük.

A következő differencia-sémát alkalmazzuk [6]; $j=1, 2 \dots J$ esetben;

$$\left(1 + \frac{1}{j} - \frac{3}{2j-1}\right) \phi_{i, j-1} - \left(4 + \frac{3}{2j+1} - \frac{3}{2j-1}\right) \phi_{i, j} + \left(1 + \frac{3}{2j+1} - \frac{1}{j}\right) \phi_{i, j+1} + \phi_{i-1, j} + \phi_{i+1, j} = 0$$

/2/

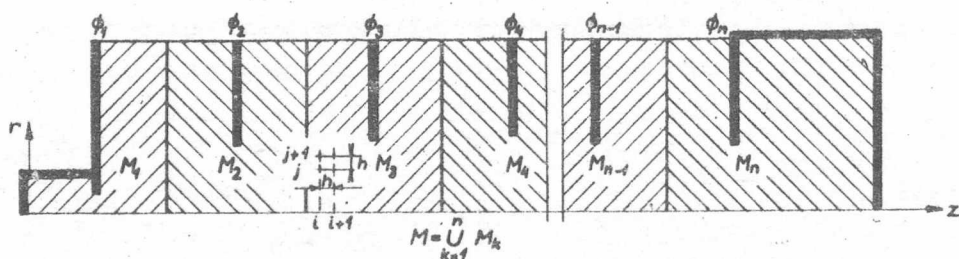
$j = 0$ -nál pedig:

$$\frac{16}{3} \phi_{i, 1} - \frac{1}{3} \phi_{i, 2} + \phi_{i-1, 0} + \phi_{i+1, 0} - 7\phi_{i, 0} = 0$$

A /2/, /3/ képletekben

$$\phi_{i, j} \equiv \phi(ih, jh) \quad /3/$$

A [6] -ben közölt problémában a szomszédos elektródákon felvett potenciálok különbsége állandó volt. A mi esetünkben ez nem áll fenn, ezért a kapott lineáris egyenletrendszer megoldására az ott alkalmazott módszert



2. ábra

nem használhatjuk. Figyelembevéve az egyenletrendszer mátrixának dimenzióját, és a rendelkezésre álló ICT 1905 számológép tulajdonságait, az alábbi blokkiterációs módszert alkalmaztuk:

A szomszédos elektródák közötti távolságot a z tengelyre merőleges egyenesekkel megfelezzük. Ezáltal az eredeti M tartományt $M_1, M_2 \dots, M_n$ résztartományokra osztottuk /2. ábra/. Az M tartomány ezen résztartományok egyesítése, vagyis fennáll az alábbi összefüggés:

$$M = \bigcup_{k=1}^n M_k \quad /4/$$

Az M tartomány minden egyes pontjában vegyünk fel egy első közelítést és a további közelítések meghatározására alkalmazzuk a következő iterációs módszert:

- 1/ Megoldjuk a lineáris egyenletrendszert az M_1+M_2 tartományra. Ezen tartomány határán a potenciál értéke adott: egyrészt a φ függvénnyel /1/, másrészt /a jobboldali függőleges egyenesen, azaz a második választó vonalon/ az előző közelítéssel.
- 2/ Megoldjuk a lineáris egyenletrendszert az M_2+M_3 tartományra. A jobboldali határt képező függőleges egyenesen a potenciál értéke az előző közelítéssel adott, a baloldali határon pedig /az első függőleges választóvonalon/ az 1/ pontban kiszámolt értékekkel azonos.
- 3/ A 2/ pontban ismertetett módon megoldjuk az egyenletrendszert az M_3+M_4 tartományra.

Az eljárást folytatva eljutunk az / $n-1$ -ik résztartományig.

Ezután következik:

- $n-1$ / Megoldjuk az egyenletrendszert az $M_{n-1}+M_n$ tartományra. A

baloldali határon a potenciál értéke az /n-2/-ik lépésben kiszámított érték, a tartomány határának más részein pedig a φ függvényvel adott.

n/ Az előzőekből egy új közelítést képezünk a következő módon: az M_1 tartomány rács pontjaiban az 1/ pontban az M_1 -re kiszámított, M_2 rács pontjaiban a 2/ pontban az M_2 -re kiszámított, ... végül az M_{n-1} és M_n rács pontjaiban az /n-1/ pontban kiszámított értékeket vesszük.

Ezután az egész eljárást az 1/ ponttól kezdve ismételjük.

A lineáris egyenletrendszert az 1/, 2/ ... n-1./ lépések mindegyikénél a successive over relaxation módszerrel oldottuk meg [9]. Mivel esetünkben az egyenletrendszerek mátrixai nem rendelkeztek a [9]-ben ismerttetett A-típusú tulajdonsággal, ezért a successive over relaxation eljárás paramétereit nem lehetett a mátrix legnagyobb sajátértékének segítségével meghatározni. Megjegyezzük, hogy az 1/ és n-1/ pont kivételével a lineáris egyenletrendszerek mátrixai azonosak, ezért célszerű volt az optimális paramétert elegendő pontossággal az azonos mátrixokra meghatározni. /Az 1/ és n-1/ lépésekben ugyanezt a paramétert használtuk./

Az optimális paramétert úgy határoztuk meg, hogy különböző paraméterértékeket választva megnéztük, hogy melyiknél leggyorsabb a konvergencia.

A pályameghatározás

Az adott hengerszimmetrikus, elektrosztatikus erőterben, nem relativisztikus, tértöltésmentes esetben az ionpályákat az /5/ pályae-gyenlet határozza meg:

$$r'' - \frac{1 + (r')^2}{2\phi} \left(\frac{\partial \phi}{\partial r} - r' \frac{\partial \phi}{\partial z} \right) = 0 \quad /5/$$

ahol z az elrendezés tengelyirányu, r a radiális koordinátája, r' és r'' z szerinti deriváltakat jelöl, $\phi(z,r)$ a potenciáeloszlás. A pályák numerikus számításánál a J. Vine [10] által közölt 1.sz. eljárást alkalmaztuk. Ez az eljárás a Liebmann [11] által alkalmazott módszer nagyobb pontosságú változata. A számításnál csupán a potenciáeloszlás tengelymenti értékeit $\phi(z,r=0)$ használjuk, amelyek egyenletes Δz lépésekben az erőter számításából ismeretesek. Ezenkívül a számítandó pálya

kezdőértékeire van szükség: a radiális koordinátára $|r_0|$, és a pálya irányára $|r'_0|$ a kezdőpontban $|z_0|$ valamint az induló energiára $|\phi_0|$. A lépésről lépésre történő numerikus számításnál az n -edik lépés adataiból a következő lépés pályaadatái számíthatók:

$$\begin{aligned} r_{n+1} &= Q_1 r_n + Q_2 r'_n \\ r'_{n+1} &= Q_3 r'_n + Q_4 r_n \end{aligned} \tag{6}$$

ahol $Q_1 \dots Q_4$ a tengelymenti potenciálmenetből és deriváltjaiból, valamint Δz segítségével határozható meg. Ezen számítással a paraxiális megoldást kapjuk. Két pálya végigszámolása után meghatározhatók a pályaszakaszra vonatkozóan az optikai átvitel mátrixelemei, amelyek a z_0 és z_K közötti szakaszon az alábbi egyenletekkel definiálhatók [5, 12]:

$$\begin{aligned} r_K &= \omega_{11} r_0 + \omega_{12} r'_0 \\ r'_K &= \omega_{21} r_0 + \omega_{22} r'_0 \end{aligned} \tag{7}$$

Az $\omega_{e,m}$ elemek ismeretében meghatározhatók a pályaszakaszra vonatkozó fókuszálási tulajdonságok, a fókusz távolságok, fősíkok helyzete, stb. [13].

Lehetőség nyílik a 10 szerinti eljárásnál r és r' harmadrendű tagjainak figyelembevételére is, és a /6/ egyenletek megfelelő kiegészítésére. Így felvilágosítás nyerhető az aberrációkra vonatkozóan. Figyelembe kell venni azonban, hogy az alkalmazott módszernél a tengelymenti potenciáloszlásból következtetünk a tengelyen kívüli eloszlásra, tehát a tengelytől távoleső pályáknál nem remélhetünk pontos eredményeket.

A számítási eljárás pontosságát a [10] cikkben számpélda igazolja. Olyan elektrosztatikus lencsetípusnál számol pályákat, amelynél analitikusan is megoldható az (5) pályaegyenlet. Ezt a számpéldát kiterjesztettük annak vizsgálatára, hogy a numerikusan meghatározott pályák r, r' koordinátái milyen mértékben függenek a $\phi(z,0)$ potenciálértékek pontosságától. A potenciáloszlást a példában

$$\phi(z,0) = 0,316226 \exp [0,732936 \arctg(z/a)] \tag{8}$$

függvény adja meg. A pályaszámításhoz $\phi(z,0)$ értékeit /8/-ből 10^{-8} , illetve 10^{-2} pontossággal határoztuk meg. A pálya r, r' koordinátáit az 1. táblázat foglalja össze. A számításnál $a = 1, \Delta z = 0,1$, a pályát $z = -2,0$ és $z = 3,6$ között 56 pontban számítottuk.

Látható, hogy ebben az elég erős lencsében az 10^{-2} pontosságú

1. táblázat

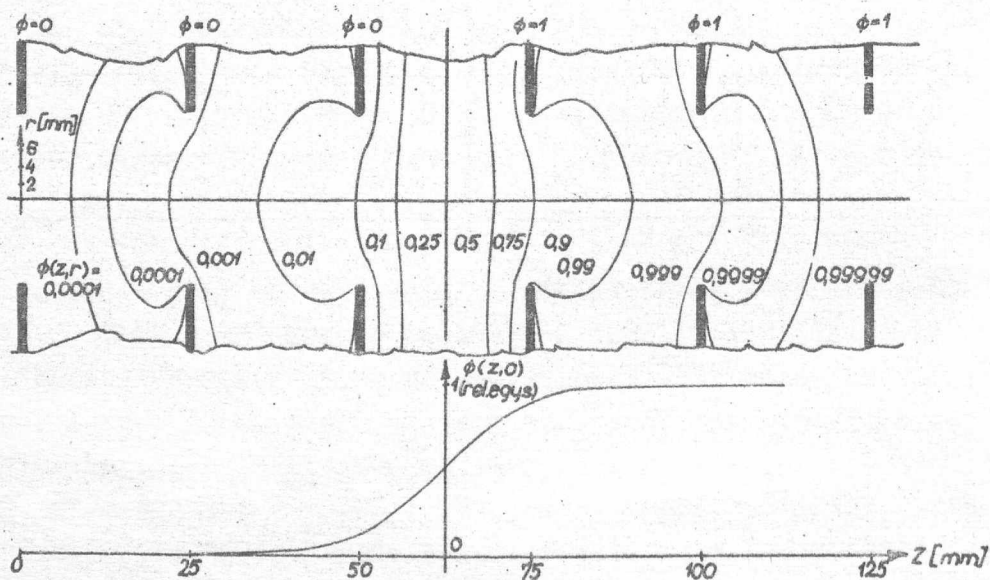
z	Analitikus r	Numerikus [10]-ben r	Saját számítás	
			Potenciálmegadás pontossága 10^{-8} r	10^{-2} r
-2.0	0.1	0.1	0.1	0.1
-0.4	0.091086	0.091081	0.091082	0.090904
+2.0	0.055714	0.055717	0.055720	0.055428
+3.6	0.041578	0.041583	0.041587	0.041207

z	Analitikus r'	Numerikus [10]-ben r'	Saját számítás	
			Potenciálmegadás pontossága 10^{-8} r'	10^{-2} r'
-0.2	0	0	0	0
-0.4	-0.014741	-0.014741	-0.014740	-0.014582
+2.0	-0.009853	-0.009852	-0.009852	-0.009759
+3.6	-0.008213	-0.008212	-0.008211	-0.008251

potenciálmegadásnál a pálya kb. 1% helyzet- és 5% irányeltérést mutat a pontos adatokhoz képest. Bár a gyorsítócső különböző részeinek tere számításainkban ennél lényegesen gyengébb - még a bemeneti diafragmánál is - a két nagyságrenddel hosszabb szakasz miatt mégis sokkal pontosabb potenciálmegadás látszik indokoltnak. A potenciáleloszlás adatainak pontosságára nézve összehasonlítást végeztünk két különböző h rácstávolsággal kiszámított eloszlásnál. Egyenletes feszültségosztás tartományában a $h = 0,5$ mm és $h = 1$ mm-nél végzett számítások esetében a két potenciálmenet közti maximális eltérés a tengelyben $2 \cdot 10^{-4}$. Ha ezt a $h = 1$ mm-es eloszlás pontosságának fogadjuk el, ez kb. 1 nagyságrenddel alatta marad a [6] -ban ajánlott értéknek. Ezért pályaszámításainknál a pontosabb $h = 0,5$ -es eloszlás adataival dolgoztunk. Előnyös számunkra, hogy az elektródák vékonysága miatt a potenciálmenet egyenletlensége viszont 1 nagyságrenddel kisebb, mint [6]-nál.

A gyorsítócsőbeli ionpályák meghatározásánál a legnagyobb nehézséget az jelentette, hogy a potenciáleloszlás adatait úgy adjuk meg,

hogy a számológép memóriaegységének befogadóképességét ne lépjük túl, külső memóriaegységet ne használjunk, és az input mennyisége is a feladathoz képest minimális legyen. Ezért alkalmaztunk olyan számítási módszert, amely csak a tengelymenti potenciálmenet adataira támaszkodik. Kihasználtuk továbbá, hogy a cső belsejében az egyes szekciók geometriailag teljesen egybevágóak. Meghatároztuk egy a cső belsejében levő, ún. "belső szekció" /3. ábra/, valamint a geometriai kiképzésnek megfelelő, bemeneten és kimeneten levő végszakaszok potenciáleloszlását, ill. azokban a tengelymenti potenciálmenetet. A kérdéses szekcióra egységnyi potenciálkülönbséget adva, a környező többi elektród potenciálját pedig konstansnak tartva, szekciónként a 3. ábra szerinti $\phi(z,0)$ tengelymenti potenciálmenethez jutunk. A gyorsítócsőbeli teljes potenciálmenetet a pályaszámítási program bevezető részében a program ezen szakaszok potenciálmeneteiből építi fel oly módon, hogy a feszültségosztásnak megfelelő szorzóval ellátva superponálja a potenciálértékeket a geometriai elrendezésnek megfelelő helyen a z tengely mentén. Az



3. ábra

így kapott adatsorozatot tároljuk a pályaszámítás befejezéséig. Ezzel a módszerrel a gyorsítócső potenciáleloszlásának $1,5 \cdot 10^5$ adata helyett kb. 1000 adat beadására és kb. 7500 adat tárolására van szükség.

A program második részével számítjuk ki a pályákat. Lépésről lépésre kiszámítjuk a $Q_1 \dots Q_4$ mennyiségeket. Ezután lehetőség van tet-

szőleges számú pálya $r_{n+1}/z/$, $r'_{n+1}/z/$ koordinátáinak meghatározására. Beprogramozhatók a részecskek bemenő energiájára, valamint a feszültségosztásra vonatkozó változtatások. Egy változat lefutása után a változtatásnak megfelelően újraszámítjuk a pályákat /azonos r_0 , r'_0 kezdőértékekkel/. Egy változat futtatási ideje kb. 2 perc.

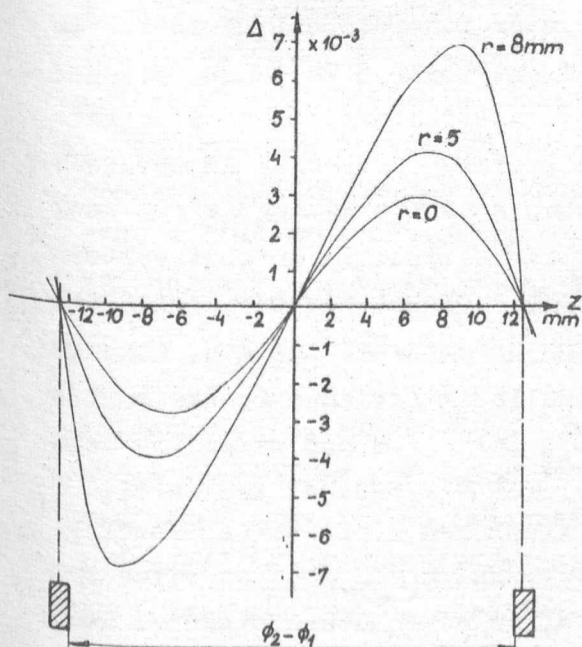
A számítások egyes alkalmazásai

A potenciáeloszlás meghatározása pontos képet nyújtott a gyorsítócsőben szekciónként periodikusan fellépő inhomogenitások mértékéről. Ezek oka az elektródok véges vastagsága. A 4. ábrán ábrázoltuk a z irányu potenciálmenet eltéréseit a homogéntől, Δ értékét különböző

$$\Delta = \frac{\phi(z,r) - \phi_{\text{homogén}}(z)}{\phi_2 - \phi_1} \quad /9/$$

$r = \text{konst.}$ távolságokban, a kellő hosszúságu cső egy belső szekciójánál. $\phi_2 - \phi_1$ a szekciót határoló elektródok közötti potenciálkülönbség.

$\phi_{\text{homogén}}(z)$ pedig a tengelymenti potenciálmenet abban az esetben, ha az elektródok vastagsága zérus és a feszültségkülönbség szekciónként azonos. A /9/ kiszámítására használt $\phi(z,r)$ eloszlásnál hasonlóképpen szekciónként azonos feszültségkülönbséget alkalmaztunk. Az elektródok vastagságának tehát csekély befolyása van, hiszen az inhomogenitás $r = +5$ mm-es sugaru hengeres térrészben $\Delta = \pm 0,004$ -nél kisebb. Az ionpályákra lényegesen nagyobb befolyással van a feszültségosztás egyenetlenségéből származó potenciáeloszlásbeli inhomogenitásnak.

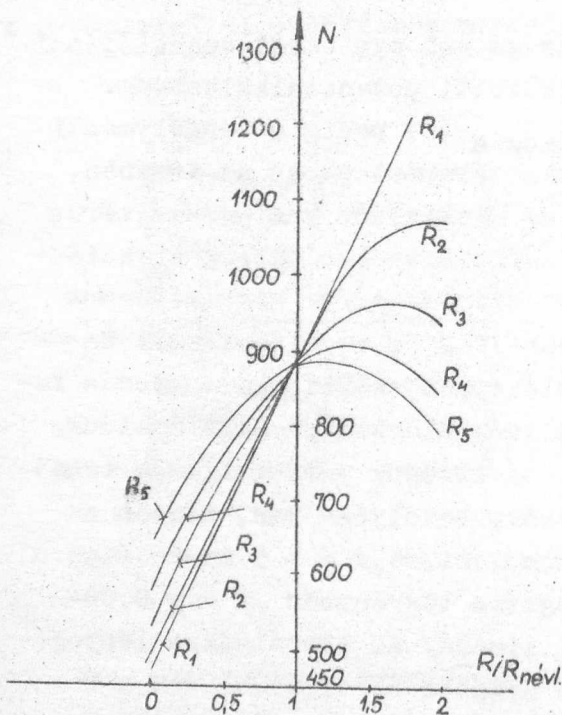


4. ábra

A gyorsítócső fókuszálási tulajdonsága korábban már más módszerrel beható vizsgálat tárgya volt [8], amelynek alapján a névleges potenciálmenet és feszültség-

osztás meghatározásra került. Minthogy a névleges potenciálmenethez tartozó fókuszálási tulajdonságokról korábban nyert adatok jó egyezésben vannak a numerikus számításból nyert adatokkal, utóbbival főként egyes tényezőknek a névleges értéküktől való eltérésének hatását vizsgáltuk. A feszültségosztás változtatásánál legerősebb hatásuk a legelső szekcióknak van. Az 5. ábra az első 5 szekció feszültségosztó ellenállásainak értékváltozásakor bekövetkező fókuszálásbeli változásokra ad felvilágítást. A vízszintes tengelyen a névleges értékükre vonatkoztatott ellenállásértékek szerepelnek. A függőleges tengelyen található az ionok energiaszorzási tényezőjének

$$N = \frac{U_{ki}}{U_{be}}$$



5. ábra

azon értéke, amely szükséges ahhoz, hogy a gyorsítócső bemenete előtt fix távolságban levő crossovert a rendszer leképezze a gyorsítócső utáni ugyancsak rögzített helyre. Ezen távolságok megfelelnek a Van de Graaff generátornál az ionforrás kiszívócsatornája és az energiamérő mágnes előtt elhelyezkedő kiforgatható kvarclap helyének. Az ábrázolt esetben a görbék mindegyikénél csak egyetlen ellenállás értékét változtattuk, a többi névleges értékével vettük számításba. Látható, hogy az ellenállások névleges értéke esetén $R/R_{névl} = 1$ a cső az előírt feltételeket $N = 880$ -nál teljesíti, jó egyezésben a [7, 8]-ban közöltekkel. Ha $R/R_{névl} < 1$, az ellenállásváltozás N csökkentésével kompenzálható, $R/R_{névl} > 1$ esetén pedig

növelése útján. Ennek a kompenzálásnak a gyakorlatban határai vannak. Csökkentése rendszerünkénél, adott gyorsítóenergiánál, az ionforrás kihúzófeszültségének növelésével jár. Ezért N gyakorlatilag nem csökkent-

hető 800 alá. N növelésének határt szab, hogy az ionforrás kihuzófe-
szültségének csökkentése maga után vonja az ionáram érzékeny csökkené-
sét. N növekedésével megnő továbbá a leképzés nagyítása. A nyalábát-
mérő növekedése az adott helyen főleg az elhajlítómágnes és utána követ-
kező elemek szempontjából hátrányos. Ezért az N = 800-hoz tartozó el-
lenállás értékeket alsó határnak, a 10%-os nyalábátmérő növekedést oko-
zókat felső határnak tekintjük /II. táblázat/.

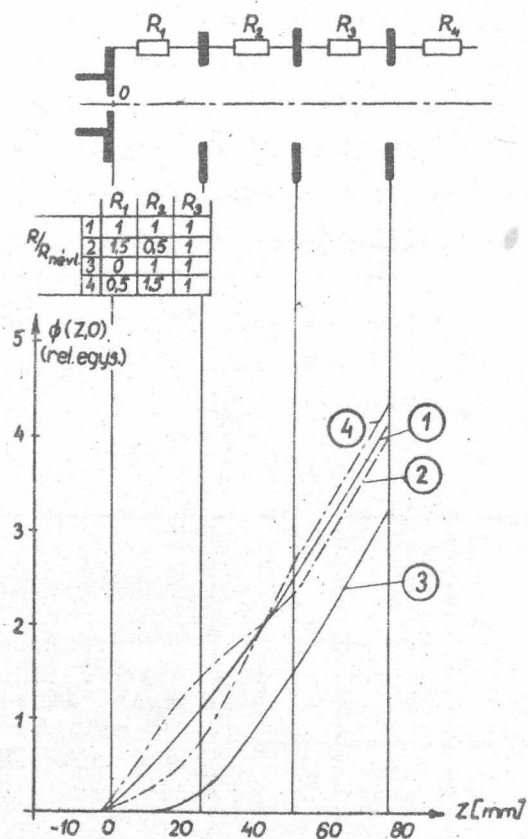
II. táblázat

Ellenállás sorszama:	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	Feltételek:
Megengedhető ellenállásér- tékükhöz vi- szonyítva R _K /R _{névl}	max. 1,7	1,7	1,8	1,9	1,9	N ≥ 800 nyalábátmé- rő növeke- dés max.10%
	min. 0,82	0,75	0,67	0,6	0,55	

Az első ellenállásoknál tehát értéknövekedés könnyebben viselhető el,
mint csökkenés. Több ellenállás együttes megváltozása a II.táblázatbeli
értékeket erőteljesen módosítja. Főként az együttes értékcsökkenés okoz
nehézségeket a nyaláb fókuszálásában. Ha a bemenő diafragmát követő tér-
részben ugyanis az ellenálláscsökkenések miatt a térerősség erősen csök-
ken, a diafragma fókuszáló képessége is csökken. Durva közelítésnek
használhatjuk a diafragmánál szokásos

$$\frac{1}{f} = \frac{E}{4\phi_0}$$

képletet [5], ahol f a fókusztávolság, E a diafragmát követő térrész-
ben a térerősség, ϕ_0 a részecske energiájának megfelelő feszültség a
diafragma síkjában és feltételeztük, hogy a diafragma előtt zérus a tér-
erősség/. Ha pl. az első ellenállás zérussá válik, az eredeti bemenő
diafragma szerepét a második - ugyancsak diafragma alakú - elektród
veszi át, mert az első szekcióban a térerősségnek átlagosan legalább
1/50 arányu csökkenése miatt a bemenő diafragma fókuszálási képessége
hatástalanná vált. A viszonyok olyanok, mintha a cső eltávolodott vol-
na a leképezendő tárgytól, ezért a cső kimenetén távozó nyaláb N = 880-
nál divergens. A fókuszálási kivánalmak teljesítése érdekében N érté-



6/a. ábra

két kellőképpen csökkenteni kell /5. ábra/. Egyes esetekben a következő ellenállás növelésével ismét megerősíthető a bemeneti lencse és a fent említett névleges fókuszálási feltételeket teljesítő sokszorozási tényező / N szükséges/ ismét nő. Ezt a hatást bemutató ellenállássorozatokat tartalmaz a III. táblázat: néhány ellenálláskombinációnál a tengelybeli potenciálmenetet az első 3 elektródnál a 6/a. ábrán láthatjuk.

A második ellenállás értékcsökkenése tehát az elsővel kompenzálható, illetve fordítva, sőt, még a harmadik is segíthet. Látható azonban, hogy legnehezebb az első ellenállás értékcsökkenésének hatását kompenzálni. Az ötödik ellenállás utáni további

III. táblázat

	R_1	R_2	R_3	N szükséges
Ellenállások értéke a névlegeshez viszonyítva	0,5	0,5	1	510
	1	0,5	1	690
	1,5	0,5	1	900
	0,5	0,5	1	510
	0,5	1	1	670
	0,5	1,5	1	770
	1,5	0,5	0,5	715
	1,5	0,5	1	900
	1,5	0,5	1,5	1010
	1,5	1	0,5	930
	1,5	1	1	1100

ellenállásoknak névleges értékeken tartása már kevésbé kritikus, feltéve, hogy nem több ellenállás együttes, erőteljes változásáról van szó. A harmincadik ellenállás után hosszabb - 4-5 szekcióra terjedő - rövidzárnak is alig van hatása a fókuszálási viszonyokra, a gyakorlati tapasztalatokkal egyetértésben.

Megvizsgáltuk a fókuszálási viszonyok változását abban az esetben, ha névleges feszültségosztás mellett a bemeneti diafragma méretét változtatjuk 0.2 D - 1.D között. Minthogy ez a méretváltozás a diafragma utáni potenciálmenetet csak kevésbé befolyásolhatja, /6/b. ábra/

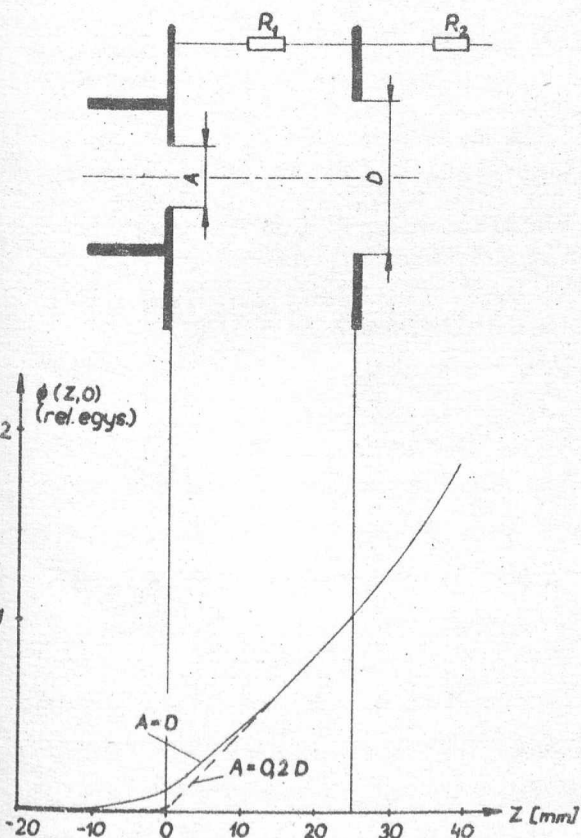
ennek hatása csekély. A névleges fókuszálási értékek beállításához szükséges energiasokszorozást /N szükséges/ a IV. táblázat mutatja.

IV. táblázat

Diafragma átmérő	N szükséges
0.2 D	880
0.4 D	900
D	930

Befejezés

Számításokat végeztünk a Gyorsító Laboratórium Van de Graaff generátorának gyorsítócsövénél az ionoptikai viselkedés pontos meghatározására. Elsősorban gyakorlati szempontból volt fontos, hogy a névlegestől eltérő feszültségosztás hatását tisztázzuk. Cikkünkben az



6/b. ábra

erre vonatkozó számításainkból ismertettünk eredményeket. Bemutattuk a számítási módszert is, amellyel lehetővé vált, hogy ilyenfajta nagykiterjedésű elektródrendszerek, illetőleg ionoptikai lencsék esetében az ICT 1905 típusú számítógéppel potenciáeloszlást határozhassunk meg és ionpályákat számíthassunk. A módszer természetesen alkalmas arra, hogy más-

fajta elektrosztatikus lencsékben is kisintenzitású, tehát tértöltésmentes és nem relativisztikus energiájú nyalábok pályái hengerszimmetrikus erőterben meghatározhatók legyenek.

Befejezésül ezuton mondunk köszönetet Királyhidi Lászlónak, aki a pályaszámítás algol-programjának megírásánál sok értékes segítséget nyújtott.

I r o d a l o m

- [1] Elkind, M.E. : Rev. Sci. Instr. 24, 129 /1953/
- [2] Howard-Flanders, P.: Nature 170, 744 /1952/
- [3] Pizzi, J.R.: Thesis. Université de Lyon /1963/
- [4] Gale, A.J.: Nucl. Instr. and Meth. 28, 1 /1964/
- [5] Septier, A.: Focusing of Charged Particles. Academic Press /1967/
- [6] Rose, P.H., Galejs, A., Peck, L.: Nucl. Instr. and Meth. 31, 262 /1964/
- [7] Erő J., Klopfer E., Kostka P., Kovács I., Mérey I., Varga L., Vályi L.: KFKI Közl., angol nyelvű különlenyomat /1967/
- [8] Varga L.: Nucl. Instr. and Meth. /közlés alatt/
- [9] Forsythe, G.E., Wasow, W.R.: Finite-difference methods for partial differential equations. Wiley, New York /1960/
- [10] Vine, J.: The Computer Journ. 2, 134 /1959/
- [11] Liebmann, G.: Proc. Phys. Soc. 62B, 753 /1959/
- [12] Sturrock, P.A.: Static and Dynamic Optics. Cambridge /1955/
- [13] Timm, U.: Z. Naturforsch. 10a, 593 /1955/

Érkezett: 1968. dec. 17.

KFKI Közl. 17.évf. 1.szám, 1969.

FLUORGÁZ KEZELÉSÉVEL KAPCSOLATOS HAZAI TAPASZTALATOK

Írta: Gróz Péter, Kiss István, Révész András és Sipos Tamás

Összefoglalás

Elemi fluor előállítására és felhasználására Magyarországon 1965 előtt szórványos próbálkozásokra korlátozódott. 1965 óta azonban - a nemesgázvegyület-program kapcsán - rendszeresen dolgozunk ezzel az anyaggal. Tapasztalatokat és gyakorlatot szereztünk megfelelő fém- és üvegapparatura készítésében és kezelésében. Az ismertetett berendezések és eljárások kellő biztonságot nyújtottak: elemi fluorral végzett munkánk során az elmúlt négy év alatt egyszer sem fordult elő baleset. Bebizonyosodott, hogy megfelelő biztonsági rendszabályokat alkalmazva ez az eredendően veszedelmes elem túlzott nehézség nélkül használható.

Elemi fluor gyakorlati felhasználását, vagy előállítását többször is megkísérelték hazánkban [1], de a hosszabb-rövidebb ideig tartó kísérleti munkák 1956-ban megszakadtak. Amikor 1963-ban napirendre került a xenon vegyületeinek előállítása xenonból és fluorból, semmilyen hazai vagy külföldi gyakorlati tapasztalat közvetlen átvételének lehetősége nem állt rendelkezésünkre.

Közismert, hogy a fluor a legnegatívabb és legreakcióképesebb elem, amely megfelelő körülmények között minden más elemmel, még a nehezebb nemesgázokkal /kriptonnal, xenonnal, radonnal/ is vegyül. A többi halogénelemet és az oxigént kiüzi vegyületeikből. Hidrogénnel még az abszolút nullapont közelében is robbanásszerű hevességgel egyesül.

Reakcióképessége mellett másik jellegzetessége, hogy a reakciói közben felszabaduló hő mennyisége kiemelkedően nagy /1. táblázat/.

Az említett tulajdonságai miatt a gázalaku elemi fluor / F_2 / rendkívül agresszív hatást fejt ki: szerves anyagok az elektromos ívhez hasonló fény- és hőjelenségek kíséretében egyesülnek vele, fluor-gázsugárban ég a beton, a téglá, az azbeszt. Megfelelő előkészítés hiányán meggyullad a vas, az alumínium; korróziót szenved az arany, a platina.

1. táblázat

F₂ néhány reakciója és ezek reakcióhője [2]

H ₂	+	F ₂	→	2HF	-	128,4	kcal/mol
C	+	2F ₂	→	CF ₄	-	231	"
Na	+	$\frac{1}{2}$ F ₂	→	NaF	-	136	"
Si	+	2F ₂	→	SiF ₄	-	370	"

Összehasonlításul:

H ₂	+	$\frac{1}{2}$ O ₂	→	H ₂ O	-	57,8	kcal/mol
C	+	O ₂	→	CO ₂	-	94,1	"
Na	+	$\frac{1}{2}$ Cl ₂	→	NaCl	-	98,3	"
Si	+	2Cl ₂	→	SiCl ₄	-	145,7	"

Az elemi fluor éppen fenti tulajdonságai révén nyújt egyedülálló lehetőségeket; reakcióképessége, a reakciót kísérő energiafelszabadulás, valamint egyes fluorvegyületek és -származékok számos rendkívüli tulajdonsága a fluorkémiát az érdeklődés homlokterébe állította.

A II. világháború idején, és az azóta eltelt évek alatt a fluorkémia rohamosan fejlődött, a technikailag legfejlettebb országokban az elemi fluort évek óta ipari méretekben használják. A fluorkémia - éppen a termékek rendkívüli tulajdonságai miatt - nagyrészt haditechnikai célokat szolgál /urándusítás, harci gázok, rakétatechnika/, emiatt a fluorkémia ipari eredményeit általában - különösen pedig a technikai részleteket - nem publikálják; szerelvényeket, alkatrészeket beszerezni igen körülményes és hosszadalmas.

Az elemi fluor kezeléséről mégis sikerült annyi információt szereznünk, hogy nekikezdhessünk fluorgáz kezelését szolgáló berendezés tervezéséhez és megépítéséhez. Az elemi fluort acélpalackba sűrített

gáz formájában külföldről szereztük be és nemesgázkémia kísérleteinknél kivántuk felhasználni. 1965 elején xenondifluoridot [3] állítottunk elő xenon- és fluorgáz elegyéből. Azóta rendszeresen dolgozunk fluorgázzal. Az elmúlt évek tapasztalatai alapján az ismertetett berendezések és eljárások kellő biztonságot nyújtottak, használatuk közben nem fordult elő baleset. Ez részben a képzett kezelőszemélyzetnek, valamint a rendszer konstrukciójának köszönhető.

Szerkezeti anyagok

A fluor a fémekkel reakcióba lép. Fém berendezés építése mégis azért lehetséges, mert számos olyan fém van, amelynek felületén fluor hatására viszonylag stabil és tömör fluoridréteg keletkezik és ez a réteg a fém többi részét többé-kevésbé megvédi. A védőhatás természetesen csak addig érvényesül, ameddig a fluoridréteget mechanikai-, hő-, vagy vegyi hatás meg nem bontja. Szobahőmérsékleten ilyen védőréteg képződik a nikkelen, vörösrézen, alumíniumon. Részlegesen védő réteg keletkezik vason és az acélokon, sárgarézen, bronzon. Különösen alkalmas szerkezeti anyagnak bizonyult a nikkel és Monel-fém./Néhány fém hőmérséklettől függő korrózióját mutatja a 2. táblázat./

2. táblázat

Fémek fluorállósága [4]

F é m	Korróziómélység milliméter havonta				
	300°C	400°C	500°C	600°C	700°C
ARMCO vas /technikai szinvas/	0,23	0,61	295		
Hengerelt acéllemez /Si mentes/	0,23	0,38	503		
Hengerelt acéllemez /Si 0,07-0,22 %/	10-20				
Saválló acél /Cr 18, Ni 10 %/	5,41	20,19			
Nikkel			0,13	0,73	0,86-2,54
Monel			0,05-0,51	1,52	3,81-5,10
Inconel			1,57	4,32	12,95
Vörösréz /oxidmentes/			3,05-5,10	25,4	74,0
Alumínium /technikai tisztaságu, kezeletlen felületü/			0,33-1,02	0,46-1,12	

A hőfok emelkedésével a fluoridréteg védőhatása csökken, majd amikor a fluoridréteg gázfázisba megy át, a védelem teljesen megszűnik és a fluor-fém reakció felgyorsul, a fém meggyullad. A gyulladást iniciáló hőfokemelkedés bekövetkezhet külső hatásra, például ha egy fluort tartalmazó zárt vascsövet kívülről melegítünk, de bekövetkezhet valamilyen helyi vegyi reakció, például szerves szennyeződés hatására is: a szennyező /olajfolt, rozsda, ujjlenyomat, textilszál stb./ a fluorral reagálva helyi felmelegedést okoz és a különben fluorálló fém lángra lobbanhat. Az, hogy a fluor és fém érintkezésekor fluor-fém lángreakció, vagy védő fluoridréteg-képződés következik-e be, a felület-tömeg viszonytól és a hőelvezetéstől függ. Az alumínium például hidegen, megfelelő előkészítés után jól állja a fluort. Ha azonban az alumínium felülete tömegéhez képest nagy, például összegyűrt fólia, a hőelvezetés akadályozott, akkor az alumínium robbanásszerűen ég el alumíniumfluoriddá.

A melegítés vagy szerves szennyező égése által beindított fém-fluor reakció általában önfenntartó, a vascső vagy más alkatrész addig ég, amíg a fluoráram az égést táplálja, vagy amíg az égő alkatrész meg nem semmisül.

A fémek fluorállóságával kapcsolatban jelentős tényező a fluoridréteg védelme mechanikai behatások ellen. Nyilvánvaló, hogy ha a védőréteget surlódás, vagy alakváltozás /hajlitgatás/ újból és újból leválasztja a fém felületéről, akkor a korrózió elleni védelem megszűnik. Emiatt fluorvezetékeket ismételt hajlitgatástól, rezgéstől lehetőleg óvni kell, csőmembránokat, manométer-csőrugókat és más rugalmas elemeket pedig ki-tüntetett figyelemmel kell kísé-
rni. Az ilyen elemeknél fokozott korrózióval célszerű számolni.

A fluor a vizet azonnal elbontja, fluorhidrogén és oxigén keletkezik. A fémek felületét mindkettő megtámadja. Ezért a fém fluorállósága csakis abban az esetben valósul meg, ha a fémfelületet a fluorral való érintkezés előtt vízmentesítettük és a vízmentességet folyamatosan biztosítjuk.

Meg kell említeni, hogy a vasrozsda nagyfelületű, higroszkópikus anyag, fluorral érintkezve hevesen reagál. Gondosan kerülni kell minden olyan lehetőséget, hogy fluorgáz rozsdás felületet érhessen, vagy más higroszkópikus anyaggal érintkezzen.

A műanyagok közül viszonylag fluorálló a teflon. A viszonylagosság ebben az esetben azt jelenti, hogy a teflon korróziósebessége a beépítés helyétől és körülményeitől függ. Az általunk kifejlesztett és rendszeresen használt szelepek /1., 2. és 3. ábra/ többségében a tömitőelem teflonból van, és kitűnő szolgálatot tesz. Más alkalmazási esetekben, például áramló fluornak kitett alkatrészek, szelepülések és szeleptányérok anyagaként a teflon jelentős korróziót szenved.

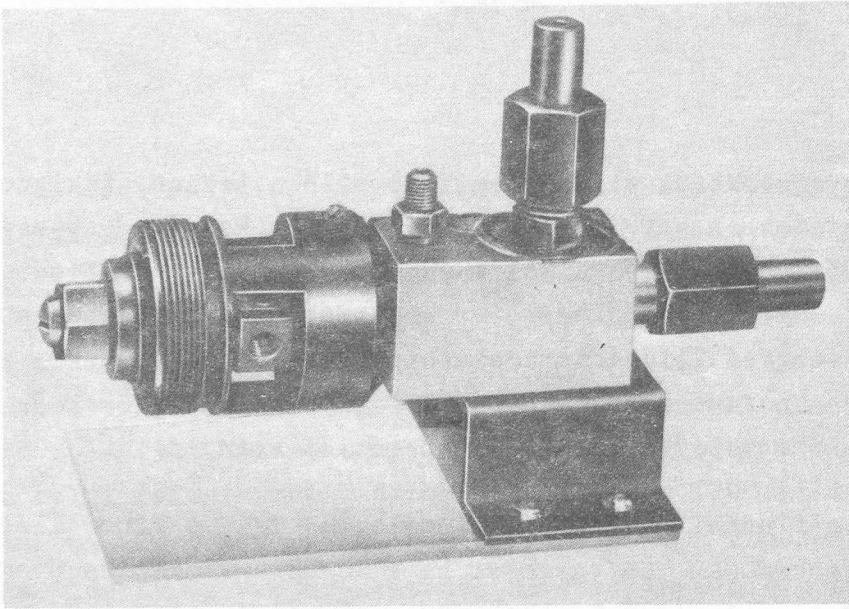
Az üveg fluorállósága is viszonylagos. Teljes fluorállóságról még abban az esetben sem lehetne szó, ha sikerülne vízmentes üvegfelületet és HF mentes fluorgázt alkalmazni. Abszolút értelemben e feltételek sem biztosíthatók, a korrózió már ezért is elkerülhetetlen. Szerencsére az üveg korróziója lassu, és kellő gondossággal vízmentesített üveggéskészülék megfelelő rendszabályok betartása és tisztított F_2 használata esetén sokáig üzemképes marad /4. ábra./.

Ismeretesek fluorozott, és ezért többé-kevésbé fluorálló zsirok és olajok. Ilyen a "Halocarbon"-zsir, "Kel-F"-zsir és -olaj és más teljesen, vagy részben fluorozott készítmények. Ezeket az anyagokat is csak bizonyos feltételek mellett lehet fluorállónak tekinteni.

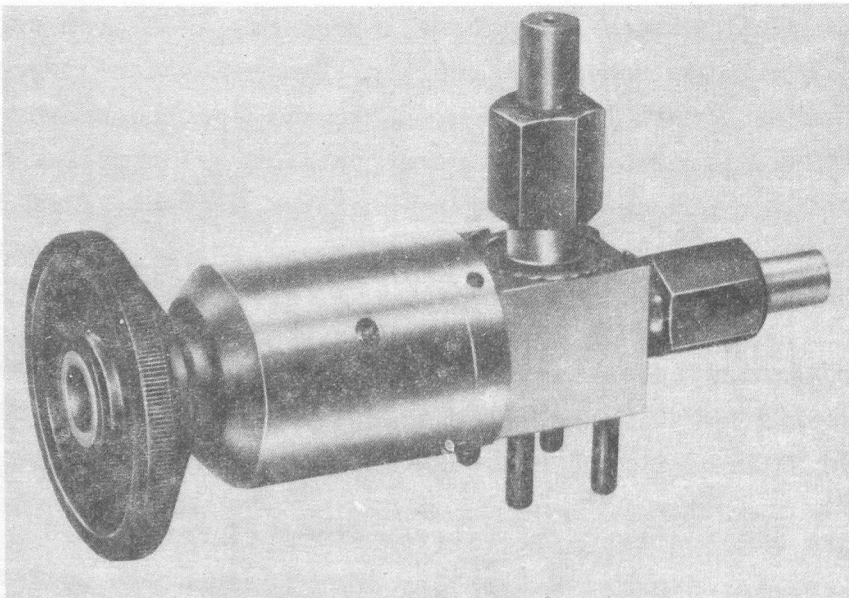
A fluor gyújtóhatása nitrogénnel, vagy más égést nem tápláló és nem éghető gázzal higitva rohamosan csökken. Üvegedénybe helyezett textília, gumi magas hőfoku lánggal ég, ha az üvegedénybe csövön keresztül fluort vezetünk, és ott tömény fluoratmoszféra keletkezik. Ugyanakkor a már felhígult fluor nem gyújtja meg ugyanezen anyagokat. Higitógáznak elsősorban N_2 jön számításba. CO_2 -t csak akkor szabad használni, ha a gáz szénhidrogénektől teljesen mentes.

A nitrogénhigitás említett hatása miatt célszerű gondoskodni arról, hogy a készülékeket, a palackfülkéket, stb. nitrogénnel el lehessen árasztani, a fluort nitrogénnel higitani lehessen.

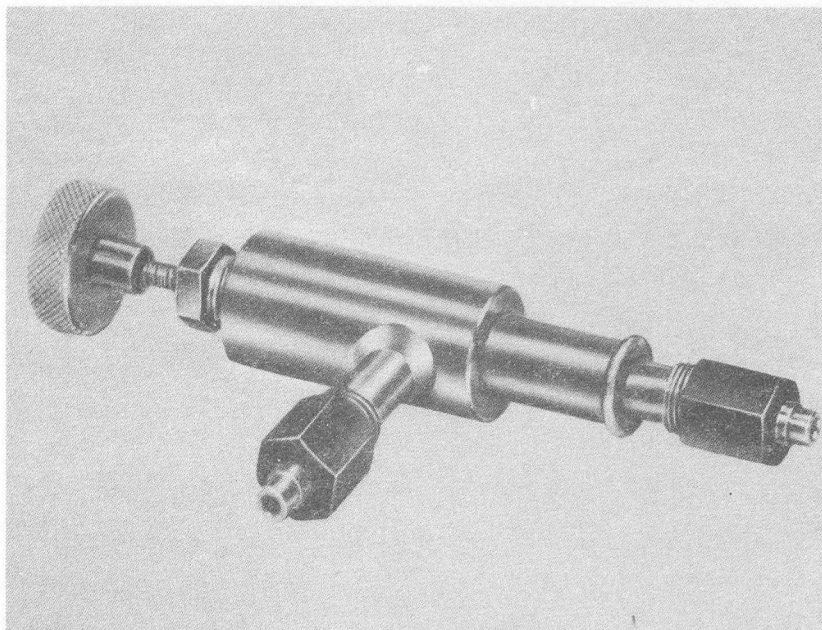
Az eddig elmondottak a légköritől kismértékben eltérő - 5 kp/cm² - nyomásu fluorgázra érvényesek. Nagyobb nyomásu fluorral is dolgozunk: a kereskedelmi forgalomba hozott, nagyobb mennyiségű elemi fluort tartalmazó palackok nyomása szállításkor 28 kp/cm². Az ilyen nyomásu gáz kezelése fokozott védőintézkedéseket igényel. E palackok tárolására és lefejtésére külön berendezést építettünk, a kiürült kisnyomásu palackjainkat itt töltjük fel 5 kp/cm² nyomásra /5. ábra/.



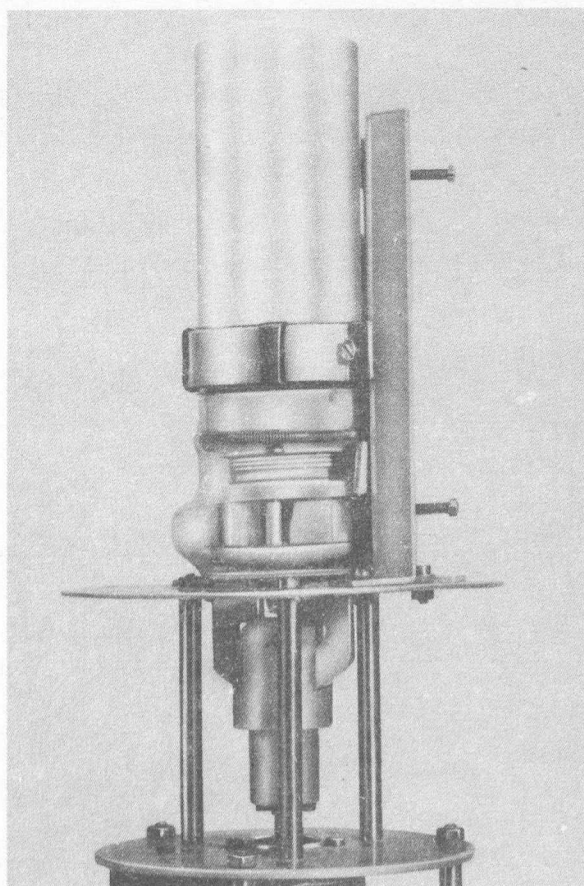
1. ábra
Nagynyomású fluorszelep
SzFT 28/1 típus



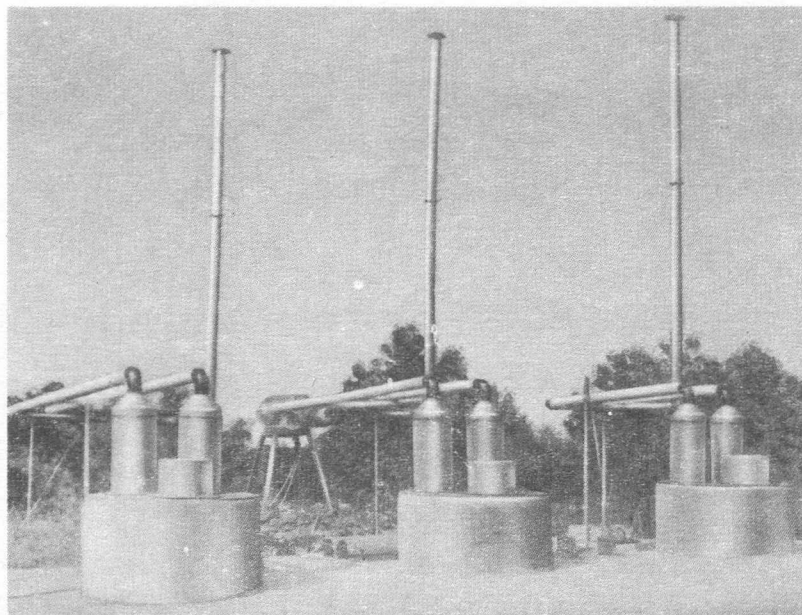
2. ábra
Szivárgásmentes fluorálló vákuumszelep
SzFM 5/2 típus



3. ábra
Fluoradagoló túszelep
SzFTT 28/1 típus



4. ábra
Mágneses meghajtású üveg-teflon ventilátor
fluortartalmu nagytisztaságu gázok keringetésére



5. ábra

Nagynyomású fluorpalackok tárolására és
lefejtésére szolgáló berendezés a KFKI-ban

Fluorkezelő berendezés

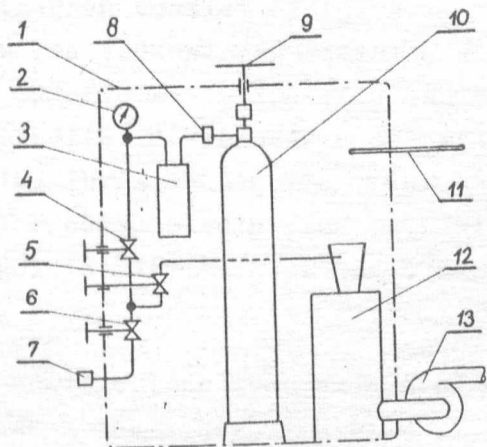
Elemi fluorral végzett munkánk során a következő főbb készülék-szerkesztési elveket tartjuk szem előtt:

A fluort befogadó edényeket, szerelvényeket, csöveket és más szerkezeteket általában olyan védőfal mögé helyezük, hogy törés, repedés, vagy más üzemzavar esetén közvetlen fluorgázsugár a kezelőket ne érhesse.

Az összetettebb, vagy nagyobb mennyiségű gázt tartalmazó készülékeket megfelelő elszívással felszerelt zárt fülkékben helyzetük el, ilyen esetekben a szelepeket és más kezelőszerveket a védőfal mögé kerülnek, működtetésük céljából a falon át vezetjük ki a hosszabbító szárazkat. Kritikus helyeken a szerelvényeket megduplázzuk.

A fluort tartalmazó, vagy fluorömlésnek kitett minden rendszert ellátunk olyan szerelvényekkel és csatlakozó berendezésekkel, amelyek lehetővé teszik a terek száraz nitrogénnel való átöblítését és elárasztását.

Minden fluort tartalmazó vagy fluorömlésnek kitett rendszernek szerves része valamilyen fluorelnyelő vagy fluorlekötő anyaggal telt szűrő, amely az esetleges kiszabaduló fluormennyiség megkötésére alkalmas. A 6. ábra egy palackfülke elrendezésének, a 7. ábra a szerelvények alternatív kapcsolásának elvi sémáját, és a 8. kép egy jól bevált fluorfesz mérőt mutat be.

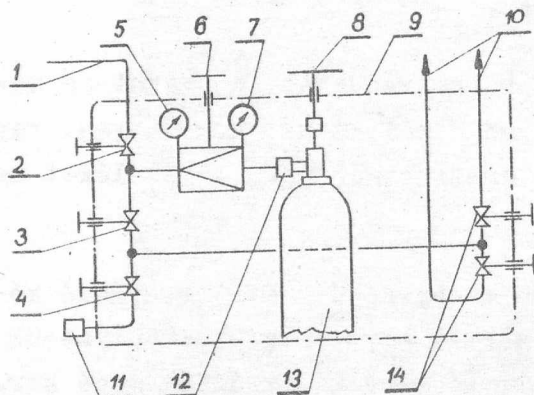


6. ábra

Palackfülke vázlat

1. acéllemez fülke, 2. ablakon át látható fesz mérő, 3. HF mentesítő, 4. szakaszoló szelep, 5. szelep a megsemmisítővezetéken, 6. adagoló szelep, 7. csővezeték csatlakozás felhasználáshoz, 8. csatlakozó a palackon, 9. palackszelep kézikereke, 10. F₂-t tartalmazó acélpalack, 11. nitrogénvezeték a fülke elárasztására, 12. F₂ megsemmisítő /megkötő/ berendezés, 13. a fülke szellőzését és a megsemmisítőt szolgáló ventilátor.

7. ábra



Csatlakozás F_2 palackra nyomáscsökkentővel

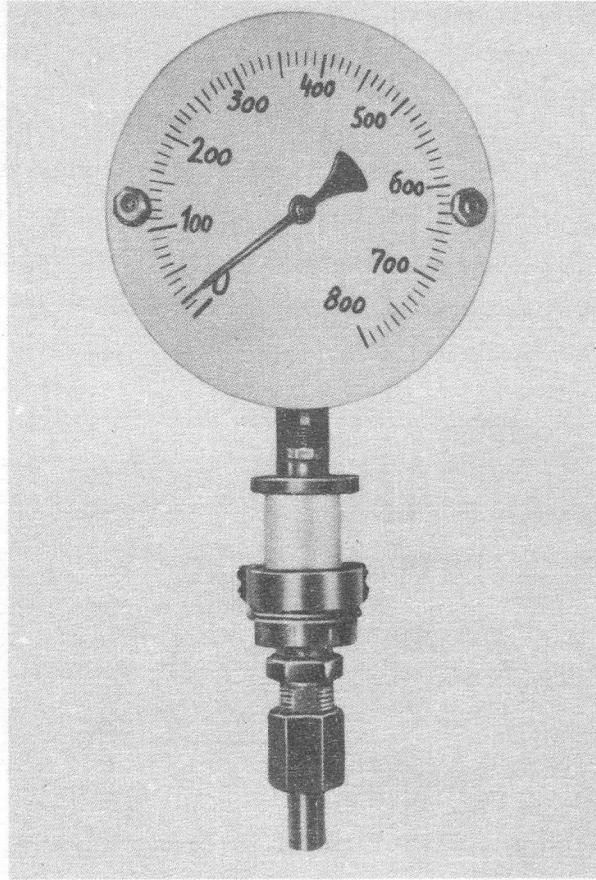
1. öblítő nitrogén vezeték, 2. N_2 szelep, 3. szakaszoló F_2 szelep, 4. adagoló szelep, 5. kisnyom.fesz-mérő, 6. nyomáscsökkentő szabályozó, 7. nagynyom. fesz-mérő, 8. palackszelep kézikerek, 9. fülke, 10. vezetékek megsemmisítőkhöz, 11. csőcsatlakozó felhasználáshoz, 12. csatlakozó a palackon, 13. F_2 -t tartalmazó acélpalack, 14. szelepek megsemmisítőkhöz.

A szerkezeti elemeket, ahol csak lehet, sima felületű, tömör alkatrészekként alakítjuk ki.

Igen fontosak a szereléskor betartandó szabályok: az összeszerelendő alkatrészekről a legkisebb fémforgácsot, fémport, szálkát, rozsdafoltot, porózus részt is gondosan el kell távolítani. Ugyancsak gondoskodni kell az alkatrészek teljes zsirtalanításáról is. Tisztítás után az alkatrészek fluorral érintkező felületeit nem szabad kézzel érinteni, mert az ujjlenyomat már égést iniciálhat. A berendezések szétbontása után sem szabad az előzőleg fluorral érintkezett felületeket puszta kézzel megfogni, minthogy a fémfluoridok mérgező hatásuk.

Teljes figyelmet kíván a berendezés gázzáróságának ellenőrzése is. A legkisebb tömörtelenség, vagy szivárgás sem tűrhető. A résen át kiáramló gáz ugyanis nemcsak veszteséget okoz és elszennyezi a környezetet, hanem a veszéllyel is jár, hogy a résben fellépő nagy gázsebesség miatt gyors korrózió, a lyuk rohamos bővülése következhet be, sőt lángreakció beindulása sem kizárt. A szivárgás helyének detektálására több lehetőség van, ezek közül az ammóniagőzzel és a KI-oldattal átítatott papírral való detektálás a leggyakoribb. A tömörségi próbán kívül külön nyomáspróbát kell végezni annak megállapítására, hogy a berendezés a szilárdsági követelményeknek megfelel-e. A várható korrózió mértékétől függően a nyomáspróba időközönként megismétlendő.

A berendezést összeszerelés után a viznyomok eltávolítása céljából vákuum alá helyezzük és kimelegítjük, majd nitrogén-fluor gázkeverékkel több lépésben passziváljuk, vagyis létrehozunk a fémfelületeken a védő



8. ábra
Fluorfesz mérő MFM 1/1 típus

fémfluorid réteget. A passziválás során az esetleges szerves szennyezőanyagok elégnak. A passziválás megtörténte után légköri nedvességet tartalmazó levegő bejutását a készülékbe meg kell akadályozni. A szerelés minden fázisában ügyelni kell a maximális tisztaságra és minden műveletet előzőleg alaposan megfontolva kell végrehajtani, végrehajtás alatt és utána ellenőrizni.

Az elemi fluor iránt növekvő érdeklődés mellett - a fluor nagy reakcióképessége miatt - sok laboratóriumi dolgozó úgy véli, hogy ezen anyag kezelése leküzdhetetlen nehézségekbe ütközik. Ugy véljük, hogy az ismerttetett berendezéseket, valamint megfelelő rendszabályokat a szokásos biztonsági rendszabályokkal együtt alkalmazva a fluor tulzott nehézség nélkül használható.

A szerzők a fentiekben vázolt adatokkal szeretnék felhívni az érdeklődők figyelmét az eddigi tapasztalatokra és hozzájárulni az ilyen irányú munkák során felmerülő problémák megoldásához.

I r o d a l o m

- [1] Magánközlemény szerint először Bródy Imre és Theisz Emil az Egyesült Izzóban
- [2] Mellor: Compr. Treat. on Inorg. and Theor. Chem. Vol. II. Suppl. I. 1956 p. 54, 62
Pauling: Die Nat. d. Chem. Bindg. p. 81
- [3] Gróz P., Kiss I., Révész A. and Sipos T.: J. Inorg. Nucl. Chem. 28, 909 /1966/
- [4] Mellor: i. mű p. 61

Érkezett: 1968. nov. 15.
KFKI Közl. 17.évf. 1.szám, 1969.

