MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA KÖZPONTI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETÉNEK

A .

KÖZLEMÉNYEI

1956

4. ÉVFOLYAM, 2. SZÁM

38483/56 - Akadémiai Ny.



A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA KÖZPONTI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETÉNEK K Ö Z L E M É N Y E I

Erő János, Mátrai Tibor, és Vödrös Dániel

közremüködés**ével szerkeszti:** Faragó Péter

4. évfolyam 2. szám 1956. március-április

	TARTALOMJEGYZÉK	
	Old	lal
1.	Vorsatz Brund: Uj logaritmusos fénygyengitő 1	11
2.	Vorsatz Brunó: Uj eljárás fémötvözetek szén- és kén-	
	tartalmának mennyiségi meghatározására	
	Előzetes közlemény 1	16
3.	Graff György: Protoneloszlások sugara tükörmagok	
	kötési energiakülönbségei alapján l	23
4.	Berkes István: Mágneses analizátor elektronok elhaj-	
	litására 1.	25
5.	Czike Kálmán és Fodorné Csányi Piroska: Deutérium	
	tartalom meghatározás 1	39
6.	Hajnal Perenc: Fotografikus módszerrel történő sugár-	
	védelmi eljárások 1	53
7.	Kormos István: Az ElT dekatron számolócső 1	70

Technikai szerkesztő: Stancsich Györgyné



A SPEKTROSZKÓPIAI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: KOVÁCS ISTVÁN

Uj logaritmusos fénygyengitő

Irta: Vorsatz Brunó

A mennyiségi szinképelemző vizsgálatoknál - mint ismeretes a gerjesztett próba összetételének megállapítása a szinképvonalak intenzitásának mérésén alapszik. A fotografikus eljárásnál a szinkép vonalai a fényképlemezen fekete vonalak alakjában mutatkoznak. Ezeknek a vonalaknak a feketedésviszonya a lemez feketedési görbéjét figyelembevéve, arányos a vonalak intenzitásviszonyával, tehát, ha a fényképlemezen lévő vonalak feketedését megmérjük, valamint megszerkesztjük a lemez feketedési görbéjét, akkor megállapíthatjuk a vonalak intenzitásviszonyát. Sok esetben, ha az elemzéshez szükséges összehasonlitópróbákat ugyanarra a lemezre vesszük fel, mint amelyikre a vizsgálandó próbákat, valamint, ha a mérendő vonalak feketedései a használatos lemezek feketedési görbéjének egyenes szakaszára esnek, a feketedési görbe megszerkesztésére nincs is szükség, a feketedésviszonyokból is megállapíthatjuk a próba összetételét.

Scheibe és Neuhäusser [1] ajánlották először logaritmusos kivágásu forgótárcsa használatát vonalak intenzitásviszonyának mérésére. Az azóta is elterjedten használt módszer lényege a következő: közvetlenül a spektrográf rése előtt a készülék optikai tengelyével párhuzamos tengelyű köralaku tárcsa forog. A tárcsa kerületén olyan alaku kivágás van, amelynek a rés előtt való elhaladásakor a rés egymás alá eső pontjainak az expozició alatti megvilágitási ideje logaritmusosan nő. /1. ábra/

A sztigmatikus leképzésű spektrográfoknál tehát a szinképlemezen olyan vonalak keletkeznek, melyeknek a feketedése felülről lefelé egyenletesen csökken, mivel a lemezt megvilágitó fény és az általa okozott feketedés között logaritmusos összefüggés van. A kisebb fényerővel megvilágitott szinképvonalak tehát rö-5612209



l. ábra. Lépcsős- és folytonos logaritmusos tárcsa.

videbbek, mint az erősebben megvilágitottak. Ennek megfelelően két "homológ" vonal viszonylagos hosszuságából közvetlenül következtetni lehet az illető elem százalékos mennyiségére. Ezt figyelembevéve a mennyiségi elemzésnél az elemzővonalak feketedésének mérése helyett ezen vonalaknak a szinképlemezen levő hosszát kell megállapitani, ami akár a szinképvetitőben a lemez 20x-os nagyitásban való kivetitése és a vonal hosszának mérőléccel való lemérése utján, akár más egyszerű és gyors módon történhetik. [2], [3].

A logaritmusos tárcsa nagy előnye az, hogy bár a szinképvonal-fotométerrel történő feketedésméréses kiértékelésnél sok esetben pontatlanabb, de a célnak rendszerint megfelelő pontosságu eredményt kapunk igen gyorsan és egyszerüen, fotométer felhasználása nélkül, tehát a módszer alkalmassá válik nagyon sok minta gyors kvantitativ elemzésére. [4].

Az emlitett pontosságcsökkenésen kivül a logaritmusos tárcsa hátránya ugyan, hogy szaggatott iv- és szikragerjesztésnél csak bizonyos megszoritásokkal alkalmazható, viszont egyenáramu ivgerjesztésnél, illetve nagyfeszültségü egyenárammal gerjesztett gáz- és gőzkisüléseknél nincsenek megkötések.

A logaritmusos tárcsa alkalmazásának másik feltétele, hogy közvetlenül a rés előtt legyen elhelyezve, ez egyuttal befolyá-5612209 solja a vele elérhető pontosságot is.

A logaritmusos tárcsa alkalmazásakor a tárcsát megfelelően csapágyazott tengelyre szokás szerelni, melyhez közvetlenül,vagy szijhajtás segitségével csatlakozik a tárcsát meghajtó mótor. A meghajtásnak és a csapágyazásnak forgás közben lehetőleg rezgésmentesnek kell lennie, mert a rezgések a spektrográfnak átadódnak, egyuttal a tárcsának bizonyos sebességen felül kell forognia.

Az általánosan használt log.tárcsás berendezések helyett egy uj, ezeknél lényegesen egyszerübb, olcsóbb, emellett általánosabban alkalmazható logaritmusos réselfedőt javasolunk, melynek lényege a következő: /2. ábra/



2. ábra. Az uj logaritmusos fénygyengitő elhelyezése a rés előtt /előnézet/.

Közvetlenül a spektrográf rése előtt, a rés sikjával párhu-Zamosan kisméretű bronzból készült lágyvasbetétes nyelv helyezkedik el. A nyelv mozgatását kisfeszültségű hálózati váltóáranmal táplált vasmagos tekercs végzi. A mágnes bekapcsolásakor a rezonanciapont közelébe hangolt nyelv 100 Herzes frekvenciával rezeg. Amennyiben a nyelvnek a rés előtt mozgó darabját a 3. ábra szerint alakitjuk ki, akkor az *a* -val jelölt profil megfelelő kiképzése esetén elérhetjük azt, hogy a rezgő nyelv kivá-5612209

- 113 -



3. ábra.

Logaritmusos fénygyengitő rezgő nyelvének alakja.

gása a fent leirt logaritmusos tárcsával azonos módon müködjék. Az *a* görbe megszerkesztésénél a logaritmusos viszonyon kivül figyelembe kell venni a rezgőmozgást végző nyelv egyes pontjainak a takarás pillanatában lévő mozgási sebességét.

A megszerkesztett görbe alapján egyszerű szerszám készithető, melynek segítségével a nyelvek nagy tömegben is gyárthatók.

A rezgőnyelves szerkezetet célszerüen olyan tokba helyezzük, mely a spektrográf résére helyezhető, a réssapka helyére, a réssapka pedig a hengeres tokra. Ilyen módon az egész szerkezetet egy 40-50 mm átmérőjü 10 mm magas hengeres tok képezi, amely 12 V-os transzformátorhoz csatlakozó vezetékkel bir.

A rezgó nyelv ilyen módon közvetlenül alkalmas egyenáramu iv, vagy nagyfeszültségü egyenárammal gerjesztett gázkisülés fényének logaritmikus gyöngitésére. Ha hálósati frekvenciával müködő fényforrás - szaggatott iv, kondenzált szikra - fényéhez óhajtjuk használni, akkor egyszerü impulzusgenerátorral hajtjuk meg, melynek frekvenciája 50 Hz-től eltérő és annak nem egész-számu többszöröse.

A fentebb jelzett tokba, egymással szemben, váltakozva, bebillenthető módon két, vagy több rezgónyelvet is elhelyezhetünk, melyek egyike megfelel a folytonos logaritmusos forgótárcsának, másika lépcsős kiképzésű és a lépcsős logaritmusos forgótárcsát pótolja, a harmadik pedig pl. 3 lépcsős és az egyes lépcsők takarási aránya megfelel a szokásos 3 lépcsős szűrőknek. Ebben az

5612209

esetben előnyként mutatkozik, hogy a fémréteges szürőkkel szemben az általa létrehozott fénygyengités a hullámhossztól független.

A rezgőnyelves fénygyöngítőnek egyszerüsége mellett igen nagy előnye, hogy a nyelv takaró része a réshez igen közel, attól tizedmilliméter távolságra helyezhető el.

Hangsulyozni kell végül, hogy a logaritmusos fénygyengitéses elemző módszer nem mondható elavultnak, mert nagyszámu próba gyors közelitő pontosságu elemzésénél, igy pl. az ásványtani kutatásokat szolgáló ásványvizsgálatoknál is igen előnyösen alkalmazható. A fent ismertetett, könnyen elkészithető és kényelmes eszköz éppen azt a célt szolgálja, hogy a módszer általánosabb elterjedését és ezáltal a spektroszkópiai gyorsvizsgálatok szélesebb alkalmazását elősegitse.

Irodalom.

[1] G. Scheibe és A. Neuhäusser Z.angew.Chem., <u>41</u>, 1218-22, /1928./
[2] É.B. Childs és J.A. Kanehann Anal.Chem., <u>27</u>, 223-25,/1955./
[3] M. Green és M.L. Polk Appl. Spectroscopy <u>8</u>, /3/, 126-30, /1954./
[4] J.A. Kanehann Anal.Chem. <u>27</u>, /12/, 1873-74, /1955./

Érkezett 1956. márc. 12.

A SPEKTROSZKÓPIAI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: KOVÁCS ISTVÁN

Uj eljárás fémötvözetek szén- és kéntartalmának mennyiségi meghatározására.

> Blőzetes közlemény. Irta: Vorsatz Brunó

Az acél, az öntöttvas és még néhány fémötvözet széntartalmának meghatározása fontos és gyakran előforduló feladat az anyagvizsgálat számára. Ezeknek az övözeteknek ugyanis a szén fontos ötvözőjük és számos szilárdsági, valamint egyéb tulajdonságuk széntartalmuktól függenek. Ezért a széntartalom meghatározására olyan módszer és berendezés szükséges, amelynek segitségével – a megfelelő pontosság és érzékenység mellett – nagymennyiségü próba gyors és olcsó elemzése válik lehetővé. A modern ötvözetgyártás és gyártásellenőrzés számára ugyanis a gyors és pontos szénelemzés, ma már szinte nélkülözhetetlen. Ugyancsak gyakori és fontos feladat a vasötvözetek kéntartalmának meghatározása is.

A használatos szénelemző módszerek két csoportra oszthatók: a./ kémiai elemzés, b./ a vizsgálandó fémötvözet valamilyen fizikai tulajdonságán alapuló meghatározás. A kéntartalom meghatározása mindig kémiai elemzéssel történik. Ma a legelterjedtebb a kémiai elemzéssel történő szénmeghatározás, ez a másik csoport módszereinél általánosabban alkalmazható. Lényege, hogy a vizsgálandó ötvözet bemért mennyiségü forgácsát CO, mentes oxigénáramban 1150-1300 C⁰-os hőmérsékleten elégetik. Az ötvözet széntartal ma ilyenkor CO2-vé alakul. Az igy keletkezett CO2 mennyiségét térfogatosan, sulyszerint, vagy titrálás segitségével meghatározva, ebből kiszámitható a vizsgált ötvözet széntartalma. A kéntartalom megállapitására a kifejlesztéses módszert, vagy a szénmeghatározáshoz hasonló, 0, áramban való elégetést és a keletkezett kénessav jodometrikus, konduktometrikus, stb. titrálással való meghatározását alkalmazzák. Az égetés hőfoka ilyenkor a C meghatározásnál magasatb, legalább 1300°C.

5612209

Az elégetéses szén- és kénmeghatározó módszer üzemi gyors sorozatelemzésekre igen alkalmas egyszerüsége és főleg gyors keresztülvihetősége miatt.

A meghatározásra szolgáló készülék két lényeges részből áll: 1./ az ötvözetnek oxigénáramban való elégetésére alkalmas elégetőrendszerből, 2./ az elégetőrendszerből kilépő CO₂-t tartalmazó O₂ gáz CO₂ tartalmának meghatározását végző berendezésből.

A próbának oxigénáramban való elégetésére szolgáló eszközül általában – a magas hőmérséklet miatt – szilitrudas ellenálláskemencét, ujabban nagyfrekvenciás villamos kemencét alkalmaznak.

A szilitrudas kemence olcsó és viszonylag egyszerü berendezés, számos hibája miatt azonban üzeme nem elég biztonságos. kezelése nehézkes. ezenkivül áramfogyasztása nagy. A szilitrudak nagyon törékenyek, hosszasabb üzem után durvakristályosodnak és még könnyebben eltörnek. esetleg üzem közben. amikoris csak az ezer fok feletti hőmérsékletű kemence lehülése után cserélhetők. Ez a kemence üzemének hosszabb megszakitását vonia maga után. A szilitrudas kemence felfütése - éppen a könnyen elpattanó szilitrudak miatt - csak lassan történhetik. A kemencében levő porcelán elégetőcső hosszabb izzitás folytán elgörbül, a próbát tartó porceláncsónakok ilyenkor, de néha e nélkül is, különösen kénneghatározáskor bennszorulnak a porceláncsőben. Ez szintén a kemencének - lehülés utáni - szótszedését vonja maga után. A felsorolt nehézségek és még több apró kényelmetlenség okoszák azután a szilitrudas kemencével működő szén- és kénmeghatározó berendezés bizonytalan és drága üzemét. Ehhez még azt is hozzá kell tenni, hogy hőálló acélötvözetek a kemencében nehezen, vagy egyáltalában nem égethetők el.

Sokkal kényelmesebb és üzembiztosabb a nagyfrekvenciás villamos árammal fütött kemencék üzeme, ezek azonban meglehetősen bonyolult és drága villamos berendezések, emellett áramfogyasztásuk sem csekély, meghibásodásuk esetén pedig megfelelő szakképzettségü személy tudja csak megjavitani a készüléket. Hátrányuk az is, hogy a bennük lévő nagyteljesitményű, drága elektroncsöveket, tekintve, hogy ezek a készülékek napi 8-10 órán át vannak üzemben, aránylag gyakran kell cserélni. A fent leirt vizsgálatokra igen előnyösen alkalmazható az általunk kidolgozott ives elégetőkamra, mely a szilitrudas kemencét, illetve nagyfrekvenciás izzitót, nemcsak hogy teljes mértékben pótolja, hanem ezeknél sokkal egyszerübb, olcsóbb és könynyebben kezelhető.

Az ives elégető /l. ábra/ lényege abban áll. hogy a megfelelően kiképzett réztartóban elhelvezett ötvözetforgács és a föléje helyezett, szintén rézből készült ellenelektróda között villamos ivet létesitünk, oxigén egyidejű áramoltatása mellett. A felső elektróda furattal bir és egyuttal az oxigénbevezető szerepét tölti be. A két elektróda zárt térben helyezkedik el. Az ivben megindul a próba égése és az iv megszüntetése után is folytatódik. Elősegiti a tökéletes elégést az oxigénnek a forgácsra való közvetlen rááramoltatása is. Nehezen égő acéloknál az iv az elégés végéig is fenntartható. A CO, ill. SO, tartalmu oxigéngáz az elégetőkamra alján távozik. Az áramlási viszonyok a kamra megfelelő kialakitása folytán igen jó öblitést biztositanak, tehát kis oxigénfelesleg szükséges. A kamra hütőbordás fedéllel bir. A fedélen alkalmazott tömszelencén keresztül bevezetett rézcső a felső elektróda, valamint átmenő furatával egyuttal az oxigénbevezető is. A kamra hengeres oldalfalát hőálló üveg alkotja. A kamra alsó része kupos csiszolattal bir. ezáltal egy mozdulattal befelé nyitható és a próbát tartó kehely könnyen kivehető. As alsó részt ellensulyos emelő szoritja helyére. Es egyuttal a kamra biztonsági szelepe, mely meg nem engedett belső tulnyomás esetén lefelé nyilik. A gázok az alsó réss nyilásain és csövén távosnak. Az üveghenger, valamint a tömszelence gázzáró szigetelése mipolam lemezből kivágott gyürükkel történik. A felső lapot a felfröccsenő izzó fémrészektől, a csiszolatot pedig a lepergő fémés fémoxidszemcséktől könnyen cserélhető csillángyürük védik. A fedelet és aljat három szigeteltbetétes csavar szoritja össze. Üzem közben a próba behelyezése az alsó csiszolatos rész lefelé történő kinyitása után történik. A kamra egyszerűen, a három öszszeszoritó csavar megoldásával szedhető szét.

A leirt kamra működtetéséhez szükséges ivet nagyfrekvenciával gyujtott váltóáramu iv szolgáltatja, mely a működtető gomb megnyomásakor lép üzembe. Erre a célra jól alkalmazható a szinképelemzésnél használatos ivgerjesztő, vagy annak a leirt készü-5612209

- 118 -





lékhez készitett egyszerű változata. Elvi kapcsolás a 2. ábra felső részén látható. A kamrából az alsó kivezetőcsövön kiáramló gáz az elégetés után tartalmazza az elégés folyamán keletkezett CO₂ és SO₂ gázt. Ez a kilépő gázelegy azután összetevőire nézve az ismert módokon /tehát pl. CO₂-re KOH-s elnyeletéssel, potenciometrikus, vagy konduktometrikus titrálással, stb., SO₂va jodometrikus titrálással. stb./ meglemezhető.

Az ives elégetőkamra használata tehát a következő: Az elégetéshez szükséges oxigéngázt oxigénpalackból redukálószelep segitségével nyerjük. A gázt a szokásos módon mossuk KOH-val, konc. H2SO4-el, vagy nátronmésszel, stb. töltött gázmosópalackokon keresztülvezetve. Ezután a gáz az ives elégetőkamra felső bevezetőcsövén keresztül jut a kamrába. Ezen keresztülhaladva az alsó kivezetőnyilásokon keresztül a kamra alsó kivezetőcsövén távozik. Ide csatlakozik a keletkezett reakciótermékek meghatározására szolgáló berendezés, tehát szénelemzésnél a krómkénsavas mosó és a KOH-s elnyeletőbüretta, vagy potenciometrikus, ill. konduktometrikus, stb. titrálóberendezés, kénelemzésnél üveggyapot szürő és jodometrikus, konduktometrikus, stb. titrálóberendezés. /1. a 2. ábrát/ A vizsgálandó próbából a szokott módon forgácsot, vagy reszeléket készitünk és analitikai mérlegen való bemérés után a kamra réztégelyébe helyezzük. Ezután a kamra alsó részét kinyitva a tégelyt helyére illesztjük és a kamrát bezárjuk. Rövid gázáramoltatás után megkezdhető az elemzés, tehát a müszereket nullázzuk, majd az ivgerjesztő működtető gombját megnyomjuk. Az acél elégése megindul és az égést az oxigén adagolása, valamint az iv müködtetése segitségével egyenletesen vezetjük. A kamra elé alkalmazott sötét védőüveg segitségével az égést állandóan figyelemmel kisérhetjük. Az elégés megtörténte után a CO2-t ill. SO2-t a szokott módon megelemezzük. Elégés után a réztégelyt cserélni, vagy tisztitani nem kell.

Fentiekből látható, hogy az ives elégetőkamra használata egyszerű és a szokásos berendezésekben a szilitkemence helyébe közvetlenül behelyezhető. Emellett nagy előnye, hogy felfütésre nincs szükség, mert gombnyomásra bármikor müködik, áramfogyasztása pedig elhanyagolható. A leirt ives elégetőkamrával olyan egyszerű és üzembiztos berendezés áll az üzemek rendelkezésére, melynek segítségével olcsón, gyorsan és egyszerűen végezheti el akár betanitott munkaerő is az üzem számára olyan fontos szén- illetve kénmeghatározásokat.

Ebben az előzetes közleményben összehasonlitó mérési eredményeket, valamint további részleteket nem közöltem.

Érkezett 1956. márc. 12.

A KOZMIKUS SUGÁRZÁSI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: JÁNOSSY LAJOS

Protoneloszlások sugara tükörmagok kötési energiakülönbségei alapján

Irta: Graff György

Ismeretes, hogy az utolsó években többen foglalkoztak a mag Coulomb-töltéseloszlása mérésével, ill. számitásával. E munkák eredményeképpen alakult ki az a felfogás, hogy a protonok eloszlása a magban a neutronokétől eltérő képet mutat, mind a sürüséglefutás, mind esetleg az eloszlás sugara tekintetében. Nem lesz talán érdektelen, ha egészen durva, közelitő számitások céljaira, néhány plauzibilis sürüségeloszlás feltételezésével, teljesen klasszikus módon, a kvantummechanikai korrekciók figyelmen kivül hagyásával, becslést adunk a protoneloszlásnak a kisérleti adatoknak megfelelő lineáris méreteiről. A számitást a tükörmagok kötési energia-különbségei alapján végezzük.

Ha Z a nagyobb rendszámu mag, akkor az energiakülönbség: $\Delta E = (A, Z) - E(A, Z - t) = E_c(Z) - E_c(Z - t)$

ahol E a mag teljes kötési energiája, \mathcal{E}_{C} az elektrosztatikus sajátenergia.

Háromfajta lehetséges protoneloszlást tételezünk fel:

1./
$$\varphi(r) \begin{cases} f_0 & \text{ha } r < R_0 \\ 0 & \text{ha } r > R_0 \end{cases}$$

2./ $\varphi(r) = \varphi_0 e^{-\left(\frac{r}{\alpha}\right)}$
3./ $\varphi(r) = \varphi_0 e^{-\left(\frac{r}{\beta}\right)}$

mindhárom esetben a protoneloszlás teljes térfogatára nor mált,

Az ilyen eloszlásokhoz tartozó elektrosztatikus energiák és a megfelelő kötési energia-különbségek rendre:

5612209

- 124 - $E = \frac{3}{5} \frac{(Z_e)^2}{R_o} , \frac{5}{32} \frac{(Z_e)^2}{\alpha} , \frac{1}{(Z_a)^{1/2}} \frac{(Z_e)^2}{\beta}$ $\Delta E = \frac{3}{5} \frac{e^2}{R} (2Z-1) , \frac{5}{32} \frac{e^2}{a} (2Z-1) , \frac{1}{(2Z)^{1/2}} \frac{e^2}{B} (2Z-1)$

 $/ \Delta E$ -nél elhanyagoltuk az eloszlás sugarának váltosását Z-nek eggyel való csökkenésekor/.

A tükörmagok /n,p/-reakciókból mérhető kötési energia-különbsége rendelkezésünkre áll /Carlson, Talmi, Phys.Rev. <u>96.</u> 436. 1954./.

Közöljük néhány tükörmag-párra R_o , α , β értékeket, majd ezek $A^{\frac{1}{3}}$ -ad részét, β , α_o ; β_o -t, /10⁻¹³ cm egységekben/.

	R _o	r _o	а	a _o	β	Bo
13 ^{A1²⁵ - 12^{Mg²⁵}}	4,2932	1,4683	1,1180	0,3824	2,8547	0,9763
14 ^{51²⁷ - 13^{41²⁷}}	4,2099	1,4033	1,0838	0,3613	2,7673	0,88 91
15 ^{p29} - 14 ^{Si²⁹}	4,3436	1,4138	1,1311	0,3682	2,8882	0,9401
17 ^{C1³³ - 16^{S³³}}	4, 7988·	1,4961	1,2497	0,3896	3,1909	0,9948
18 ^{A³⁵ - 17^{C1³⁵}}	4,8841	1,4932	1,2719	0,3888	3,2476	0,9928

Érkezett 1956. márc. 9.

AZ ATOMFIZIKAI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: SIMONYI KÁROLY

Mágneses analizátor elektronok elhajlitására

Irta: Berkes István

Összefoglalás:

Mágneses eltéritőt készitettünk 300-1000 keV-os elektronok impulzusának mérésére. A szektortérben az elektronok 90°-os elhajlitást szenvednek. A mágneses tér mérése ballisztikus galvanométerrel történik. Az elhajlitót Csl3? és Th B K-konverziós vonalával hitelesitettük. A félértékszélességgel definiált felbontóképesség 0,8%-os.

Az Atomfizikai Osztályon működésben lévő 1 MeV-os szabadtéri Van de Graaff generátorral elektronokat gyorsitunk. Eddig fékezési sugárzás gyengülését vizsgáltuk vele a 200-400 keV energiatartományban. [1] . A tervbevett Coulomb-szórási mérések elvégzésére az elektronokat a generátor alól a kivül elhelyezett szórókamrába kell vezetni; erre a célra 90°-os mágneses eltéritést alkalmazunk. Az elhajlitó egyuttal a gyorsitott elektronok energiájának mérésére is alkalmas.

1. Mágnes-konstrukció.

A költség- és időtakarékosságra való tekintettel az elhajlitó mágnes járma egy régi gőzgép forgattyutengelydarabjából készült. A méretek kb. 8-10 cm elhajlitási sugarat tettek lehetővé. Ennek megfelelően választottuk az 1. ábrán látható elrendezést. A pofák közti légréstávolság 21,2 mm.

A mágneses tér gerjesztését szolgáló 1200 menetszámu tekercset egy prespán szigeteléstől eltekintve közvetlenül a vastestre tekercseltük. Igy a tekercs egyáltalában nem melegszik, ami ellenállásának állandóságát biztosítja. A 0,5-1A-es gerjesztő áramot 3 db sorbakapcsolt, egyenként 6,3 V, 120 Aó-s akkumulátor adja.



A szabályozás előtét ellenállásokkal történik, melegedésük miatt célszerü volt a gerjesztőáramkört a mérés előtt kb 1/2 órával bekapcsolni. A rendszer a mérési pontosságon belül stabilisnak mutatkozott.

A kész mágnes terének kimérése u tán a elhajlitás sugarát 9 cm-nek választottuk; igy futnak leghomogénebb térben az elektronok. Az előzetes tervezésnél a szórt tér hatását 0,7.k pólusmeghosszabbitással vettük figyelembe, ahol k a pólustávolság. Az alkalmazott kis indukció miatt a külső zavaró terek kiküszöbölése végett árnyékoló vascsövet is használtunk. Ez természetesen módositotta a szórt tér eloszlását, amit utólag vettünk figyelembe.

2. Mágneses tér mérése.

Az energiamérés kb ± 1%-os megkövetelt pontossága a mágneses tér mérésének módját is megszabja. Forgótekercses mágneses térmérő [2] csuszógyűrűs megoldásban a kontaktus bizonytalan-5612209 sága miatt reprodukálhatatlenná teszi a mérést, a csővoltmérővel való feszültségmérés sem adja meg a megkivánt pontosságot. Standard fluxmérők arretálása 1-2 % bizonytalansággal történik. A Siegbahn és Hedgran által kidolgozott megoldás [3] bonyolultsága miatt a mi mérési pontosságunknál még nem indokolt. A rendelkezésre álló müszerek közül legmegfelelőbbnek ballisztikus galvanométer használata mutatkozott.

A tér mérésére a 2. ábrán látható indukciós tekercset készitettük. Adatai: d_b:10 mm., d_k:11,2+0,1 mm menetszám 494 R: 102,5 ohm. A tekercsben a fluxusváltozást vagy a mágnesező áram kommutálásával, vagy a tekercsnek a térből történő kirántásával lehet elérni. A méréshatár változtatása a galvanométer mérőkörébe iktatott 1000, 3000 és 10.000 ohmos előtét ellenállással történt.



2. ábra.

A galvanométer ballisztikus állandóját normál kondenzátor kisütésével mindhárom méréshatárra meghatároztuk. A müszer a 8-25 cm kitérésnek megfelelő tartományban 2%-os nonlinearitást mutatott. A mérés reprodukálhatósága 0,2-0,3 %-os . A 3000 ohmos előtétnél 16-20 cm kitérés esetén k₃₀₀₀=21.2 ± 0,2 Gs/cm.

Az egész térmérő rendszert /galvanométer, előtétellenállás, mérőtekercs/ az Elektromágneses Hullámok Osztályán lévő magnyomaték mérő berendezéssel hitelesitettük. A mágneses térre vonatkozó ballisztikus állandó igy gyakorlatilag a ballisztikus galvanométer mérési reprodukálhatóságával egyező pontossággal adódik, ugyanabban az elrendezésben, amellyel a tényleges mérés is történik. Ebből k₃₀₀₀=21,03 Gs/cm ami az előző módszerrel meghatározottal a mérési pontosságon belül egyezik.

A szórt teret a mágnesező áram kommutálásával vettük fel. Az idealizált pálya mentén vett szórt tér eloszlást a 3. ábra szemlélteti.

A 4. ábrán látható mennyiségeket $\varphi = \frac{f}{r} \int h(x) dx - et$ ill. $y = \frac{f}{r} \iint h(x) dx^2 - et$ numerikusan határoztuk meg. A számitás szem rint az árnyékoló vascső miatt 5,4°-al, azaz 6%-kal kisebb a pám lya eltérülése az ideális 90°-nál. A kivánt leképzés tehát kb. 6%-kal nagyobb mágneses térrel valósitható meg. A méréseknél a

- 127 -



3. ábra.



4. ábra.

nálható belső konverziós

jobb fokuszálási sajátságok miatt 0,5 k-ra állítottuk be az árnyékolócső távolságát a mágnes szélétől. Igy némikép csökken az előbb leirt hatás

3._Hitelesités_rádióaktiv preparátummal.

A mágneses eltéritő legpontosabban rádióaktiv anyagok vonalas energiaspektrumával hitelesithető. Az l MeV-ig terjedő energiatartományban Siegbahn a következő standardként haezvonalakat adja meg [4].

vonal	Br Gauss cm	energia keV	konverziós tényező %	
Th B-F	1388, 56 ±0,15	148,08	~	21
Th B-I	1754,01 <u>+</u> 0,20	222,22	~	2,5
Th C"-L	2607,17+0,30	422,84	~	0,6
Au ¹⁹⁸ K	2222,4 <u>+</u> 0,4	328,7	2	5
Cs ¹³⁷ K	3381,28+0,5	624,21		9,7
Co ⁶⁰ I.K	5322,5	1164,5	~	10-2
Co ⁶⁰ II.K	5879,4	1324,2	~	10-2

I. Táblázat

Au¹⁹⁸ a szükséges mennyiségben /20-30 mikrocurie/ nem állt rendelkezésre és az Atomfizikai Osztályon lévő kaszkádgenerátorral is, csak igen nagy mennyiségü arany felhasználásával lett volna előállitható, ezért nem jöhetett számitásba. Co⁶⁰-ból - kis konverziós tényezője miatt - nagy aktivitásu preparátumra lenne szükség. Különösen alkalmas a Cs¹³⁷, mert elég nagy a konverziós tényezője és - mint a bomlási sémából is látható - a konverziós vonal alatt nincs lényeges intenzitásu folytonos β spektrum. A hosszu felezési idő kényelmessé teszi a vele való mérést. A Debreceni Kossuth Lajos Tudományegyetem Általános és Fizikai Kémiai Intézetében lévő kb 0,5 mC radiothorium preparátummal a Th B F vonala is hozzáférhető a mérés számára.



5. ábra.

a./ Forrás-preparálás. 40 mikrocurie Cs¹³⁷Cl-ot néhány tized cm³ desztillált vizben feloldottunk, majd kapilláris cseppentővel 1 mg/cm² vastagságu styroflex foliára csepegtettük, és infravörös lámpa alatt bepároltuk. Igy kb. 30 mikrocuriet sikerült egy 2-3 mm.átmérőjű foltra felvinni. 0,4 mm. réssel biró rézlemezt helyeztünk a fólia elé; ez határozta meg a forrásszélességet; kb 7 mikrocurie a preparátumnak a rés

alatt lévő része, s ez az, ami a mérésben felhasználható. A fólia ráfekszik a lemezre, igy forrásfeltöltődés nem jöhet létre. A preparátum hordozómentes, forrásabszorpciót nem észleltünk.

A Th B forrást két eljárással állitottuk elő. Az egyik esetben közvetlenül az emanáló kamrába helyeztünk egy 90 μ átmérőjü szénszálat. A kis felületre azonban nem csapódott rá elegendő aktivitás. A másik módszer szerint a szokásos módon platina lemezt exponáltunk az emanációs kamrában, majd a lemezről salétromsavval leoldottuk a Th B-t; az aktivitást vizzel felszedve az előbb leirt módon felcsepegtettük. Ennek a módszernek a hátránya, hogy a preparálás kb 7 óra hosszat tart és ezalatt az aktivitás csaknem feleződik.

b./ Detektálás. Az elhajlitott elektronokat a Radiológiai Osztályon készült 15 mg/cm² ablakvastagságu végablakos GM csővel detektáltuk. A GM cső töltése 24 cm nyomásu, igy atmoszféranyomáson és vákuumba helyezve egyaránt használható. Ablak abszorpció 200 kV fölött nem jelentős, ezért a Cs¹³⁷ konverziós vonalának mérését nem zavarta.

c./ Felbontóképesség, résrendszer. A spektrum felvétele a mágneses tér változtatásával történik. A detektorba jutó elektronok, tehát mindig ugyanazon a pályán haladnak végig. A felbontóképesség számitását idealizált téreloszlásra végeztük el



6. ábra.

A képszélesség négy tagból tevődik össze:
1./ A detektor előtti rés szélessége d₁ = s₁.
2./ A forrás szélessége d₂; ez a detektor oldalra leképződve

 $S_2 = o'_2 \frac{r}{l'}$ szélességü /lásd pl. [5] /..

3./ A képpont helyén α^2 -től függő képkiszélesedés lép fel. A pályaegyenletet fölirva $\sin \alpha \sim \alpha \quad \cos \alpha \sim \alpha^2/_2$ közelitéssel és az $\ell' \ell'' = f^2$ fokuszálási egyenlet felhasználásával $S_3 = r \frac{\alpha}{2} \left[1 + \left(\frac{\ell''}{r}\right)^2 \right]$ ahol f a fokusztávolság, esetünkben éppen az elhajlitási sugárral egyenlő. A kiszélesedés mindig az elhajlitás középpontja irányába történik.

4./ A forrás valamely pontjából nemcsak a középsikban, hanem ahhoz β szögben hajló pályán haladó elektronok is bejuthatnak a detektorba. Homogén mágneses tér ebben az irányban nem fokuszál; β értéke egyszerüen adódik a geometriából. Nem pontszerü forrásoknál β meghatározása nehezebb. Minthogy β értéke általában kicsi, nem okoz jelentős képkiszélesedést.

5612209

h(x) = 1 ha x < 0 + 0.7k

$$S_{4} = \frac{\beta^{2}}{2}r(1+\frac{\ell''}{r})$$
 - 132 -

Előjele az előzőével egyezik.

Fotografikus regisztrálás esetén a teljes képszélesség $s = \sum_{i=2}^{4} s_i$. Ha a mágneses tér változtatásával vesszük fel a spektrumot a képszélesség nagyobb; a detektorba u.i.ettól kezdve, hogy az $s_2+s_3+s_4$ tagokból álló kép egyik oldalt belép a detektor előtti résbe, egész addig, mig másik oldalt ki nem lép, jut elektron, tehát $s = s_1+2$ $(s_2+s_3+s_4)$.

Ha a B indukciót változtatva az elhajlitási sugár \triangle r-rel megváltozik, a vonal $\delta = \triangle r \left[1 + \frac{l''}{r} \right] -$ et mozdul el. Az extrapolált felbontóképesség tehát:

 $\frac{\Delta B}{B} = \frac{\Delta r}{r} \ge \frac{d_1}{r+\ell''} + 2\left[\frac{\ell}{r+\ell''} + \frac{d_2}{2} \frac{1+\left(\frac{\ell''}{r}\right)^2}{1+\frac{\ell''}{r}} + \frac{B^2}{2}\right]$

A félértékszélességben mért felbontóképesség:

$$S_{1/2} = \frac{a_{1}'}{r+\ell''} + \frac{\ell''}{r} \frac{d_2}{r+\ell''} + \frac{\alpha^2}{2} \frac{1+\left(\frac{\ell''}{r}\right)^2}{1+\frac{\ell''}{r}} + \frac{\beta^2}{2}$$

Megjegyzendő, hogy a β spektroszkópiában inkább az utóbbi felbontóképesség definiciót használják [4].

Elrendezésünknél a forrástávolság 13,5 cm, a detektorrés távolsága 6 cm volt az ideálizált pólusszegélytől mérve. A beállitás folyamán többször vált szükségessé az egyes rések csökkentése. Végső helyzetük szerint $\alpha = 2,78.10^{-2}$, $\beta = 1,2.10^{-2}$ A detektor előtti rés 1 mm-es volt.

Az e xtrapolált felbontóképesség tehát:

$$\frac{\Delta r}{r} \geq 6,67.10^{-3} + 2(1,78+0,34+0,07)10^{-3} = 1,1\%$$

A félértékszélességben mért felbontóképesség pedig

S1/2 = 0,87 %
Az elhajlitó transzmissziója
$$T = \frac{\alpha \beta}{\pi} \sim 10^{-4}$$

A Cs¹³⁷ K konverziós vonal - természetes szélességét elhanyagolva - monokromatikusnak tekinthető, igy segitségével az elhajlitó rendszer felbontóképessége megmérhető. Az extrapolált felbontóképességet ugy határoztuk meg, hogy a konverziós vonal felfutó és lefutó ágát a háttérintenzitásig extrapoláltuk.

5612209

Az extrapoláció pontatlanabb volta miatt hibahatárul a mágneses térmérés kétszeres hibáját kell venni. A félértékszélesség hibahatárának a mágneses térmérés pontatlanságát tekinthetjük.

Az első beállitásnál a forrás és a detektor közt csak egy közbenső rés helyezkedett el, mely az elhajlitónak forrásfelöli oldalán α értékét korlátozta. Ekkor $\alpha = 7,8.10^{-2}$. A 7. ábra jól mutatja, hogy a felbontóképesség egészen rossz volt.

Ezt főleg az elhajlitó oldalfaláról a detektorba szóródó sugárzás okozta. Ezért az elhajlitó cső forrás felöli oldalán β értékét lecsökkentettük, ugyhogy a forrásból közvetlen elektronnyaláb az elhajlitó falát ne érhesse. Az elhajlitó detektor felöli oldalára is helyeztünk egy rést.

A 8. ábrán az ilyen módon felvett vonalkép látható. Az ábrán a kétszeres statiszti-



7. ábra.

kus hibákat is feltüntettük. A háttérintenzitás az 1,18 MeV-os β spektrumot is magába foglalja. A K és L+M konverzió különválása bizonyos fokig már megtörtént. Jóllehet a számitott félértékszélesség ebben az esetben 1,2% volt, a mérés 2,4 %-ot adott. A vonal alakja egyértelműen utal arra, hogy rossz a fokuszálás: α értékét tul nagynak választottuk. Erre mutatott az is, hogy a mért intenzitás sokkal kisebb volt a számitottnál. Ennek oka az,hogy a nyaláb szélessége tul nagy volt a mágnes pofák méretéhez képest és igy a nagyobb α szöghöz tartozó pályákon mozgó elektronok gyengébb térbe kerültek /szórt tér/, ami defokuszálta azokat.

Ezután α szöget nyilván csökkenteni kellett. α értékét a már megadott 2,78.10⁻²-re beállitva

 $\frac{\Delta r}{r} \ge 1,4 \pm 0,4 \% \qquad S_{\frac{1}{2}} = 0,8 \pm 0,2 \%,$

ami a fentebb kiszámitottal egyezik. A 9. ábrán a K és L+M vonalak élesen elkülönülnek. A K és L+M konverziós vonalak távolsága



9. ábra.

a számitással egyezésben 3,2 %-nak adódott. Az L és M vonalak 0,5%-ra lévén egymástól jelen elhajlitóval nem bonthatók fel.

5612209

Az $\alpha_{k/\alpha_{L+M}}$ viszony 4,25 ± 1,3-nak adódott. Ez az irodalomban megadott 4,64 értékkel a statisztikus hibákon belül egyezik. [6]. A nagy hibahatár a gyenge preparátum miatt van.

Az elhajlitó abszolut hitelesitése végső fokon tehát ennek a mérésnek az alapján történik. A 9. ábrán a baloldali ág felső végződéséhez tartozó ballisztikus galvanométer értéket a 3381,3 Gs cm impulzusnak feltettük meg. Az elhajlitó rendszer többszöri szétszerelése és összeállitása a mérés pontosságán belül kimutatható reprodukálhatatlanságot nem okozott.

A térmérő tekercs ballisztikus állandóját a 2. pontban leirt módon már meghatároztuk. Ebből a mágneses tér a vonal helyén 3960 Gs-nak adódott. A 3381,3 Gs cm és 9 cm elhajlitási sugárból viszont csak 3760 Gs-nak szabadna lennie. Az 5 %-os eltérés oka a szórt térben történő elhajlás. Mértéke egyezik a kiszámitottal.

A kis transzmisszió és gyenge preparátum miatt a Cs¹³⁷ β spektrumát csak a felbontóképesség lerontásával lehetett felvenni.



^{10.} ábra.

Ezért a -t 3,7.10⁻²-re, a d₁ detektorrést 1,5 mm-re növeltük. Ezzel az extrapolált felbontóképességet 2, a félértékszélességet 1,6 %-ra rontva nagyobb intenzitást lehetett elérni, minthogy igy a folytonos spektrum nagyobb részét fogta be az elhajlitó. A 10. ábrán az általunk felvett β spektrum látható. Az ábrán feltüntettük a háromszoros statisztikus hibákat is. Az ordinátán n az egyes mérési pontokhoz tartozó intenzitásérték; N(p) skáláját a 3381 Gs cm-hez tartozó intenzitás-értékre vonatkoztattuk. A görbe kisenergiáju része eltér a helyes lefutástól; Ennek oka a detektor ablakabszorpciója.





A ll. ábrán a bomlás helyesbitett Fermi-ábrája látható. $S_n(W)$ az átmenettől függő formafaktor, mely $\Delta j = \pm 2$ és paritás váltás miatt $S_n(W) = W^2 - 1 + (W_0 - W)^2$ alaku, ahol W az elektron teljes energiája mc² egységekben mérve. A nagy statisztikus hibák miatt az F(Z,W) Fermi-függvényt nem vettük figyelembe, minthogy annak teljes változása a mért energiatartományban 7%. Az ábra nagyenergiáju részén a mérési pontok eltérnek az egyenestől.Ez a statisztikus hibákon kivül, az 1,18 MeV-os átmenet β részeinek is következménye. A kisenergiáju rész eltérése az ablakabszorpciónak tudható be.

A Th B-vel végzett mérések célja ellenőrző jellegű volt. A legnagyobb intenzitásu a vonalak közül – mint az I. táblázatból látható – a K konverziós, un. F vonal. Ez alatt erős folytonos

 β spektrum is van. Sajnos a forrás preparálásánál ismeretlen eredetű inaktiv szennyezés került az oldatba s igy az első mérésnél 0,25-0,35 mg hordozóval sikerült csak a forrást elkésziteni. Ez természetesen elmosódottá tette a vonalat, s maximumát is eltólta. A számitott eltolódás 2,5-3,5 %, a mért 2,8% volt. A megismételt kisérletnél is 0,1-0,2 mg szennyezés került a forrásra. A 12. ábra tisztán mutatja a forrásabszorpció hatását. Itt már



csak 1,4 % eltolódás tapasztalható; ha azonban a vonal jobb oldalát a folytonos spektrumintenzitásig extrapoláljuk, a statisztikus hibákon belül egyezést kapunk a Cs¹³⁷-tel végzett hitelesitő mérésekkel. A mérés további finomitása szemmelláthatóan csak a forrás preparálási technikán mulnék, ezt azonban- minthogy a szükséges erősségü Th preparátum Budapesten nem áll rendelkezésre - már nem végeztük el.

Jelenlegi beállitás mellett tehát az elhajlitóval a 300-1000 keV tartományban ± 0,5 % pontossággal lehet elektronok impulzusát meghatározni.

Végül köszönetet mondok Simonyi Károly professzor urnak, amiért munkámat állandóan figyelemmel kisérte, Bozóky László tanár urnak Cs¹³⁷ preparátumért, Imre Lajos professzor urnak, aki többször is legnagyobb szivességgel segitett hozzá a Th B preparátumhoz, Demeter István kutató kartársamnak, akivel a mérést közösen végeztük, Keömley Gábornak a forráspreparálásban, Hizó Józsefnak a térmérő tekercs hitelesitésében és Szentpétery Imrének néhány más kérdésben nyujtott segitségéért. - 138 -

Irodalom.

[1] Demeter-Kostka-Nagy, KFKI Közl. 2. 534, 1954.

[2] Pomázi. KFKI Közl. 2, 112, 1954.

[3] Hedgran-Siegbahn-Svartholm, Proc. Phys. Soc. 63, 960, 1950.

[4] Siegbahn, Physica, 18, 1043, 1952.

[5] Ewald-Hintenberger, Methoden und Anwendungen der Massenspektroskopie. Verlag Chemie GMGH, Weinheim 1953.

[6] Graves-Langer-Moffat, Phys. Rev. 88, 1344, 1952.

Érkezett 1955. márc. 7.

AZ ATOMFIZIKAI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: SIMONYI KÁROLY

Deutérium tartalom meghatározása

Irta: Czike Kálmán és Fodorné Csányi Piroska

A deutérium meghatározására több módszer ismeretes. Ezek a módszerek a hidrogén és deutérium fizikai sajátságainak különbözőségén alapulnak.

Az első kvantitativ meghatározást Urey, Brickwedde és Murphy [l] végezte hidrogén gázban, a Balmer spektrum β és γ vonalai intenzitásának összehasonlitásával.

A spektroszkópiai módszer akkor használható előnyösen, ha a gőz izotóp összetételét akarják meghatározni folyadék felett.

Farkas A. és Farkas L. [2] mikro hővezetőképességi módszert dolgozott ki hidrogén gáz deutérium tartalmának meghatározására.

A módszer a H₂, HD és D₂ gázmolekulák fajlagos hővezetőképességének különbözőségén alapszik. A készüléket ismert deutérium tartalmu hidrogén gáz mintákkal kalibrálják. Egy analizishez 2-3 mm³ 1 atm. nyomásu 25 C⁰-u gáz szükséges. A mérés alsó határa 1 mól % deutérium, pontossága <u>+</u> 0,1 mól %.

A deutérium meghatározása leggyakrabban deutériumoxid alakban történik. Ezek közül a módszerek közül legfontosabbak a sürüségkülönbségen alapuló módszerek. Igen pontos sürüségmérésre alkalmas a piknométeres, a csepp-ejtési és a hőmérséklet-uszós módszer.

A viz és a deutériumoxid között a sürüségkülönbség 10 %. 25 C⁰-on a deutériumoxid mentes viz /protiumoxid/ sürüsége, 0,997058 g/ml, a deutériumoxidé 1,10451 g/ml. [3].

A sürüséget a következő egyenlet segitségével lehet átszámitani deutériumoxid tartalomra: [4] .

25 C° -on $D_2 \circ s$. $\% = \frac{1027.91. \ \triangle d}{\triangle d + 0.997058}$

- 140 -D mól % = $\frac{927.35. \triangle d}{1-0.0329 \triangle d}$

∆d a minta és a protiumoxid sürüségének különbsége. Piknométeres módszer.

A deutériumoxid sürüségének piknométeres meghatározására /l. ábra/ olyan piknométer szükséges, melynek két kapilláris nyaka van, jelzésekkel ellátva. A kapilláris nyakat higannyal kalibrálják. [5].



1. abra.

A piknométert szifon segitségével buborékmentesen megtöltik a mérendő vizzel. Az állandó hőmérséklet felvétele után még a termosztátban a folyadék magasságát katetométer segitségével leolvassák. Ezután megmérik a piknométer sulyát analitikai mérlegen a mintával. üresen és desztillált vizzel töltve. /A desztillált vizzel való töltésnél az eljárás teljesen azonos a mintával való töltésnél alkalmazottal./ Az ilyen módon végzett piknométeres módszer az ötödik tizedesben bizonytalan.

A mérés pontosabbá tételére Washburn és Smith [6] két db. kapilláris nyaku piknométert használt. Ezt a módszert differenciálpiknométeres módszernek ne-

vezik. A két piknométer egyforma alaku, formáju és sulyu. Az egyik piknométert desztillált vizzel /standard viz/, a másikat pedig a mintával töltik meg. Termosztátba helyezés után katetométerrel leolvassák a folyadékmagasságokat, megmérik a sulykülönbséget és a piknométereket ujra töltik a folyadékokat megeserélve. Ismét meghatározzák a kapillárisban a folyadékmagasságokat és a sulykülönbséget.

Ha D₁ az 1. piknométer sulya, P2 a 2. piknométer sulya. v1 az 1. piknométer térfogata az első jelig, vo a 2. piknométer térfogata az első jelig, d a minta sürüsége. d, a standard viz súrüsége. h; és h;' a viz magassága az első jel fölött az l. piknométer kapillárisában az első és a második töltésnél, h' és h'' a viz magassága az első jel fölött a 2. piknométer kapillárisában az első és a második töltésnél, ∆v; és∆v;' a viz térfogata az első jel fölött az l. piknométer kapillárisában az első és a második töltésnél, Av; és Av; a viz térfogata az első jel fölött a 2. piknométer kapillárisában az első és a második töltésnél, m, a tömegkülönbség az első töltésnél, mo a tömegkülönbség a második töltésnél, akkor:

 $P_2 + \mathbf{v}_2 \mathbf{d}_0 + \Delta \mathbf{v}_2^* \mathbf{d}_0 = P_1 + \mathbf{v}_1 \mathbf{d} + \Delta \mathbf{v}_1^* \mathbf{d} + \mathbf{m}_1$ $P_2 + \mathbf{v}_2 \mathbf{d} + \Delta \mathbf{v}_2^* \mathbf{d} = P_1 + \mathbf{v}_1 \mathbf{d}_0 + \Delta \mathbf{v}_1^* \mathbf{d}_0 + \mathbf{m}_2$

Összevonva és rendezve az egyenletet:

 $(v_1 + v_2) \cdot (d - d_0) = (m_2 - m_1) + (\Delta v_1^* d_0 - \Delta v_1^* d) - (\Delta v_2^* d - \Delta v_2^* d_0)$

Ha a módszert csak kis sürüségkülönbségek mérésére alkalmazzuk, az egyenlet a következőképpen alakul: (d-d₀ < 0,001).

$$\mathbf{d} - \mathbf{d}_{0} = \frac{(\mathbf{m}_{2} - \mathbf{m}_{1}) + \mathbf{d}_{0} \left[(\Delta \mathbf{v}_{1}^{*} - \Delta \mathbf{v}_{1}^{*}) - (\Delta \mathbf{v}_{2}^{*} - \Delta \mathbf{v}_{2}^{*}) \right]}{\mathbf{v}_{1} + \mathbf{v}_{2}}$$

Ha a differenciál-piknométeres módszerrel 1.10⁻⁶ pontosságot akarunk elérni, a következő feltételeket kell biztositani: 1./ A termosztát a hőmérsékletet <u>+</u> 0,01 C⁰-ra tartsa állandónak, 2./ A kapillárisban a folyadékmagasságot <u>+</u> 0,001 cm pontosan kell leolvasni,

3./ A sulymérés pontossága 0,03 mg legyen. A méréshez tehát 5 tizedesre kalibrált analitikai sulysorozat szükséges.

A mérés igen gondos munkát igényel és hosszadalmas. A kapilláris nyak előnye, hogy nem meghatározott jelig kell megtölteni a piknométert, ami anyagveszteséggel jár és nem elég pontos.

A differenciál-piknométeres módszer előnye, hogy a piknométer sulyának ismerete nem szükséges, a mérésnél a nedvesség, a barometrikus és hidrosztatikus nyomás hatása kiküszöbölődik, a felhajtó erő hatása kicsi és a termosztát hőmérsékletét nem kell ismerni, csak az a fontos, hogy a hőmérséklet állandó legyen.

Piknométeres méréseinket csak nagyobb koncentrációju deutériumoxid tartalom meghatározására alkalmaztuk, és csak a kalibráló skála elkészitésére. Az 1. ábrához hasonló 4,250 ml térfogatu piknométert használtunk. Mivel csak egyszeri mérésnél használtuk, nem volt lényeges az anyagveszteség elkerülése, és mivel igen nagy pontosságot sem akartunk elérni, nem a differenciálpiknométeres módszert alkalmaztuk. A piknométer kapillárisában a folyadékot meghatározott jelre állitottuk be. A tömeget 0,2 mg pontossággal mértük. A mérési hiba igy 4.10⁻⁵ sürüség egység, volt.

A piknométeres módszer tetszésszerinti deutériumoxid koncentráció meghatározására alkalmazható. Csepp-ejtési módszer.

A módszer alapelve az, hogy ismert nagyságu csepp meghatározott magasságu folyadékon, vagy folyadékelegyen át esik. [7]. Az ejtő közegnek alacsony viszkozitásunak kell lennie és nem szabad elegyednie a cseppel. Az eső cseppre alkalmazva Stokes törvényét:

$$\mathbf{v} = \frac{2\mathbf{gr}^2(\mathbf{d}_1 - \mathbf{d}_0)}{9\,7}$$

V a csepp esési sebessége, r a csepp sugara, g a nehézségi gyorsulás, d₁ a csepp sürüsége, d₀ az ejtő közeg sürüsége, 7 a viszkozitás. 5612209
A cseppet pipettából /2. ábra/ ejtik a csőbe, mely olyan hosszu, hogy a csepp egyenletesene sik. Az esési sebesség, ha minden egyéb tényező konstans, a csepp sugarától és sürüségétől függ.

Stokes törvényében a sebesség helyett ut/idő (x/t_1) irható. A két sürüség különbségre:

 $d_1 - d_0 = \frac{9 \nabla \gamma}{2 g r^2} = \frac{9 \times \gamma}{2 g r^2 t_1}$

Másképpen irva:

$$d_1 - d_0 = \frac{C}{t_1}$$

ahol

$$C = \frac{9 \times \eta}{2gr^2}$$

A másik vizmintára:

$$d_2 - d_0 = \frac{c}{t_2}$$

vagyis a két vizminta sürüség-különbségére:

$$d_1 - d_2 = C \cdot \left(\frac{1}{t_1} - \frac{1}{t_2}\right)$$

t a meghatározott két jel közötti esési idő.

Sajnos C nem teljesen független a vizminta deutérium tartalmától. Ez abból látható, hogy ha $d_1 - d_2 - t \frac{1}{t_1} - \frac{1}{t_2}$ függvényében ábrázoljuk, nem kapunk egyenest.

A sürüség-különbségeket átszámitva deutérium tartalomra, a következő összefüggést kapjuk:

$$D_2 0 \approx \%_1 - D_2 0 \approx \%_2 = K(\frac{1}{t_1} - \frac{1}{t_2})$$

Ha a standard viz deutérium tartalma A, a képlet a következőképpen alakul:

$$D_2 O \approx \%_{minta} = A + K \left(\frac{1}{t_1} - \frac{1}{t_2} \right)$$

5612209

- 143 -

M

2.ábra.

Deutériumoxid sürüségének meghatározására bróm-benzol és xilol elegyét, vagy o-fuortoluolt használnak. Brómbenzol és xilol esetén, mivel a két komponens gőznyomása különbözik, az elegy fajsulya változhat. Az o-fluortoluol szíles határon belül használható, mert a viz és az o-fluortoluol hőkiterjedése különböző.

A módszer pontossága 1-2.10⁻⁶ sürüség egység. Előnye kis anyagszükséglete, gyors, kényelmes, és nagyon pontos. Hátránya, hogy ismert deutériumoxid tartalmu vizzel kell kalibrálni és a kalibrációt időnként meg kell ismételni az ejtő közeg elszenynyeződése miatt. Mivel a mérés pontossága az esési idők hosszuságától is függ, nagyobb deutériumoxid koncentrációk esetén a közeget cserélni kell. Hátránya még, hogy bár kis mennyiségű viz kell a méréshez, de az anyag elvész.

Kisérleteinkben o-fluortoluolt használtunk ejtő közegként. Azt tapasztaltuk, hogy bármennyire tisztitottuk is az o-fluortoluolt, fajsulya mindig nagyobb volt, mint a desztillált vizé. Ezért csak kb. 1% fölötti deutériumoxid koncentráció meghatározására tudtuk használni. Mivel C tényező nem független a koncentrációtól, kalibráló sorozatot kellett volna készitenünk. Minthogy nem rendelkeztünk ismert töménységü koncentrált nehézvizzel, melyből higitással kalibráló sorozatot készithettünk volna, más analizálási módszerhez kellett folyamodnunk a tömény deutériumoxid koncentráció meghatározására.

Hőmérséklet-uszós módszer.

A hőmérséklet-uszós módszer azon az elven alapszik [8], hogy üvegből, vagy kvarcból készült uszó /3. ábra/ sürüségét a hőmérséklet változtatásával egyenlővé tesszük a standard viz majd az ismeretlen deutériumoxid tartalmu viz sürüségével. Ennél a módszernél tehát azt a hőmérsékletet kell megállapitani, melynél az uszó a standard vizben és a mintában lebeg, azaz se nem emelkedik, se nem süllyed. E két hőmérséklethez tartozó sürüség értékeket hasonlitjuk össze.

Uszó.

Az uszó anyaga igen fontos. Legjobb a kvarc uszó, mert kicsi a hőkiterjedési együtthatója, teljesen oldhatatlan és mechanikailag igen ellenálló. Az uszó alakja is befolyásolja a mérés 5612209 pontosságát. Az általunk használt uszó lányegesen kisebb volt, mint az irodalomban ismertetett uszók, hogy igen kis anyagmennyi-

ségeket is analizálni tudjunk vele. /Az irodalomban leirt uszók 75 mm-től 50 mm hoszszuak voltak,4 mm átmérővel./ Az uszó üvegből készült, és sürüsége nagyobb volt, mint a desztillált viz /standard viz/ sürüsége azon a hőfokon, amelyen mérni akartunk. A pontos sürüség beállitása csiszolópapir segitségével történt.

A méréseket 22,4 C⁰-on végeztük. A mérőedény kettős falu üvegcső volt, melyben a Höppler-féle ultratermosztát vize áramlott. A hőmérséklet leolvasása Beckmann hőmérő segitségével történt. A méréshez kb. 10 ml minta szükséges. 0.005 C⁰ pontosságu hőmérséklet leolvasás



0,005 C^o pontosságu hőmérséklet leolvasás esetén a mérés pontossága 1.10⁻⁶ sürüség egység.

Nagyobb pontosságu méréseket is végeztünk az uszós módszer segitségével. Ha azt a hőmérsékletet, melyen az uszó lebeg, grafikusan állapitjuk meg, a mérés pontossága ± 0,4.10⁻⁶ sürüség egység. Ilyenkor beosztott mérőedény segitségével mérjük az egyenlő jelek közötti esési időket stopperóra segitségével. Az esési idők függvényében ábrázolva a hőmérsékletet, 0 sebességre extrapolálva a lebegési hőmérséklet meghatározható. [9]. Ez a módszer igen pontos, mert a lebegési hőmérséklet közelében az esési sebesség lineárisan változik a hőmérséklettel. A lebegési hőmérséklet megállapitása azonban igen fáradságos, ezért csak akkor érdemes használni, ha az egyéb kisérleti hibák nem haladják meg a sürüségmérés pontosságát./4. ábra/.

Az uszós módszer 8-10 % deutériumoxid tartalomig jól használható. Ez kb. 50 ⁶⁰ hőmérsékletemelkedésnek megfelelő sürüségnövekedés. Ennél nagyobb hőmérsékletemelkedést mérni az elgőzőlgés miatt nem lehet és a magas hőmérsékleten az uszóra tapadó légbuborékok a mérést majdnem lehetetlenné teszik. Alacsony hőmérsékleten is fennáll az a veszély, hogy buborékok tapadnak az uszóra és a sürüségmérést meghamisitják. Ezért a buborékokat mérés előtt gondosan el kell távolitani az uszóról.

5612209



A márés nagvobb koncentrációkra való kiteriesztésének lehetősége az, hogy nehezebb uszót készitünk. vagyis nem a desztillált vizet használjuk standardnak. hanem valamilyen nagyobb deutériumoxid tartalmu mintát. Minden uszóval x %-tól /x+10/ % deutériumoxid tartalomig lehet mérni. Igy kb. 8 uszóra van szükségünk 100 %-os deutériumoxid tartalomig. Ezeket

az uszókat egymáshoz kell beállitani és állandóan ellenőrizni kell, hogy az uszó nem változtatta-e meg a sürüségét, azaz az uszási hőmérsékletét. 2-3%-os deutériumoxid esetén még érdemes Beckmann hőmérővel mérni a hőmérsékletet, e koncentráción felül azonban már elég, ha tizedfokokra osztott preciziós hőmérőt használunk. A Beckmann hőmérőket is egymáshoz be kell állitani.

Ez az eljárás igen nehézkes és hosszadalmas, mert a tapasztalat szerint az uszó nemcsak a gondatlan kezelés miatt /pl. lecsiszolódás/ változtatja a sürüségét, hanem hosszabb idő alatt minden külső behatás nélkül is. /Az üveg öregedése./ Az uszós sürüségmérés pontossága.

0-0,1 s % deutériumoxid tartalomnál megegyezik a hőmérsékletmérés pontosságával.

Nagyobb koncentrációk mérése esetén a módszer abszolut pontossága kisebb, mert a hőmérsékletmérés pontossága mellett szerepet játszik a viz és a deutériumoxid hőtágulási együtthatójának különbözősége és az uszó hőtágulása is. Fennáll még ezenkivül

- 146 -

a felhigulás veszélye az atmoszférával való érintkezés során.

0-0,1 s % deutériumoxid tartalom mellett a mérés pontossága \pm 0,4.10⁻⁶ sürüségegység.

0,1-2 s % deutériumoxid tartalomnál kb. 4,5.10⁻⁶ sürüségegység, 2 s % fölött kb. 3.10⁻⁵ sürüségegység.

A protiumoxid és a deutériumoxid sürüségének különbözőségén kivül a másik fizikai tulajdonság, amit mérésre fel lehet használni, a fagyáspontok közötti különbség. Fagyáspont-különbség mérése.

Az eddig ismertetett mérési módszerek mindegyikét a piknométeres módszer kivételével kalibrálni kell és a kalibrálást időnként meg kell ismételni. A legtöbb módszernél emellett a nagy deutériumoxid koncentrációk mérése nagy nehézséggel jár, vagy más módon történik.

Az irodalomban Urey [10] vizsgálta a deutériumoxid- protiumoxid elegy fagyáspontjának koncentrációtól való függését. Néhány mérési adatot közöl 1 és 39,9 % között, igen nagy mérési közökkel./összesen négy mérési adatot közöl/. Ez a vizsgálat adta azt az ötletet, hogy amennyiben a folyadékelegy fagyáspontja lineárisan változik az elegy deutériumoxid tartalmával, a fagyáspont mérését fel lehet használni a deutériumoxid analizálására. [11].

A fagyáspont mérésénél lényeges követelmény az, hogy a hibahatáron belül az elegy összetételével lineárisan változzék a fagyáspont, mert különben igen sűrű kalibrációs görbét kell felvenni. Ez a feltétel akkor teljesülhet, ha a H₂O-D₂O elegy az általunk kivánt hibahatáron belül ideális elegyként viselkedik.

Méréseink azt mutatták, hogy a H_2O-D_2O elegy fagyáspontja lineárisan változik az összetétellel /5. ábra/. Az eredmények függetlenek a tulhütés fokától. A mérés abszolut pontossága ±0,13 % D_2O , mely kis koncentrációknál nagy relativ hibának felel meg. Ezért a módszert csak nagyobb deutériumoxid koncentrációknál lehet alkalmazni. Igy pl. 10 s % D_2O tartalomnál a relativ hiba már csak 1,3 %.

A módszer gyors, kényelmes, és tetszés szerinti számban megismételhető az elegy felolvasztásával és megfagyasztásával. A hőmérséklet leolvasása Beckmann hőmérőn történt <u>+</u> 0,005 C⁰ pontossággal. A mérési eredmények kiszámítása ugy történik, hogy irodal-



5. ábra.

mi adatok alapján a 99,99 %-os deutériumoxid fagyáspontját 3,80 C⁰-nak vettük. /Irodalmi középérték [12] /. Aránypár segitségével a protiumoxid és a minta közötti fagyáspont különbségből a deutériumoxid tartalom kiszámitható.

A mérési módszerek pontosságának összehasonlitása.

Módszer	Elért pontosság	Irodalmi pontosság
Hőmérséklet- uszós módszer	0,4.10-5	0,1.10-6
Csepp-ejtési módszer	aga gan 600 600 cos	1.10-6
Piknométeres módszer	4.10 ⁻⁵	2.10 ⁻⁵
Differenciál- piknométeres módszer	000 taip das 600	1.10 ⁻⁶
Fagyáspont mérése	13.10 ⁻⁵	

5612209

Tomegspektrométeres módszer.

A deutérium meghatározás egy további gyakran használt módszere a tömegspektrométeres analizis. [13] E meghatározás alapelve: a hidrogén mintából ionokat képeznek és ezeket mágneses térben elhajlitják. A kisebb tömegü ion kisebb sugaru körpályán mozog, igy a hidrogén és a deutérium egymástól elválasztva külön-külön mérhető. A módszer a teljes deutériumoxid koncentráció tartományra használható. Pontossága 2-3 relativ %. Külön problémát jelent a vizzel egyenlő izotópikus összetételü hidrogén-deutérium gázelegy előállitása.

Intézetünkben Szentpétery Imre végzett ilyen irányu méréseket Nier-féle tömegspektrométerrel. A minta vizgőznek cinken való redukciójával készült.

A minták tisztitása.

A sürüségméréssel és a fagyáspont méréssel analizált mintáknak igen tisztáknak kell lenniök, mert a mintában maradó szennyezés a sürüség értékét erősen befolyásolja, vagy a fagyáspont mérés esetén fagyáspontcsökkenést okoz.

A tisztitás során a legfontosabb az, hogy az izotóp arány ne változzék meg. Ennek érdekében az edényeket gondosan ki kell száritani, ezzel elkerüljük a felhigulás veszélyét. A desztillációkat ugy végeztük, hogy maradék ne maradjon /szárazra desztillálás/.

A legtöbb tisztitási eljárás igen hosszadalmas. Desztillációval csak a nem illó szennyeződésektől lehet megszabaditani a folyadékot. Az oldott gázok, salétromsav, sósav, széndioxid, ammónia eltávozik a gőzzel együtt.

A mintákat tisztitás szempontjából két csoportba oszthatjuk: a./ a minta nem tartalmaz több szerves anyagot, mint a csapviz. b./ jelentős szervesanyag tartalmu a minta. /ásványvizek, növényi nedvek/.

Az a./ csoportba tartozó folyadékok esetén a mintát először ledesztilláltuk. Ekkor megszabadult a szervetlen sóktól és a nem illó szerves szennyeződésektől. Ha 100 C^o alatt bomló szerves anyagot is tartalmazott, a desztillációt vákuumban végeztük.Ezután káliumpermanganát és nátriumperoxid hozzáadása után ujból desztilláltuk. A nátriumperoxid a savakat sóvá alakitotta, a káliumpermanganát pedig oxidálta a szerves szennyezéseket. Végül ismét ledesztilláltuk a mintát, hogy a fölösleges nátriumperoxidtól és káliumpermanganáttól megszabaditsuk.

A b./ csoportba tartozó vizmintáknál ez a tisztitás nem elég. Ebben az esetben a következő tisztitási eljárást kell elvégezni: [9]

1./ szürés a lebegő szennyezések eltávolitására,

- 2./ a minta desztillálása az oldott szilárd anyagok eltávolitása céljából.
- 3./ forralás visszafolyó hűtővel káliumpermanganát és nátriumperoxid hozzáadása után. kb. 2-3 órán át.
- 4./ desztillálás.

5./ ujabb forralás 3. pont szerint,

6./ gőzalakban levegőárammal 600 C⁰-on rézoxiddal való oxidálás, 7./ desztillálás.

Ha szárazra desztillálni nem lehet, akkor mindig egyforma mennyiségből kiindulva mindig ugyanannyi térfogatu desztillátumot fogunk fel.

Minden mintát ugyanolyan tisztitási eljárásnak vetünk alá, hogy az izotóparány ne váltoszék. Standardként desztillált vizet használtunk, melyet ugyanolyan tisztitási eljárásnak vetettünk alá, mint a vele összehasonlitott mintákat.

Mérés után a mintákat ujra desztilláltuk, és mértük. Ha a hibahatáron belül egyező eredményt kaptunk, a mérést helyesnek ismertük el.

Az izotóparány eltolódása nemcsak a hidrogén izótóp esetében veszélyes, hanem az oxigén izotópnál is. [14] Ugyanis mig a H/D arány közönséges vizben 1:5-7000-hez, az $0^{16}/0^{18}$ arány 1:580hoz, tehát az oxigén izotóparány megváltozása lényegesen nagyobb hibát okoz a sürüségben, mint a hidrogén izotópé. Ezért minden mintát széndioxiddal normalizáltunk:

 $CO_2^{16} + H_2O^{18} = CO_2^{18} + H_2O^{16}$ Ezzel az eljárással a minta O^{18} tartalmának változását el lehet kerülni.

Az uszó tisztitása.

A hőmérséklet-uszós módszernél az uszót is nagyon gondosan meg kell tisztitani. Először salétromsavban áztattuk, majd krómkénsavval zsirtalanitottuk. Többszörid esztillált vizes mosás 5612209

+ 150 -

után, az uszó mérésre használható. Uj uszót célszerű mérés előt t néhány napig állni hagyni a sürüségében bekövetkező változás miatt. Mérések között az uszót mindig desztillált vizben tartottuk.

E helyen is köszönetet mondunk a Központi Fizikai Kutató Intézet Atomfizika Osztálya vezetőjének, Simonyi Károly egyetemi tanárnak, aki munkánkat mindvégig figyelemmel kisérte és Trencséni Dezsőné technikai munkatársunknak.

Összefoglalás.

Ismertettük a deutérium meghatározására alkalmas módszereket, különös tekintettel azokra a módszerekre, melyeket mi is használtunk deutérium meghatározásra.

- a./ Spektroszkópiai módszer, mely a hidrogén gáz Balmer spektrumában a β és j vonalak intenzitásának összehasonlításán alapszik.
- b./ Farkas A. és Farkas L. hővezetőképe sségi módszere ± 0,1 mól
 % pontosságu és 1 mól % deutérium koncentráció felett használható.
- c./ Piknométeres módszerrel 4.10⁻⁵ pontosságot értünk el, ha kapilláris nyaku piknométert használtunk.
- d./ A csepp-ejtési módszernél o-fluortoluolt használtunk ejtő közegként. Csak l %-nál nagyobb deutériumoxid koncentrációnál lehet alkalmazni.
- e./ Hőmérsékletuszós módszer esetén az általunk elért legnagyobb pontosság 0,4.10⁻⁶ sürüség egység. Ehhez a pontosséghoz a lebegési hőmérséklet grafikus megállapítása szükséges. E nélkül 1.10⁻⁶ sürüség egység pontosság könnyen elérhető kis deutériumoxid koncentrációknál.
- r./ Tömegspektrométeres módszerrel Intézetünkben Szentpétery Imre végzett méréseket Nier-féle tömegspektrométerrel.
- g./ A H₂O-D₂O elegy fagyáspontjának mérésével 0,13 D₂O % pontosságot értünk el.

A minták tisztitására desztillációt, káliumpermanganátos, nátriumperoxidos és rézoxidos oxidációt alkalmaztunk. Irodalom.

[1]	H.C. Urey, F.G. Brickwedde, és G.M. Murphy, Phys. Rev.,
	40: 1 /1932/.
2	A. Farkas és L. Farkas, Proc. Roy. Soc. London,
	A144:467 /1934/; A146:167 /1934/.
[3]	I. Kirshenbaum: Physical Properties and Analysis of
	Heavy Water. 1951, 15 oldal.
[4]	I. Kirshenbaum: 16 és 17 oldal.
[5]	I. Kirshenbaum: 7. oldal.
[6]	E.W. Washburn és E.R. Smith, J. Research Natl. Bur
	Standards, 12: 305 /1934/.
[7]	H.G. Barbour és W.F. Hamilton, Am. J. Physiol., 69:654
	/1924/
[8]	G.N. Lewis és R.T. McDonald, J. Phys Chem., 1:341 /1933/.
[9]	H.J. Emeléus, F.W. James, A. King, T.G. Pearson,
	R.H. Purcell és H.V.A. Briscoe, J. Chem. Soc., 1207 /1934/
[10]	V.K. LaMer, W.C. Eichelberger és H.C. Urey, J. Am.
	Chen. Soc., 56: 248 /1934/.
[11]	Czike Kálmán és Fodorné Csányi Piroska: K.F.K.I. Közlemé-
	nyek, 3. évf. 6. szám. /1955./
[12]	I. Kirshenbaum: 19. oldal.
[13]	I. Kirshenbaum: 69-259. oldal.
14	I. Kirshenbaum: 415 oldal.

Érkezett 1956. márc. 2.

A RADIOLÓGIAI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: BOZÓKY LÁSZLÓ

Fotografikus módszerrel történő sugárvédel mi eljárások

Irta: Hajnal Ferenc

I. rész.

Bevezetés. Fotokémia.

A testek a rájuk eső fényenergiát vagy elnyelik /abszorbeálják/, vagy átengedik, vagy visszaverik. Egy rendszer által elnyelt fény energiája a rendszer energiatartalmát növeli, ami fizikai vagy kémiai hatásokat eredményezhet. Igen általános hatás az, hogy az elnyelt fényenergia az anyag molekuláinak kinetikus energiáját növeli, a fényenergia hővé alakul. Az Einstein-féle ekvivalencia elv értelmében a fénykvantum E energiája és v rezgésszáma közt a következő összefüggés áll fenn:

$E = h \cdot v$

ahol <u>h</u> a Plank-féle hatáskvantum, értéke h = $6,6234.10^{-27}$ erg. sec. A foton energiája annál nagyobb, minél nagyobb a frekvenciája és viszont.

A fényelnyelés alatt a foton az anyag molekuláinak ütközve azokat gerjesztett állapotba hozza. Abban az esetben, ha a foton energiája elegendő a molekula részeit összetartó erők legyőzésére, akkor azt fel is hasitja. A fotokémiai reakciókban az átalakulás az elnyelt fényenergia hatására jön létre. A fény hatására lejátszódó fotokémiai reakciók endoterm reakciók, mert az elnyelt fény energiájának felhasználásával mennek végbe.

A molekulák és az atomok nem képesek akármilyen energiáju, azaz hullámhosszu fotont abszorbeálni, hanem csak olyat, melyet az atom, vagy molekula kvantum-állapota megenged: 5612209

$$E = h\gamma = \frac{hc}{\lambda} \frac{erg}{molekula}$$

- 154 -

Egy mol-ra: $\Delta E_N = Nh\nu = 6,603.10^{23}.6,63.10^{-27}\nu = 4,0.10^{-3}\nu \frac{erg}{mol} = \frac{2,86}{\lambda} \frac{kal}{mol}$

Ezt a mennyiséget fotokémiai ekvivalensnek szokták nevezni. Ennek alapján az infravörös fénv fotokémiai ekvivalense 35 K Kal/mol $|\lambda\rangle > 8000 \text{ A}/$ a sárga fény 51 12 = 5700 A/ az ultraibolya fény 71 88 $/\lambda < 4000 \text{ A}/$ a távoli ultraibolya fény 190 11 H $/\lambda < 1500 \text{ A}/$

Mivel kémiai reakció csak akkor következik be, két egymásra reagáló anyag molekulái közt, ha ezek kedvező sebességgel ütköznek egymásnak, ezért szükséges, hogy a reakcióban ténylegesen résztvevő /reagáló/ molekulák kinetikai és belső energiája egy küszöbértéknél nagyobb legyen. Ez a küszöbérték az aktivitási /gerjesztési/ energia. A közönséges reakciók aktiválási hője 15 K Kal/mol-nál kezdődik, amelynek $\lambda = 2.10^{-4}$ cm hullámhossz felel meg, tehát már közeli infravörös sugárzás is válthat ki kedvező körülmények között fotokémiai reakciót.

Az infravörös reakciók ritkák, ugyanis a szinkép ultravörös részében általában csak a poláris molekulák abszorbeálnak, vagyis az ulravörösben bekövetkező fényabszorpció a molekulák poláris részének változtatja meg az energiatartalmát. A fényképezési folyamatoknál használt fotokémiai reakciókban viszont általában nem a molekula poláris részének energiafelvétele szükséges a reakció kiváltásához, hanem az elektronok energiatartamának növekedése. Megfelelően szenzibilizált fotoemulzió a közeli ultravörösben is érzékeny.

Mivel elektronátmeneteznek a szinkép látható és ultraibolya részében levő sugárzások felelnek meg leginkább, ezért a legtöbb fotokémiai reakcióra a szinképnek ez a része hatásos. A fotokémiai reakciókhoz vezető fényelnyelésnek két fontce esete van:

1./ A primer folyamat disszociáció lesz, ha a fényelnyelés az abszorbciós szinkép folytonos részének megfelelő hullámhossznál történik, azaz ekkor a fényt abszorbeáló molekula atomokra, vagy szabad gyökökre sik szét:

$$AB + h\gamma = A + B$$

Ez a disszociáció tehát csak akkor következik be, ha az abszorbeált energia nagyobb a molekula disszociációs hőjénél.

2./ Abban az esetben, ha az abszorbeált fény hullámhossza az elnyelő molekula szinképének vonalas, illetve sávos tartományába esik, akkor nem disszociáció, hanem egy energiadus molekula keletkezik, amely reakció szempontjából aktiv.

$$AB + hv - AB^{\dagger}$$

Az aktivált molekula más molekulával ütközve annak átadhatja aktiválási energiáját és disszociációt okoz. Ez akkor következik be, ha az első molekulának az elektronállapota volt gerjesztve és az ütközés alkalmával a mások molekulának atomrezgései gerjesztődnek.

A primer folyamatban keletkező aktiv részecskék sorsa többféle lehet és ettől függ, hogy végülis minden primer folyamatra hány végtermék molekula jut.

A ý = végtermék molekulák száma primer átalakulások száma kvantumhasznositási tényezőjének nevezzük.

A primer folyamatot másodlagos folyamatok is követik, melyeknek a fotokémiához semmi közük, ezek teljesen sötétben, más módon keletkező aktiv magok hatására is bekövetkezhetnek /termikus reakciók/. Mig a termikus reakció aktivitásának sebessége exponenciálisan függ a hőmérséklettől, addig a fotokémiai primer folyamatok száma hőmérséklettől független és a besugárzott fény intenzitásától illetőleg az abszorbeált fény mennyiségétől függ; ez a lényeges különbség a két reakció között. Hogy a fotokémiai reakciók sebessége mégis hőmérsékletfüggőek, ennek az oka a másodlagos reakció aktiválási szükségletéből ered.

Fotokémiai szenzibilizáció.

Vannak kémiai folyamatok, amelyekben a kémiailag átalakuló molekulafaj nem közvetlenül fényelnyeléssel aktiválódik, hanem a fényt egy indifferens molekulafaj /szenzibilizátor/ nyeli el, s ezt az energiát ütközés utján kapja az átalakuló molekula. A szenzibilizátor mintegy a fotokémiai folyamat katalizátoraként müködik, egyes reakcióknál a szenzibilizáló mellett valódi katalikus hatás is felléphet.

Röntgen filmek.

A röntgen és a gamma sugarak energiája a fény energiájánál lényegesen nagyobb, ezért az emulzióba könnyen behatolnak és az emulzió teljes vastagságában képesek az ezüsthalogenid szemcséket aktiválni, ezzel szemben a fény csak az emulzió tetején lévő ezüsthalogenid szemcsékre van hatással. Éppen ezért a röntgen filmek nagyszemcséjü, vastag emulzióju filmek, nagy ezüsttartalommal. A röntgenfilmeknél ezért a hordozólemez mindkét oldalára visznek emulziót és ezáltal az egységnyi felületen lévő ezüsthalogenid szemcsék száma megkétszereződik. Az ezüsttartalom 12-13 g/m² is lehet. Az emulzió készitésnél a zselatin és az ezüst aránya l:2. A készitésnél a nagy szemcsék kialakitása érdekében aránylag nagy halogénső felesleggel kell az érlelést végrehajtani és igen jelentős az ezüstjodid szerepe ezeknél az emulzióknál.

A zselatinban szuszpendált kolloid ezüstbromid szemecskékben fényelnyelés hatására Br keletkezik és ez bromozza a zselatint, egyidejüleg pedig Ag szabadul fel:

			AgB	č -	+ n)	Ag	+	Br
pontosabban:			Br	+	ħγ	 Br	+	e
			Ag ⁺	+	e	 Ag		
	Br	+	zsela	at:	in	 bro	oma	zselatin.

Az egyazon szemcsében felszabadult Ag atomok diffuzió utján egymással ezüstkristálygóccá egyesülnek, amelyek azonban kicsiségüknél fogva láthatatlanok. Ha a megvilágitott bromezüst zselatint redukáló anyagok hatásának tesszük ki /előhivás/, akkor a redukció azokon a szemcséken indul meg, amelyek a megvilágitás folytán már tartalmaznak ezüstkristálygócokat és a redukció annál nagyobb sebességgel megy végbe, minél több kristálygóc van a szemcsében.

A redukciót kellő pillanatban abbahagyva megkapjuk a negativ képet, amelyen a megvilágitott helyeken sok fémezüst válik ki, a kevésbbé megvilágitott helyeken pedig kevés, mivel ez utóbbiakon a kevés kristálygóc miatt lassabban indul meg a redukció.

A megvilágitás során változatlanul maradt szemcsékből az előhivó az ezűstöt nem tudja redukálni, ennek folytán a fény nem érte szemcsék fehérek maradnak.

Az előhivott emulzió további érzékenységét azáltal szüntetjük meg, hogy az el nem bomlott ezüsthalogenidet eltávolitjuk, ami ugy történik, hogy az emulziót nátriumtioszulfát vizes oldatában fürdetjük, ami a változatlanul maradt ezüsthalogenidet kioldja:

 $2Na_2S_2O_3 + AgHa = Na_3 [Ag(S_2O_3)_2] + NaHa$

Az ezüsthalogenid film kék és ibolya fénnyel szemben érzékenyebb, mint vörössel szemben.

Mivel a fotokémiailag elbomlott anyag mennyisége arányos az elnyelt energiával, ezért a fotoemulziók fényforrások, illetoleg sugárforrások intenzitásának összehasonlitására alkalmasak.

Potometrikus uton történő dózismérés.

A radioaktiv anyagokkal dolgozók kellő elővigyázat nélkül igen nagy dózisokat kaphatnak. Megfelelő mérésekkel kell tájékozódniok a lehetséges dózisértékekről, szükség esetén megfelelő rövid időre kell korlátozniok tevékenységüket, vagy szükséges védelemről kell gondoskodniok. Komolyabb esetekben nem elég egy müszer adatára támaszkodni, hanem a kapott dózist több módon mérjük.

Laboratóriumunkban a fotoemulziókat ionizáló /illetőleg szekunder folyamatok utján ionizáló/ sugárzások intenzitásának öszszehasonlitására és a laboratoriumban dolgozó személyeket ért sugárzás mennyiségének meghatározására, dózismérésre használjuk fel.

Kelandhi i wana vilia

A filmdozimetria kiegészíti az ionizációskamrás dózismérést. A rotografikus dózismérés főleg az egyéni dózismérésnél sok esetben előnyösebb, mint a másik módszerrel történő mérés. A filmdózismérők előnye az egyéb sugárzásmérőkkel szemben az, hogy olcsó, érzékeny. Hátránya, nem oly pontos és érzékenysége függ a sugárzás hullámhosszától. Erősitőernyő használata esetén igen kis sugáradag is mérhető kb. 0,03 r-ig. Egyéni dózismérés céljaiból kis filmbélyegeket készitettünk, melyeket a ruhán, vagy a kézfejen gumikesztyü alatt, vagy az ujjak végén helyezzük el. A filmek feketedését fotométerrel kimérve a dózisra következtethetünk. A fotoemulzió alkalmas arra, hogy rádióaktiv anyagokkal való munkálatok előtt kimérjük, hogy az árnyékoló falon nincsenek-e rések.

A filmek kiértékelése.

A dózisméréshez használt filmeket először ismert erősségü sugárforrással bekalibráljuk, utána az ismeretlen dózisértéket közvetlenül a film feketedéséből tudhatjuk meg, ha a filmek kalibrációs görbéjét röntgen-feketedés függvényében vesszük fel. Igen fontos a sugár hullámhosszának ismerete, mert a film érzékenysége a foton hullámhosszának függvényében változik. A filmek feketedését a fizikában használatos elnyelési törvényekkel fejezzük ki. Essék a film felületére λ hullámhosszu fény, amely secként 1 cm² felületre I_o energiát bocsát. Az össz I_o energia három komponensre bomlik:

 $I_o = I_R + I_A + I_D$

$$\frac{\mathbf{I}_{\mathbf{R}}}{\mathbf{I}_{\mathbf{O}}} + \frac{\mathbf{I}_{\mathbf{A}}}{\mathbf{I}_{\mathbf{O}}} + \frac{\mathbf{I}_{\mathbf{D}}}{\mathbf{I}_{\mathbf{O}}} = 1$$

ahol I_R a visszavert, I_A az elnyelt, I_D pedig az átbocsátott fényenergia. Az utóbbi képletben szereplő $I_D/I_o = T$ hányados értéke azt mondja meg, hogy a beesett fény hányadrésze jut át a rétegen. Ezt az értéket átlátszóságnak nevezik. Feketedés mérésénél ennek az értéknek a használata kényelmetlen, mert igen fekete helyeken igen kis tört számmal fejezi ki, az átengedett fény mennyiségét, e helyett az átlátszósági érték reciprokának 10-es alapu logaritmusát

$$D = \frac{10}{\log \frac{I_0}{I_D}}$$

használjuk, melyet a réteg fényelnyelő képességének, denzitásának szokás nevezni.

A fotográfiai emulziók feketedését a Schwarzschild-féle törvény irja le. A feketedés az /I.t^p/ szorzattól függ, ahol I a beeső fény intenzitása, t az expozició ideje, p értéke általában egyhez közeli érték; fény esetén általában 0,8-0,95-ig. Röntgen és gamma sugár esetében p=1, vagyis a Schwarzschild formula átmegy a Bunsen-Roscoe formulába.

Fény esetében a feketedés az intenzitásnak egy küszöbértéke alatt nulla, bármilyen hosszu is az exponálás ideje. Ennek megfelelően a feketedés görbe nem az origóban kezdődik, hanem az ábra szerinti a menete. /l. sz. ábra/.



1. ábra.

Röntgensugár esetében nincsen ilyen küszöbérték, feketedést okoznak már igen kis intenzitások is. Ennek megfelelően a feketedés görbe az origóban kezdődik: %/2. sz. ábra./

A feketedés függ a röntgen, vagy a gamma sugár hullámhoszszától. Ugyanazon sugárfajta esetén a feketedés az I.t szorzatnak, Vagyis a sugárzás mennyiségének a függvénye.



- 160 -

2. ábra.

Ennek alapján a fotonemulzió összehasonlitó dózismérésre használható fel.

A feketedés nagy mértékben függ a sugárzás hullámhosszától, vagyis a keménységétől. A film érzékenységi görbéjének maximuma kb. 20 kV keménységnél van az ezüst és bróm szelektiv abszorbciójának megfelelően.

Ha különböző szürőket alkalmazunk, melyek a hosszabb hullámhosszu sugarakat, és a beta sugarakat elnyelik, akkor a filmbélyeget ért sugárzás minőségére következtethetünk. A röntgen és gamma sugárzást kvantitative is jól mérhetjük filmjeinkkel, a többi ionizáló sugárzást pedig jelezni tudjuk.

Fotoemulzióval történő mérések.

Az ionizáló, vagy a közvetve ionizáló részecskék a fotografikus anyagokon feketedést képesek létrehozni. Mivel az emulzióban a röntgen és gammasugár hatására elbomlott anyag mennyisége arányos az elnyelt energiával, azért a fotoemulziókat sugárforrások intenzitásának összehasonlitására használjuk fel. A méréseket a rendelkezésünkre álló Agfa és Forte röntgenfilmekkel végeztük.

Laboratoriumunkban a fotográfiai filmeket személyei dózismérés céljaira használjuk fel. A személyi filmdóziméterek három tipusát dolgoztuk ki.

1./ 3x3 cm nagyságu filmlap fénymentesen fekete papirba csomagolva, mely vizmentes tasakba helyezhető. A vizmentes tasak

0,1-0,2 mm vastag fekete PVC lapból készült. Az ezen lévő fül segitségével a filmbélyeg a köpeny gombjára akasztható. vagy zsebben is elhelyezheto.

2./ 1.5x0.8 cm nagyságu filmlap fénymentesen fekete papirba csomagolva. Ezek a radioaktiv anyagokkal való munkák közben a kezet védő gumikesztyü alatt az ujjakon és a kézfejen helyezhetők el.

3./ 3x3 cm-es film a 5. és 6. sz. ábra szerint fekete papirban van elhelyezve. A csomagoláson 0.15 mm kadmium, ezen pedig 0,3 mm-es ólomlapocska van elhelyezve. Ezzel a doziméter tipussal a mért sugarak hullámhosszuságáról kaphatunk tájékoztatást. Az ólomárnyékolásokat antiszimmetrikusan helyeztük el, ez azt teszi lehetővé, hogy a kapott sugárzás irányáról tájékozódjunk.



5. ábra.





6. ábra.

A filmbélyegeket jelzésekkel kell ellátnunk, hogy tudjuk, ki viselte azokat. A filmet tartalmasó fénymentes csomagolásra kivül felirjuk az illető általunk kapott számát és a dátumot. Ezenkivül gömbölyű acélhegyű ceruzával a filmre is a csomagoláson keresztül 5612209



"ráirjuk" a számot. Ugyanis a ráiráskor keletkező mechanikus hatás a filmen az előhiváskor szépen meglátszik. Előhivás fixálás, mosás és száritás után minden filmbe belevéssük a számát, igy a kiértékelésnél az összecserélés lehetősége igen kicsiny. Kiértékelés után a filmeket boritékban elzárjuk, az adatokat a boritékon kivülről felirjuk és az esetleges kontrolálás bármikor elvégezhető.

A filmbélyegeket a kereskedelemben kapható orvosi röntgen filmekből vágjuk ki. A filmek kivágása, csomagolása és előhivása teljes sötétségben történik.

Az előhivás a következőképen történik: A besugárzott filmeket meghatározott sorrendben egy dobozba rakjuk és sorban ebből szedjük ki a még fekete csomagolásban lévő filmbélyegeket és az előhivó toronyba helyezzük. /7. sz. ábra/. Az előhivó torony



7. ábra.

plexiből készült, ennek vágataiba kerülnek sorba a filmek, egy vágatba csak egy db film, igy itt sem lehet szó felcserélésről. Az előhivótoronyban együttesen több filmet hivunk elő, ugyanis ha egyenként végeznénk a hivást, az egyik filmbélyeg több, a másik kevesebb ideig lenne a hivóban, igy a redukció utján kivált ezüst mennyisége különböző lenne, de együttes hivásnál ez a különbség minimálisra csökkenthető. Ebben a to-

ronyban maradnak a filmek fixáláskor, mosáskor és száritáskor is. Minden méréssorozatnál az exponált filmekkel együtt egy nulla filmet is hivunk elő, melyet ugyanabból a filmtáblából vágtunk ki és az előhivásig fény és sugármentes helyen tartottunk. A nullfilm denzitása adja a nulla milliröntgent.

Igen fontos az előhivási körülmények pontos betartása, mert igy érhető el az, hogy a különböző lapokból kivágott filmbélyegek feketedései között egyértelmű összefüggést kapunk. A filmek előhiváshoz több előhivó kipróbálása után az "Agfa 30-as" hivót hasz-5612209 náljuk, előhivási hőmérséklet minden esetben 18 C fok és az ideje 6 perc.

A filmek kiértékelése.

A filmek kiértékelését egy saját tervezésü szelén fényelemes fotométerrel végeztük. A fotométer elvi rajza a 8.sz. ábrán látható.



8. ábra.

A megvilágitást egy 30 W-s egyszálas izzó szolgáltatja, melynek áramellátása egy csak erre a célra szolgáló nagy amperórás akkumulátoregységről történik. Az izzó fényét az L, lencse teszi párhuzamossá, majd a T tükör 90 fokos eltérités után az L, lencsére vetiti. mely a párhuzamos fénynyalábot a mérendő film sikjában egy P pontban gyüjti össze. Tulságosan kis helyen mérni a feketedését nem tanácsos, mivel esetleg az emulzion levő kivülről rákerült szennyezés a mérést meghamisithatja. Méréseinknél 4 mm átmérőjü körfelületet világitunk meg egyszerre. A megvilágitó lámpa távol van a mérendő filmektől, igy a lámpa melegétől az emulzió nem lágyul fel. A mérendő filmet egy vizszintesen mozgatható szánkon helyezzük el, igy a film feketedése pontról-pontra mérhető. A lencserendszer lehetővé teszi azt, hogy még nagy feketedésü film esetén is elég nagy intenzitásu fény érje a szelén fényelemet. Mérés közben gondosan ügyelni kell arra, hogy a megvilágitó fényforrás intenzitása ne ingadozzék.

5612209

A szelén fényelem áramát egy tükrös galvanométerrel mérjük, melynek mérési tartománya 1.10⁻⁵ - 5.10⁻⁸ A-ig terjed. Ez a mérési tartomány egy, már a müszerben bennelevő ellenállássorozattal hidalható át. Kis és nagy feketedésű filmek mérése esetén nem kell mást tennünk, mint megváltoztatni a galvanométer tartományát. Összehasonlitottuk a galvanométer mérési tartományait és azt találtuk, hogy azok 2%-on belüli egyezést mutatnak.

Mivel a szelén fényelem árama azonos hullámhosszu fény esetén a megvilágitás intenzitásával arányos, azért a denzitás értéke a szelén fényelem által adott áramértékből számitható.

A filmbélyegek bekalibrálása.

A filmeket minden hét elején megjelölve kiosztjuk a dolgozóknak. A hét végén a filmeket összegyüjtjük, standard filmekkel együtt előhivjuk és a standardokkal fotométer segitségével összehasonlitjuk.

A standardok elkészítése /a feketedés dózisra való bekalibrálás/ Holthusen féle kockával szokott történni. Mi a filmek bekalibrálását dr. Bozóky László által tervezett tölgyfatoronnyal végeztük, ami az u.n. standard sorozat elkészítési idejét lényegesen leröviditi. A Holthusen kocka 5x5 cm nagyságu tölgyfakocka, ezalá szokták a filmet, fölé pedig a besugárzó preparátumot tenni. A mi mérőtornyunkban a középső függőleges lyukban helyezzük el a besugárzó preparátumot, a négy szélső vágatban pedig a bekalibrálandó filmet. A mérőtorony ugy van méretezve, hogy az 5x5 cm-es Holthusen kockához képest az expozicios idő a felére csökken és ennél 4 db film exponálható egyszerre, igy a standard sorozat elkészítési ideje elég rövid. /9. sz. ábra/.

A standardok a következőképpen készülnek: m mg Ra tartalmu készitménytől alkalmas d távolságban filmeket helyezünk el melyeket megfelelő t ideig besugározunk az egyes filmek által felvett gamma sugárdózis 0,5 mm Pt szürő esetén

$$D = 8.4 \text{ mt/d}^2 \text{ röntgen}.$$

A standard filmeket a dóziméter kalibrálásához használjuk.

- 165 -

A kereskedelemben kapható orvosi röntgen filmeket csak ugy használhatjuk fel dózimérés céljaira ha a felhasználandó lapoknak egyenként felvesszük a kalibrációs görbéjét. Ez a dozismérést kissé komplikálja, de feltétlenül szükséges, mert csak igy tudunk használható adatokhoz jutni.

A tölgyfa, illetőleg a később használt plexi mérőtornyok összehasonlitása 5 mC Ra preparátummal történik.



9. ábra.





A mérésekből az derült ki, hogy a plexi és a fatoronyban a filmek a kapott sugáradagok szerint a következőképpen vannak egymással kapcsolatban: A plexitoronyban mért dózisérték egyenlő a fatoronyban mért dózisérték 0,965-szörösével. Ez a mérés egyuttal az Agfa röntgen film kalibrációs görbéje is a rádiumpreparátum által kibocsátott gamma sugárzás által okozott denzitás és a kapott dózisok között. 5612209 A következőkben ugyancsak Agfa filmmel arra végeztünk mérést, hogy mi különbség van a rádium és a Co⁶⁰ gammáival besugárzott filmek között.



11. ábra.

Az látható, hogy a Co⁶⁰ gammái azonos mr értéknél, valamivel kisebb denzitást mutatnak, mint rádium esetében.

A 12. sz. ábrán szereplő kalibrációs görbék különböző lapokból kivágott filmbélyegekkel lettek felvéve, ebből az látható, hogy különböző lapok alapfeketedése és érzékenysége más és más, ami valószinüleg az öntési, érlelési és csomagolási, illetőleg az előhivásnál fellépő előhivó hőfok és előhivási időkülömbségekből ered.





Ugyancsak egy ilyen mérés eredményét láthatjuk a 13. sz. ábrán.





Az Agfa röntgen filmek esetében a kapott dózis és a mért deuzitás között jó közelitéssel lineáris az összefüggés, eltérés csak a nagy feketedéseknél adódik.

5612209

A következő méréseket Forte röntgenfilmmel végeztük. A 14. sz. ábrán azonos lapokból kivágott filmbélyeget kalibrációs görbéje látható rádium és Co gamma besugárzás esetén.



14. ábra.

A film a rádium gammájára érzékenyebbnek mutatkozott, mint a Co⁶⁰ gammájára.

A 15.sz. ábrán különböző lapból kivágott filmbélyegek denzitás-dózis görbélye látható. A besugárzást rádium gammájával végeztük és a görbéből az látszik, hogy a különböző lapból kivágott filmek alapfeketedése és az érzékenysége is más.

Forte röntgen filmek esetében azt találjuk, hogy már kis dózisoknál sincs lineáris összefüggés a filmek denzitása és a kapott dózisok között és a filmek alapfeketedése is általában nagyobb az Agfa röntgen filmekéhez képest.

A 7. és 8. sz. ábrákon látható dóziméterekben besugárzott Agfa röntgen film kalibrációs görbéje a 16. sz. ábrán látható. A szürők alkalmazásával nyert denzitás értékek a szürőkön kivül a legnagyobbak, a kadmium és ólomszürők alatt mind kisebbek.



16. ábra.

A film dozimetriával kapcsolatos egyes fontos kérdések, mint pl. a filmek fakulási effektusa, a filmet ért sugarak irányszerinti eloszlása és különböző szürők vizsgálata folyamatban van, melyekről a cikk második részében fogunk beszámolni. Érkezett 1956. márc. 13. A RADIOLÓGIAI OSZTÁLY KÖZLEMÉNYE OSZTÁLYVEZETŐ: BOZÓKY LÁSZLÓ

Az ElT dekatron számolócső

Irta: Kormos István

Jelen közlemény célja az ElT dekatroncsőnek és müködésének ismertetése.

A dekatron lényegében katódsugárcsőhöz hasonló felépitésü normál vevőcső nagyságu elektroncső. Impulzusok számlálására alkalmazható. Az elektronágyu a többi katódsugárcsőtől eltérően nem kör, hanem hosszu oldalával vertikálisan elhelyezkedő téglány keresztmetszetü, tehát szalag alaku sugárnyalábot szolgáltat. Ez a sugárnyaláb az eltéritő elektródák segitségével a beérkező impulzusok hatására tiz pontosan meghatározott állásban rögzithető.

A O-tól 9-ig terjedő tiz állásnak megfelelő helyen a cső belső fala fluoreszkáló réteggel van bevonva, igy a sugárnyaláb pillanatnyi helyzete a világitó csik révén kivülről leolvasható. A beérkező impulzusok a nyalábot O alapállásból 9-ig terjedő állásba ugratják, mig a tizedik impulzus hatására a segédáramkörök segitségével a sugárnyaláb O alapállásba ugrik vissza. Ezzel egyidejüleg a segédáramkörök egy pozitiv impulzust továbbitanak a következő számolócső felé, amelyik ilymódon a tizeseket számolja. További fokozatok, illetve csövek segitségével a századik, ezredik stb. impulzusokat számlálhatjuk.

A cso müködése.

Hogy a cső működését megérthessük tekintsünk el a dekatron bonyolult felépítésétől és vegyűk azt az egyszerű esetet, hogy csupán két eltéritő elektródával és egy fél hengerpalást alaku anóddal felszerelt csővel végezzük a mérést. A fokuszáló beren-5612209 dezés és a gyorsitórács szerepét itt nem tárgyaljuk.Legyen az 1. ábra szerinti baloldali eltéritő elektróda fix V_{El} a jobboldali elektróda V_{E2} változtatható feszültségen, az anód pedig V_T feszültségen. Az anódkörben lévő müszer az anódáramot jelzi.



1. 2. 3. ábra.

Az E₂ elektróda feszültségét O-tól V_T-ig változtatva az anócáramot folyamatosan mérjük és az anódáram eltéritő elektróda feszültség közti összefüggést grafikusan ábrázoljuk.Amint az ábrából látható az anódáram független az eltéritő feszültségtől és csupán a sugárnyaláb helyzete változik a mérés során. Lásd 2. ábra.

Most ismételjük meg a mérést oly módon, hogy az anódot és a jobboldali eltériő elektródát összekötjük egymással és közös munkaellenállásról R_a tápláljuk a két elektródát. Lásd 3. ábra.

Akkor az Ohm törvény értelmében felirhatjuk azt az összefüggést, hogy

$V_a = V_{E2} = V_T - i_a R_a$

azaz az anódáram hatására az R_a munkaellenálláson feszültségesés jön létre igy az E₂ elektróda a telepfeszültségnél alacsonyabb és jól meghatározott értéket vesz fel. Ez a V_{E2} feszültség a nyalábot egy bizonyos helyen rögziti. Ha ezt az összefüggést a 2-es ábrába berajzoljuk,ugy a II. jelzésű egyenest kapjuk, ahol az I. és II. egyenesek metszéspontja a sugár fix helyzetét jelzi.

És ez egyben a dekatron működésének az alapelve is. Ha ugyanis egy előzőkben vázolt katódsugárcső egyik eltéritő elektródáját stabil feszültségen tartjuk, a másikat pedig ugy csatoljuk az anódjával, hogy közös munkaellenálláson tápláljuk, akkor a sugárnyaláb helyzetét az éppen akkor folyó anódáram, illetve a munkaellenálláson fellépő feszültségesés határozza meg, ami ugyanis az anódot és a vele összekötőtt eltéritő elektródát azonos stabil potenciálon tartja.

Térjünk most rá hogyan kaphatunk tiz stabil helyzetet. Helyezzünk most az előbb vázelt berendezésben egy sik felületű anódot és egy tiz nyilással ellátott ugyancsak sik réselektródát a sugárnyaláb utjában.

Tételezzük fel, hogy a rések azonos nagyságuak, egymástól egyenlő távolságra esnek, továbbá hogy a sugárnyaláb valamivel szélesebb a résnél, de keskenyebb a rések közti térköznél. Lásd 4. ábra.



4. ábra.

5. ábra.

Ha most E_1 elektróda fix feszültségen van és a jobboldali E_2 elektróda és a vele összekötött anód feszültségét folyamatosan csökkentjük, akkor a sugárnyaláb a 0 réstől a 9 számu résig mozog, ugyanakkor az anódáram az 5. számu ábrában ábrázolt görbe szerint változik.

Induláskor a nyaláb a O rést teljesen kitölti, azon át az anódra jut és az anódáram maximális. A nyaláb balra térve a résnek egyre kisebb részén halad csupán át az anódáram csökken mig végül az egész nyaláb a térközbe esik ekkor az anódáram zérus.

Tovább haladva balra a nyaláb ismét a résbe jut az anódáram nő a maximumig és igy tovább az utolsó állásig. Elvben azt várhatnánk, hogy mivel a réselektróda rései azonos szélesek, igy bármelyik állásban is van a nyaláb, azon az időegységben azonos számu elektron haladhat át, igy az anódáram maximumok a O állástól a 9-ig azonosak lesznek. A minimumok pedig zéró értéknél vannak. 5612209 Ha most az igy kapott görbébe berajzoljuk a munkaegyenest a O-tól 9-ig jelzett metszéspontok stabil állapotnak felelnek meg. Ezek a stabil pontok az anódáram-görbe csökkenő szakaszának a metszéspontjai lesznek. A nyaláb tehát megáll a résben olyan helyzetben, hogy részben a réselektródán elnyelődve részben a résen keresztül az anódra jutva a munkaellenálláson akkora feszültségesést okoz, hogy ez éppen a sugár rögzitéséhez szükséges eltéritő teret tudja létesiteni. A gyakorlatban azonban sajnos nem ez a helyzet. Az eltérités folytán a sugárnyaláb jobbról balra haladva defokuszálódik, egyre szélesebb lesz. Igy a résen áthaladó elektronáram egyre csökken, a görbén a maximumok is egyre csökkennek. A széles nyaláb még a réstávolságnál is szélessebbé válik és igy a minimumok sem lesznek zérus értéken, hanem egyre jobban nőnek.

A ténylegesen elérhető anódáram karakterisztika tehát a 6. ábrán látható módon alakul.

Amint látjuk a görbe baloldali része amplitudóban lényegesen csökkent. Igy a munkaegyenes baloldali metszéspontjai elmaradnak, illetve ha még itt is stabil metszéspontokat akarunk alérni a munkaellenál-





lás értéke csak igen szük határok között tartható, illetve a munkegyenes hajlásszögét kell igen kicsire választani, azaz igen magas telepfeszültséget kell használni. Hogy ezen segithessünk és a görbe ezen hibáit kijavithassuk arra több mód van. Elsősorban a rések szélességét jobbról balra haladva növeljük, hogy a sugár divergenciáját ezsel kompenzáljuk. Ezzel már az amplitudó nőni fog. Másodsorban a rések közti távolságot jobbról balra haladva növeljük, hogy a görbén a minimumok alacsonyabbak legyenek.Ez a térköz növelés még más szempontból is szükséges. Az asszimetrikus eltérités folytán ugyanis a sugárnyaláb jobbról balra való haladása közben az eltéritőlemezek között az átlag potenciál csökken. Ennek következtében a sugárnyaláb baloldali helyzetében az eltéritési érzékenység nőni fog. Igy mennél jobban balra tér ki a nyaláb az E₂ eltéritő elektróda ugyanakkora feszültség változásának egyre nagyobb kitérés fog megfelelni. Ezért a réselektróda réstávolságát jobbról balra ugy növeljük meg, hogy ez a távolság növekedés az érzékenység fokozódást éppen kiegyenlitse. Ezen felül, hogy a sugárnyaláb jobbról balra haladtában nagyobb anódáramot adjon a réselektródát még járulékos nyilásokkal látjuk el. Ezek a járulékos nyilások vizszintes téglány alakuak. Ezek részben a rések alatt és a rések felett helyezkednek el, ugy hogy a sugár jobbról balra haladtában egyre nagyobb keresztmetszetben ér el az anódlemezre. A cső ilyen módon javitott karakterisztikája a ll. sz. ábrán látható. A 7. ábrán a réselektróda kiképzése látható.



7. ábra.

A dekatron felépitése.

Ezek után térjünk rá a dekatron felépitésére. Mint már a bevezetésben emlitettük a cső elektronágyuját függőlegesen elhelyezett egyirányban emittáló katód képezi. A 8. ábrán látható alaku



8. ábra.

g1 rács és a hozzátartozó fokuszáló pálcák, valamint a g2 gyorsitórács függőlegesen elhelyezkedő sávkeresztmetszetű sugárnyalábot állitanak elő. 5612209 A nyaláb az eltéritő elektródák között elhalad és a pozitiv feszültségre kapcsolt g₄ réselektródához ér. A nyaláb részben a réseken keresztül az <u>a</u> anódra jut, részben a réselektródán nyelődik el. Az anódlemezen a réselektróda réseivel szemben egymásfelett kétsorban elhelyezkedő függőleges rések vannak. Az anód rései fele akkorák, mint a réselektróda rései. A sugárnyaláb egyrésze az anódlemezbe ütközik, másik része a réseken keresztül a világitó ernyőre jut.

A jobb leolvashatóság céljából a számok egymás alatt két sorban a 0-2-4-6-8 a felső sorban, az 1-3-5-7-9 számok pedig az alsó sorban helyezkednek el. A réselektróda és az anódlemez előtt egy-egy fékezőrács foglal helyet g_3-g_5 . Ez a két elektróda, valamint a fokuszálópálcák és a katód mögött elhelyezkedő árnyékolólemez a katódra vannak kötve. A cső keresztmetszete a 9.ábrán látható.





9. ábra.

10. ábra.

A fékező rácsok a réselektróda és az anód szekunder elektronjainak a zavaró hatását küszöböli ki. Mint a 10. ábrán látható, a két fékező rács ugy helyezkedik el, hogy a réselektróda előtt lévő a nyalábot fésüfog szerűen bontja és a réselektróda sikjában fokuszálja, a második fékezőrács a réselektróda mögött a felbontott és most már divergáló nyalábot ismét homogénné teszi. A g_3 fékezőrácson mégis átjutó kis számu szekunder elektron fogására a jobboldali eltéritő elektróda elé helyezett és maximális pozitiv feszültségre kötött a jelzésű segédelektróda szolgál. A réselektróda baloldalán az av jelzésű és az alapállásba való visszaug-5612209 ratásra szolgáló anód van. A sugárnyaláb a 9-es állásból a következő impulzus hatására erre a segédanódra jut és ennek az elektródának a munkaellenállásán a keletkező negativ impulzus szolgál a segédáramkörökön keresztül a 0-ra visszaugrató impulzus beinditására.

A nyaláb vezérlése.

A számolócső a baloldali E₁ jelzésű deflektorra adott pontosan meghatározott alaku és amplitudóju pozitiv jelekkel vezérelhető. Vegyük fel a forgalomban lévő EIT jelzésű dekatroncső karak-



11. ábra.

terisztikáját. Az anódáramot az anód és a vele összekötött jobboldali E_2 jelzésű eltéritő elektróda feszültségének függvényében ábrázoljuk.Legyen először a baloldali fix feszültségü E_1 jelzésű elektróda 156 V feszültségen, másodszor 170 V-on. A két karakterisztika a ll. ábrán látható módon néz ki.

A görbe alakját az előzőek alapján nem kell részletesebben kifejteni. Látjuk, hogyha az E_1 deflektor feszültséget $V_i = 14$ Volttal megemeljük a görbe a V_i feszültségnek megfelelő távolsággal jobbra to-

lódik el. Az első karakterisztika a vezérlés nyugalmi állapotát jelzi, a második a 14 Voltos pozitiv vezérlő impulzus beadásakor előállott helyzetnek felel meg. A 12. ábrán az impulzus beadása közben előálló helyzet, azaz a karakterisztika jobbra tolódása és az eredeti karakterisztika egymás mellett látható.

Legyen a sugár O állásban, adjunk a baloldali deflektorra egy 14 Voltos pozitiv impulzust. A sugár ennek hatására balra tér ki. Az anódra kevesebb elektron futhat fel.Ha az anódáram lecsökken a jobboldali eltéritő elektróda feszültsége megnő és ez

5612209

a növekedés az eltéritést megakadályozná. Azonban az anód munkaellenálláson levő elektróda és huzalozási kapacitások által képzett kondenzátor az anódfeszültség és az E₂ deflektor feszültség felugrásét megakadályozza.

Ha az impulzus jelhomloka elég meredek akkor ezen idő alatt a V_{E2} potenciál konstansnak tekinthető. A sugárnyaláb tehát a következő baloldali rés





felé tért ki a görbe pedig az impulzus amplitudó távolságának megfelelően jobbra tolódott. Ebben a helyzetben a munkaellenálláson az előző stabil állapotnak megfelelő anódáram folyik csupán hiszen a jobboldali deflektor feszültség megváltozására az időállandók miatt nem volt lehetőség, viszont az uj helyzetben esetleg fellépő anódáram változás a szórt kapacitások töltéséből egyenlitődik ki és ha az impulzus leszálló ága elég lassan tér vissza a nulla értékhez, akkor a görbe az eredeti helyzetébe balra vissza tér a sugár pedig az uj stabil helyzetben megáll.

Ez a helyzet a 0-tól 9-ig terjedő állásba ugrás esetén.A 10-ik impulzus a nyalábot a visszaugrató anódra tériti ki és ennek munkaellenállásán fellépő negativ impulzus a segédáramkörök révén a cső rácsát annyi ideig zárja le amig a fő anód és a jobboldali doflektor feszültsége a kiindulási értékre nem emelkedik és a sugár a 0 állásba vissza nem ugrik.

Vezérlő impulsus.

Mindezek után a vezérlő impulzussal szemben támasztott követelmények már adva vannak. Az impulzus amplitudót a stabil pontok egymástól való távolsága szabja meg, ami 300 V anódfeszültség és 156 V fix eltéritő feszültség, valamint a később megadott egyéb üzemfeszültségek mellett kb. 14 V, illetve a már emlitett okok miatt 13.6 V \pm 18%. Az anódköri időállandó folytán az impulzus homlok meredeksége 20 V/ μ s. A leszálló ág 2 V/ μ s csökkenést kell, hogy mutasson. Igy az impulzus időtartam a felszálló ágon 0.7 μ s, a leszálló ágban 7 μ s. A 13. ábra a vezérlő impulzus adatait tünteti fel.



13. ábra.

Impulzus formáló egység.

Az ElT cső vezérlésére kétféle impulzusra van szükségünk. Egyrészt a sugár eltéritésre szolgáló vezérlő impulzusra, másrészt a O alapállásba visszaugrató impulzusra.

Ezért a dekád egység egy ElT csőből és a hozzátartozó kettős triódából áll. A kettős trióda monostabil multivibrátorként működik. A dekád egység a O-ra visszaállitó impulzust és a következő dekád vezérléséhez szükséges kimenő impulzust állitja elő. Az első dekád egység elé, erősitővel ellátott impulzusformálót helyezünk a GM impulzusok erősitésére és formálására. A dekád egységgel összeépitett impulzus formáló kapcsolási rajza a 14. ábrán látható.

Nyugalmi állapotban a kettős trióda balfele T_1 vezet. A közös katód ellenállás három tagból áll. A legfelső tag a T_1 csőfél vezető állapotában, a T_2 csövet lezárásig fesziti elő. A negativ impulzus hatására a T_1 csőfél anódárama csökken, igy a katód potenciálja is csökken, ezzel a T_2 csőfél rácsa katód potenciálra kerül. Ugyanakkor a T_1 csőfél anódjáról a csatoló kapacitáson keresztül a T_2 rácsára pozitiv jel jut, ugyhogy a T_2 teljes vezetés állapotába billen át, a T_1 csőfél pedig teljesen lezár. A csatoló kondenzátor kisülése közben a T_2 csőfél ismét lezár és a T_1 vezetésbe billen át. A katód ellenállás felső és középső tagját áthi-


14. ábra.

daló kis kapacitás az alsó katód ellenállásról levehető kimenő inpulzus homlokának meredekségét szabja meg.

A T₂ csőfél anódjáról az ElT cső rácsára kerülő azt lezáró negativ visszaugrató impulzus vehető le. A lezárás időtartama kb.

25μ s. Ez az idő szükséges ahhoz, hogy az anód és a jobboldali deflektor potenciál a O állásnál lévő értékét felvehesse. A készülék megépitéséhez felhasznált egyes ellenállás értékek 1-2 %-os, a kapacitások 5 %-os toleranciájuak kell, hogy legyenek, hogy a cső helyes működése biztositva legyen.

Az általunk megépitett egységeknél a kettős dióda katódellenállásának legalsó tagját, - ami a kimenő impulzus amplitudót szabályozza potencióméterrel helyettesitettük és az ELT rácsfeszültségét is szabályozhatóan képeztük ki.

A fix deflektor feszültséget kivülről tápláljuk be. A dekád egységek néhány kötés oldásával cserélhetők. A megépitett 100-an leosztásu készülékben stabil anódpótló és stabil nagyfeszültségü tápegység, valamint GM jelek számlálásához alkalmas erősitő és formáló fokozat, továbbá mechanikus számláló szerkezet van, szokványos kapcsolásban. 5612209

A dekád egység feloldó képessége periodikus jelek esetén 30.000 impulzus/sec de csupán 10.000 impulzus/sec-ig lett kipróbálva.



15. ábra.

A 15. ábra a cső adatait, bekötési és foglalat rajzát és az üzemi adatokat tartalmazza.

Irodalom.

- [1] A.J.W.M. van Oberbeck. J.L.H.Jonker und K. Redenhuis. Eine Dezimalzahlröhre für hohe Zahlgeschwindigkeiten. Philips techn. Rdsch. 14. 365-378. 1953/54.
- [2] K. Kandiah. Decimal Counting Tubes. Electronic Engineering. 56-63. febr. 1954.

Érkezett 1956. márc. 12.



 A kiadásért felelős: Felsőoktatási Jegyzetellátó V. igazgatója 1956
A kézirat nyomdába érkezett: III.27. Példányszám: 400
Készült: Rotaprint lemezről a MNOSz 5601.50 Á és MNOSz 5602.50 Á szabványok szerint 9,25 A/5 iv terjedelemben 53 ábrával
Készült a Felsőoktatási Jegyzetellátó Vállalatnál Felelős vezető: Bojkovszky Lajos Ny.táskaszám: 5612209