

14. 7MeV 中子活化法测量重晶石中钡的含量

孔祥忠

(兰州大学现代物理系, 730000)

报道了 $E_n = 14.7\text{MeV}$ 中子活化“比较法”测得的重晶石中钡的含量。照射时的中子注量变化由 BF_3 中子监测仪监测, 中子能量是用铍铯截面比法测定的。

关键词 中子活化分析 重晶石 钡含量

重晶石为硫酸钡的天然矿物, 是一种重要的工业原料, 广泛用作制钡白和钡的其它化合物。在石油勘探中, 重晶石常作为钻井泥浆的重要成分之一, 加入泥浆中重晶石的多少与井下的压力和重晶石中硫酸钡的含量有关。因此精确测定重晶石中硫酸钡的含量是一个十分重要的问题。鉴于重晶石不易溶解, 原子吸收法不能用于分析, 而 X 射线荧光分析法也因找不到合适的标准参考物质而得不到满意的结果, 为此我们用 14.7MeV 中子活化法测量了重晶石中钡的含量。

1 实验部分

1.1 样品照射

样品照射是在兰州大学 ZF-150 型中子发生器上进行的。以 $\text{T(d,n)}^4\text{He}$ 反应作中子源, 平均氘束能量 $\bar{E}_d = 150\text{keV}$, 束流强度 $I_d \approx 1\text{mA}$, 中子产额为 $10^7 - 10^{10}\text{s}^{-1}$ 。在入射氘束方向上放置样品, 照射点的中子能量为 14.7MeV, 是用铍铯截面比法测定的^[1,2]。样品中心离氘靶 2m, 在离靶室约 4m 处固定放置了一台 BF_3 中子监测仪作为中子注量的外部监督。

1.2 γ 放射性测量分析系统

测量室为 $1200\text{mm} \times 1200\text{mm} \times 800\text{mm}$ 的铅室, 铅厚 10cm, 内衬有 1cm 的钢板, 2mm 厚的有机玻璃以降低 γ 本底。 ^{137}Ba 的 γ 放射性用国产 CH84037 同轴高纯锗 γ 探测器测量, 其相对效率为 20%, 能量分辨率为 3keV (1.33MeV)。由 4096 道多道分析器测谱, 计算机分析测 γ 谱后给出 γ 峰能量, 峰计数及统计误差等。

1.3 样品传送系统

$^{137}\text{Ba}^m$ 的半衰期为 2.552min, 因此必须在照射停止后很快将样品送到测量室进行测量, 为此需要一套快速样品传送系统。本实验中采用外径 20mm, 内径为 16mm 的聚乙烯管作传送管。

收稿日期: 1990-12-18 收到修改稿日期: 1991-10-25

用3—3.5kg/cm²的压缩空气作动力。盛有样品的圆柱形聚乙烯样品盒(最大外径为14mm,内径为9mm;有效长度43mm)在装样口、照射站和测量室之间来回传送(约需1—2s)。

1.4 程序控制器

程序控制器是整个实验实现自动控制的关键。它可控制样品的照射时间、冷却时间和测量时间,并控制样品传送的方向。这台程序控制器由 HTL 高抗干扰集成电路构成数字电路,时间基准用石英振荡器精确产生。采用二极管矩阵实现程序选择和改变照射、冷却、测量时间,用光电反馈信号控制程序的转换条件。程度控制器输出动作的执行机构是一组中间继电器。

2 实验结果及讨论

由于实验采用相对“比较法”,用程序控制器严格控制待测样品和标准样品在相同的照射时间、冷却时间和测量时间下进行,而且待测样品与标准样品是在同样几何条件下进行中子照射和 γ 放射性测量的,所以待测样品的硫酸钡含量 α 可由下式计算:

$$\alpha = \frac{C \cdot m_0 \cdot \Phi_0 \cdot \alpha_0}{C_0 \cdot m \cdot \Phi}$$

C, C_0 分别表示待测和标准样品特征 γ 峰的计数; m, m_0 分别表示待测和标准样品的质量; Φ, Φ_0 分别表示待测和标准样品中子照射时 BF_3 中子监测给出的平均中子注量; α_0 为标准样品中硫酸钡含量。

实验的主要误差列入表1,6组样品测量结果列入表2。

表1 实验的主要误差

误差项	符号	误差/%
待测样品计数统计	ΔC	0.3
标准样品 γ 计数统计	ΔC_0	0.3
待测样品称重	Δm	0.1
标准样品称重	Δm_0	0.1
待测样品中子注量	$\Delta \Phi$	0.5
标准样品中子注量	$\Delta \Phi_0$	0.5
标准样品硫酸钡含量	$\Delta \alpha_0$	0.2

表2 重晶石中硫酸钡含量的测量结果

组号	硫酸钡含量/%	相对误差/%	组号	硫酸钡含量/%	相对误差/%
1	78.01	0.8	4	77.97	0.8
2	78.07	0.8	5	77.95	0.8
3	78.03	0.8	6	78.03	0.8

最后测量结果是:重晶石中硫酸钡含量为78.01%,测量相对误差为 $\pm 0.2\%$ 。

我们所测重晶石为灰白色的粉末,是石油钻井用的。由于重晶石除了主要成分硫酸钡外,还含有高岭土,滑石的成分。为了使待测样品和标准样品在基体上基本一致,我们选用高纯度的硫酸钡和滑石粉按硫酸钡占80%配制了一组标准样品。这样可使待测和标准样品自吸收校

正基本一致,可不考虑由自吸收引起的误差。

我们选 $^{138}\text{Ba}(n,2n)^{137}\text{Ba}^m$ 反应生成的 $^{137}\text{Ba}^m$ 的661.66keV γ 峰作为特征峰进行 γ 活度测量。这是由于 ^{138}Ba 天然丰度为71.70%, $^{138}\text{Ba}(n,2n)^{137}\text{Ba}^m$ 反应截面约为 $1250 \times 10^{-28}\text{m}^2$,剩余核 $^{137}\text{Ba}^m$ 半衰期为2.552min,661.66keV γ 峰强度为90.1%^[3],即此反应截面大,所需活化时间短,特征 γ 峰易于测量。

我们采用相对“比较法”是为了在计算硫酸钡含量时避开中子截面,因为14MeV中子截面误差一般大于5%^[4]，“比较法”还可减少一系列的修正造成的误差,使测量结果误差大大减小。

参 考 文 献

- 1 Lewis V E, Zieba K J. A Transfer Standard d+T Neutron Fluence and Energy. *Nucl Instrum Methods*, 1980, 174 (1,2):141.
- 2 Lewis V E. International Intercomparison of d+T Neutron Fluence and Energy Using Niobium and Zirconium Activation. *Metrologia*, 1984, 20(2):49.
- 3 Browne E, Firestone R B. Table of Radioactive Isotopes. New York: John Wiley & Sons, Inc. 1986.
- 4 J 霍斯特著. 中子活化分析. 伍任译. 北京: 原子能出版社, 1978. 492.

DETERMINATION OF BARIUM IN BARYTE ORES BY 14.7 MeV NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS

KONG XIANGZHONG

(Department of Modern Physics, Lanzhou University, 730001)

ABSTRACT

The content of barium in baryte ores has been determined using 14.7MeV neutron activation “relative” method. The neutron-flux is monitored by BF_3 neutron-flux instrument. The neutron energies are determined by the method of cross section ratios for the reactions $^{90}\text{Zr}(n,2n)^{89}\text{Zr}$ by $^{93}\text{Nb}(n,2n)^{92}\text{Nb}$.

Key words Neutron activation analysis Baryte ores Content of barium