

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

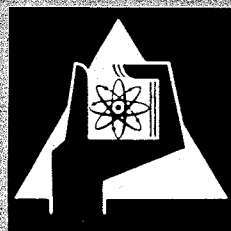
Oktober 1970

KFK 1293

Laboratorium für Isotopentechnik

Rohrpostanlage für Aktivierungsanalysen mit kurzlebigen Radionukliden

R. Ehret, H. Domberg, H. Lohner



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Oktober 1970

KFK 1293

Laboratorium für Isotopentechnik

Rohrpostanlage für Aktivierungsanalysen mit kurzlebigen
Radionukliden

von

R. Ehret, H. Domberg, H. Lohner

Gesellschaft für Kernforschung m. b. H. Karlsruhe



Zusammenfassung

Es wird eine Rohrpostanlage für Aktivierungsanalysen mit kurzlebigen Radionukliden, mit besonderer Anwendung für Sauerstoffanalysen mittels 14-MeV-Neutronen, beschrieben.

Die Konstruktion zeichnet sich durch folgende wesentliche Einzelheiten aus:

- 1) Zwischen Probe und Neutronentarget befindet sich kein Rohrleitungsmaterial. Der Abstand kann auf minimal 2,5 mm eingestellt werden.
- 2) Probe und Standard werden in einem gemeinsamen Rohrleitungssystem transportiert. Nach der Aktivierung werden Probe und Standard automatisch voneinander getrennt.
- 3) Es können beliebige Probenformen verwendet werden. Für Kompaktproben ist beim Transport keine zusätzliche Umhüllung notwendig.
- 4) Die durch die Konstruktion bedingte Pausenzeit zwischen Bestrahlung und Messung beträgt ca. 4 Sekunden. Sie wird ebenso wie die Bestrahlungszeit automatisch registriert.
- 5) Die Anlage kommt mit einem Minimum an Kostenaufwand (ca. DM 10.000.-) aus.

Summary

A rabbit system is described for activation analyses covering short-lived radionuclides, with particular reference to application to oxygen analyses with 14 MeV neutrons.

The system is characterized by the following significant details:

- 1) There is no piping material between the sample and the neutron target. The distance may be set to a minimum of 2,5 mm.
- 2) Sample and standard are transported in a single piping system. After activation sample and standard are automatically separated from each other.
- 3) Samples may be used in any form. Compact samples do not call for an additional cladding during transportation.
- 4) For constructional reasons, an interruption of about 4 seconds is provided between irradiation and measurement and, similar to the period of irradiation, recorded automatically.
- 5) A minimum rate of coast is required to build the system (about DM 10.000.-).

1. Einleitung

Die Entwicklung abgeschmolzener Neutronenröhren mit hoher Ausbeute an schnellen Neutronen hat auf dem Gebiet der Aktivierungsanalyse eine Reihe neuer Möglichkeiten eröffnet.

Insbesondere gewinnt die Spurenanalyse von Sauerstoff in Metallen und Kunststoff an Interesse. Hierbei wird der Sauerstoff über die Reaktion $O^{16}(n,p)N^{16}$ nachgewiesen. Der durch Neutroneneinfang im Sauerstoff gebildete Stickstoff sendet eine energiereiche Gammastrahlung (Hauptlinie 6,13 MeV) aus, deren Intensität ein Maß für die Sauerstoffmenge darstellt.

Eine besondere Schwierigkeit bei der Sauerstoffanalyse liegt darin, daß Stickstoff-16 eine kurze Halbwertszeit von nur 7,1 sec besitzt. Dies bedeutet, daß die zu analysierenden Proben direkt nach der Bestrahlung ausgemessen werden müssen, um ausreichende Impulszahlen und damit eine gute Meßgenauigkeit zu erreichen. Der Detektor für die Stickstoff-16-Gammastrahlung kann jedoch nicht in unmittelbarer Nähe der Neutronenröhre installiert werden, da er sonst nicht nur die Strahlung der aktivierten Probe erfassen würde. Manchmal wird sogar gewünscht, daß die Neutronenröhre während der Ausmessung der Proben in Betrieb bleibt, um eine hohe Konstanz der Neutronenflußdichte zu erzielen. Aus diesen Gründen muß der Detektor in größerem Abstand von der Neutronenröhre, gut abgeschirmt gegen Neutronen- und Gammastrahlung, untergebracht werden.

Zum raschen Transport der Proben von der Neutronenröhre zur Meßstelle werden im allgemeinen aufwendige Rohrpostanlagen verwendet. Bei diesen Anlagen wird die Probe mittels einer Rohrpostkapsel nach der Bestrahlung zur Meßstelle transportiert, automatisch an den Detektor herangebracht und über eine einstellbare Meßzeit ausgemessen. Die Zeit zwischen Bestrahlungsende und Einschalten des Messgerätes muß sehr genau bekannt bzw. reproduzierbar sein, um durch Vergleichsmessungen mit Standardproben einwandfreie Sauerstoffwerte finden zu können. Die ge-

bräuchlichen Neutronenröhren liefern im allgemeinen keine zeitlich hinreichend konstante Neutronenflußdichte, so daß meist gleichzeitig mit einer Probe ein Flußmonitor zur Normierung der Zählraten betrachtet werden muss. Probe und Flußmonitor müssen gleichzeitig an getrennten Meßplätzen ausgemessen werden.

Bei der Anschaffung einer abgeschmolzenen Neutronenröhre der Firma Philips für das Laboratorium für Isotopentechnik war es fraglich, ob die kommerziellen Rohrpostanlagen für die geplanten aktivierungsanalytischen Versuche sich eignen. Es erschien deshalb zweckmässig, eine eigene Rohrpostanlage zu entwickeln, um daran zunächst selbst praktische Erfahrungen sammeln zu können. Dabei wurde bei der Konstruktion großer Wert auf besondere Einfachheit und absolute Betriebssicherheit gelegt. Im folgenden wird diese im LIT gebaute Rohrpostanlage näher beschrieben.

2. Prinzip der Rohrpostanlage

In Abb. 1 ist die Rohrpostanlage schematisch, in Abb. 2 als Gesamtansicht dargestellt. Die Neutronenröhre M und die Meßstellen H sind durch eine Rohrleitung aus Plexiglas miteinander verbunden. In dieser Rohrleitung, die einen Innendurchmesser von 5 cm besitzt, wird eine Rohrpostkapsel E mit einer Halterung F für Probe und Flußmonitor pneumatisch bewegt. Zur Probenbestrahlung wird die Rohrpostkapsel mittels Druckluft aus einem Staubsauger an das Target der Neutronenröhre geschossen. Die Druckluft wird über B und C in das perforierte Ende D der Rohrleitung eingeblasen. Zur Dämpfung des Kapselaufpralls auf die Endplatte L dient ein Kugelventil N, das einen Tischtennisball enthält (Abb. 3). Nach dem Einschalten des Staubsaugers wird die Rohrpostkapsel in Schieberstellung O_{II} durch die 15 m lange Rohrleitung in Bestrahlungsposition geschossen und durch die Aufprallplatte L genau fixiert. Die Aufprallplatte lässt sich in der Höhe verstellen, so daß der Abstand

zwischen Probe und Target äusserst gering (min. 2,5 mm) eingestellt werden kann. Da die Neutronenflußdichte der erzeugten Aktivität direkt proportional ist und die Neutronenflußdichte solcher abgeschmolzener Neutronenröhren eine räumliche Glockenverteilung aufweisen, ist es aus analysentechnischen und neutronenökonomischen Gründen äusserst wichtig, die zu analysierende Probe so dicht wie möglich an das Target heranzubringen. Die Rohrpostkapsel schaltet beim Erreichen der Bestrahlungsposition über den Schalter K den zur Bestrahlungszeitmessung dienenden Timer I ein. Nach der Bestrahlung wird durch Drehen des Schiebers in Stellung 0_I die Rohrpostkapsel zurückgesaugt. Die hierbei erfolgende Betätigung des Schalters K stoppt den Timer I und startet gleichzeitig den Timer II, der nach einer vorgewählten Zeit einen Vielkanalanalysator einschaltet, mit dem die beiden Impulsspektren beider Detektoreinheiten aufgenommen werden. Die Kapsel trifft auf den Anschlag A auf, dabei wird die Verriegelung gelöst und Probe und Flußmonitor ausgestoßen. Beide fallen danach in den Trichter der Trennvorrichtung G und werden darin zu den in der Abschirmung J befindlichen Messplätzen H geführt. Da die relativ dicke Analysenprobe einen Aktivierungsgradienten aufweist und so je nach Lage der Probe zu unterschiedlichen Werten führen würde, wurden 2 Detektoren um 180° versetzt gegeneinander so angeordnet, daß die Probe genau zwischen beiden Detektoren liegt und somit in einer annähernden 4π -Geometrie ausgemessen wird. Bei dem dünnen Flußmonitor kommt man an der Meßstelle mit einem Detektor aus.

3. Rohrpostkapsel für Proben und Flußmonitor

Die Abbildungen 4, 5 und 6 zeigen die aus einem Polyäthylenkörper (1) bestehende Rohrpostkapsel mit einer Haltevorrichtung für Probe und Flußmonitor. Mittels dreier beweglicher Zangen (2) werden Probe und Flußmonitor an einer Endfläche der Kapsel gehalten. Im Falle kompakter Proben, wie z.B. Metall- oder Kunststoffplatten, können diese direkt, d.h. also ohne zusätzliche

Verpackung, eingebracht werden. Die Zangenbacken werden durch einen Gummiring gegen die Probe gepreßt. Beim Rücktransport der Kapsel prallt diese mit dem Stempel (3) gegen den Anschlag. Dabei drückt der Stempel die keilförmig ausgebildeten Backen der Zange auseinander, wonach Probe und Flußmonitor aus der Halterung herausfallen. Der Innendurchmesser der Rohrpost von 5 cm erlaubt bei der beschriebenen Konstruktion der Rohrpostkapsel Probenabmessungen bis zu einem Durchmesser von 4,5 cm. Die Dicke der Probe ist beliebig. Begrenzt durch die Kraft des Staubsaugergebläses konnten in dem vorliegenden Rohrpostsystem Proben bis zu 60 g Gewicht transportiert werden.

4. Trennvorrichtung

Als Flußmonitor werden Scheibchen verwendet, die wesentlich dünner als die Proben sind. Die Trennung zwischen Probe und Flußmonitor kann dadurch in einfacher Weise mit der in Abb. 7 dargestellten Anordnung durchgeführt werden. Nach Abwurf von Probe und Flußmonitor von der Kapsel fallen diese durch die Öffnung der Rohrleitung auf die schräggestellten Schienen (c), die einen schmalen Schlitz begrenzen, durch welchen nur der Flußmonitor fallen kann; er wird durch den Schacht (2) zu seinem Detektor geleitet. Die dickere Probe rollt längs der Schienen (c) zur größeren Öffnung (d) und fällt dort durch den Schacht (f) zum zweiten Detektor.

5. Laufzeit der Rohrpostkapsel

Die reine Laufzeit der Rohrpostkapsel ist fast konstant und nur abhängig vom Gewicht der Analysenproben. Dagegen ist der rein mechanisch verlaufende Trennvorgang zeitlich recht unterschiedlich. Von zwei Proben mit unterschiedlichen Gewichten (7,61 g und 26,75 g) wurde die Laufzeit ermittelt. In nachfolgender Tabelle sind die gemessenen Zeitwerte für diese beiden Proben angegeben.

Laufzeit der Kapsel vom Target bis zur Trennvorrichtung in sec				Laufzeit der Kapsel einschl. Trennzeit in sec	
Messung	ohne Probe	mit Probe (7,61g)	mit Probe (26,75g)	mit Probe (7,61g)	mit Probe (26,75g)
1	2,80	2,85	3,02	4,66	5,62
2	2,71	2,74	2,92	4,60	5,71
3	2,69	2,82	2,95	5,06	5,34
4	2,75	2,78	2,91	4,80	5,96
5	2,71	2,80	2,94	5,21	5,70
6	2,78	2,79	2,89	4,60	5,98
7	2,76	2,76	2,69	5,06	5,32
8	2,72	2,81	2,95	4,78	5,72
9	2,69	2,78	2,91	5,17	5,74
10	2,78	2,82	2,94	4,92	5,48
Mittelwert	2,74	2,80	2,91	4,89	5,66

Um sicher zu sein, daß Probe und Flußmonitor sich genau in Meßposition befinden, wurde bei durchzuführenden Analysen eine Verzögerungszeit von 6,5 sec auf dem Timer II vorgewählt.

6. Vorteile der vorliegenden Rohrpostkonstruktion

Abgesehen von der nicht unwichtigen Tatsache, daß das hier beschriebene, selbst entwickelte Rohrpostsystem gegenüber handelsüblicher Anlagen ca. um den Faktor 3 kostengünstiger liegt (ca. DM 10.000.- gegenüber ca. DM 30.000.-) ergeben sich noch folgende herausragende Vorteile:

- a) Das Aufbringen der Proben auf die Neutronenröhre geschieht so, daß kein Rohrleitungsmaterial zwischen Röhre und Probe liegt. Damit ist die Voraussetzung dafür gegeben, daß die Probe optimal nahe an das Target herangebracht werden kann.
- b) Durch die automatische Trennung von Probe, Flußmonitor und Rohrpostkapsel nach der Bestrahlung lassen sich hohe Nachweisempfindlichkeiten bei der Sauerstoffanalyse erreichen. Auf diese Weise wird nämlich ein extrem niedriger Null-effekt bei der N-16-Messung erzielt. Dieser beträgt bei einer Messzeit von 30 Sekunden lediglich 3 - 4 Impulse.
- c) Die gegenüber kommerziellen Anlagen erhöhte Pausenzeit zwischen Bestrahlung und Messung beträgt lediglich ca. 4 Sekunden; bei Messung von N-16 entspricht dies einer Erniedrigung der Messrate von ca. 32%. Diese fällt gegenüber den unter a) und b) genannten entscheidenden Vorteilen nicht ins Gewicht.

Abbildungen

Abb. 1: Gesamtrohrpostanlage mit zugehörigen Meßeinrichtungen
(Schemazeichnung)

Abb. 2: Be- und Entladestation der Rohrpost mit Probentrenn-
anlage und zugehörigen Meßeinrichtungen

Abb. 3: Rohrpostende mit Target an der Neutronenröhre mit Zeit-
schalter und Kugelventil zur Aufpralldämpfung

Abb. 4: Rohrpostkapsel mit Haltevorrichtung für Probe und
Flußmonitor (Schemazeichnung)

Abb. 5: Mechanischer Aufbau der Rohrpostkapsel

Abb. 6: Rohrpostkapsel mit Probe und Flußmonitor

Abb. 7: Trennvorrichtung für Probe und Flußmonitor
(Schemazeichnung)



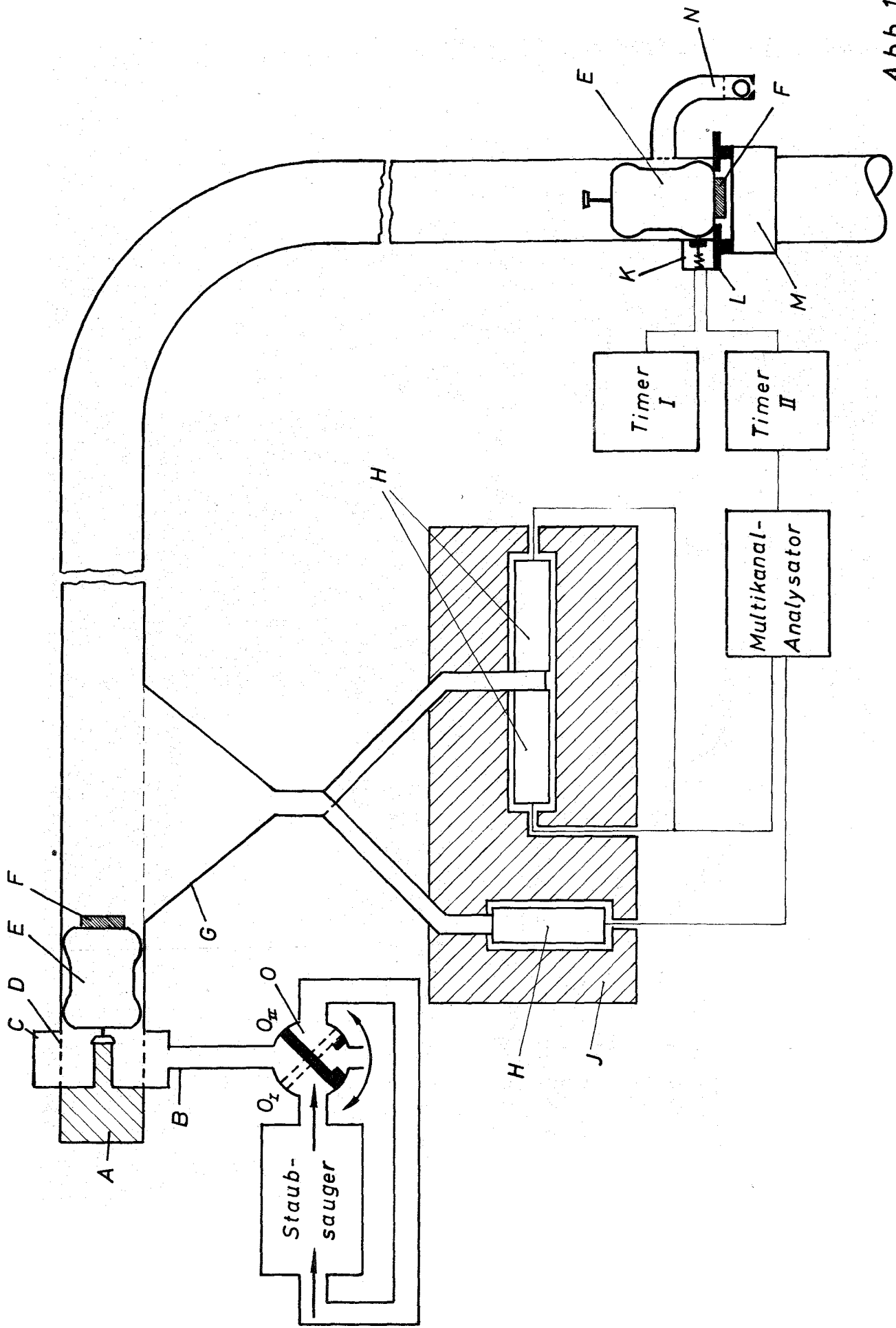


Abb.1

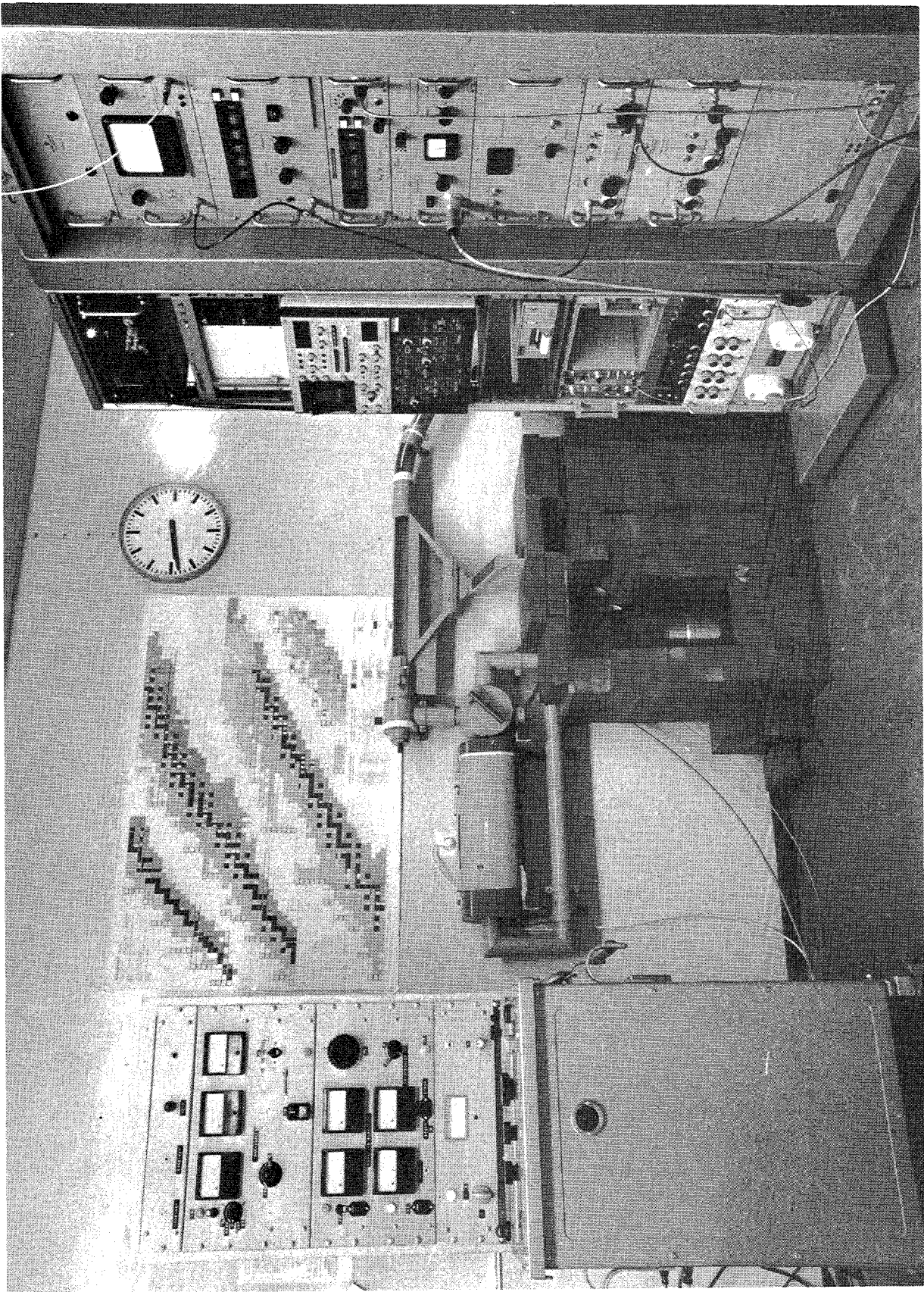


Abb. 2

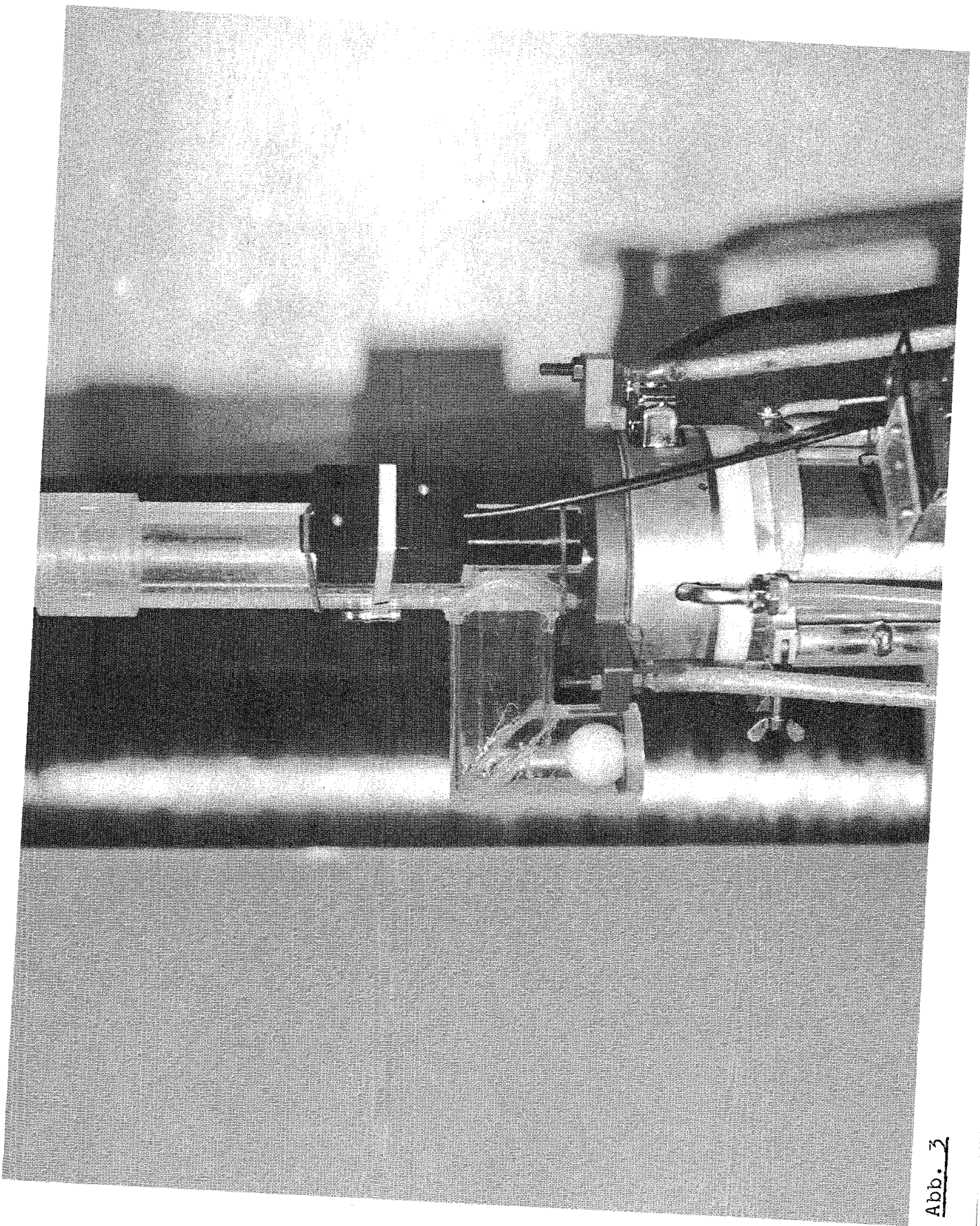


Abb. 3

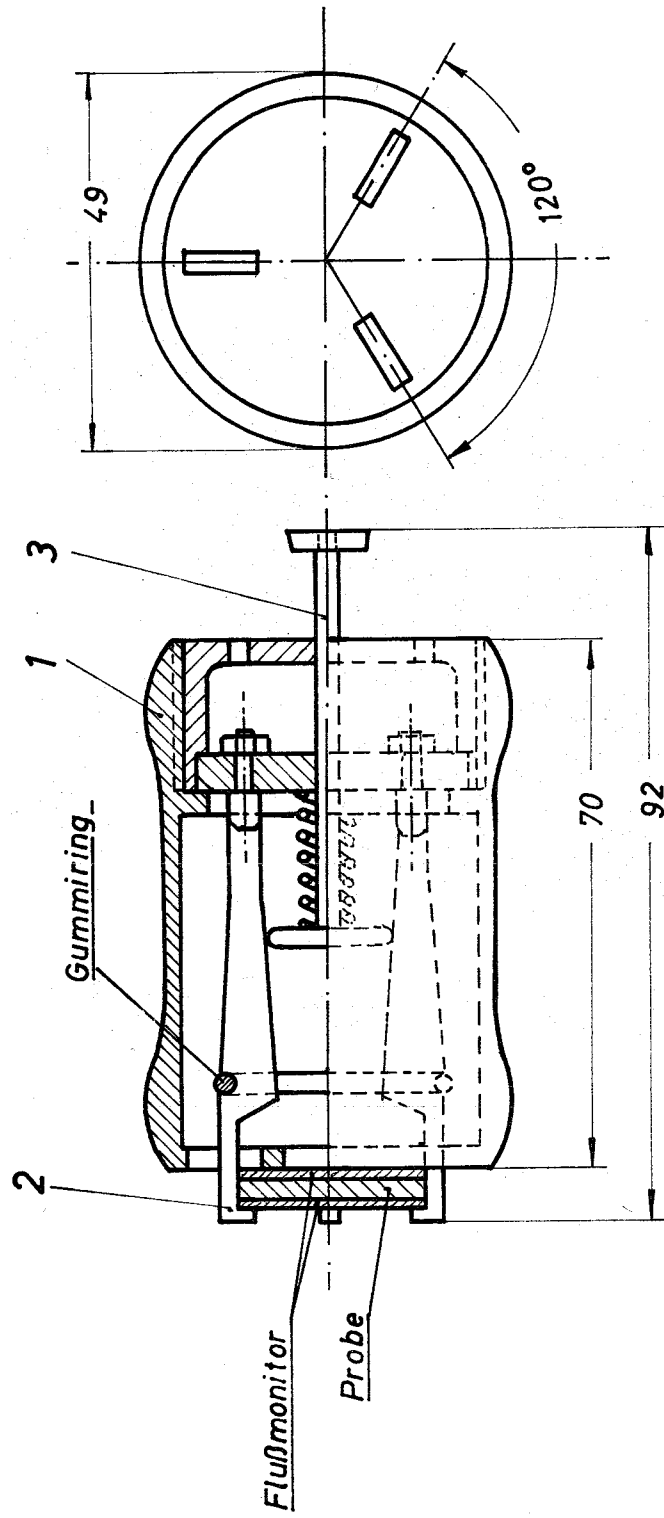


Abb. 4

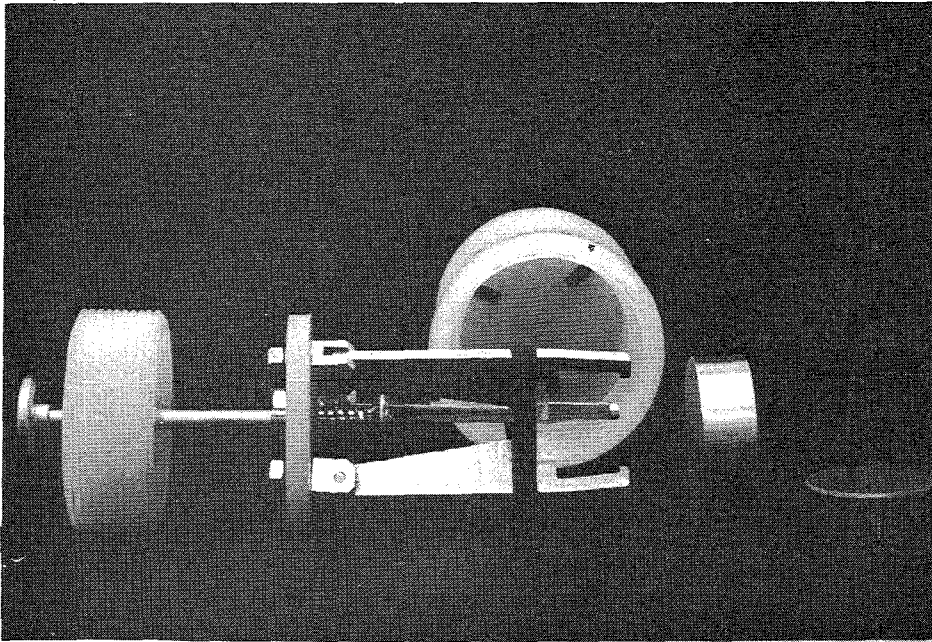


Abb. 5

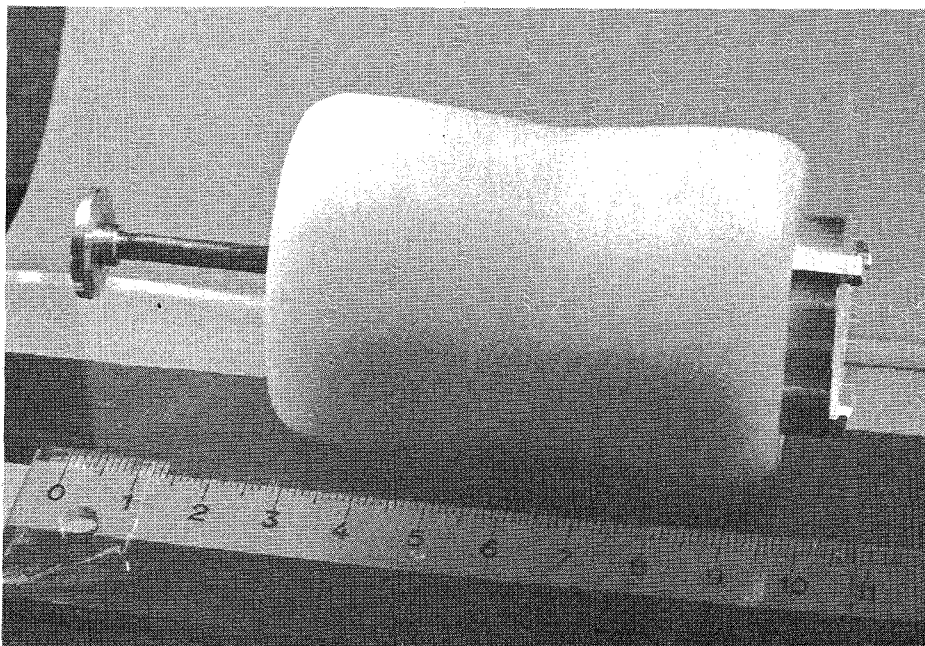


Abb. 6

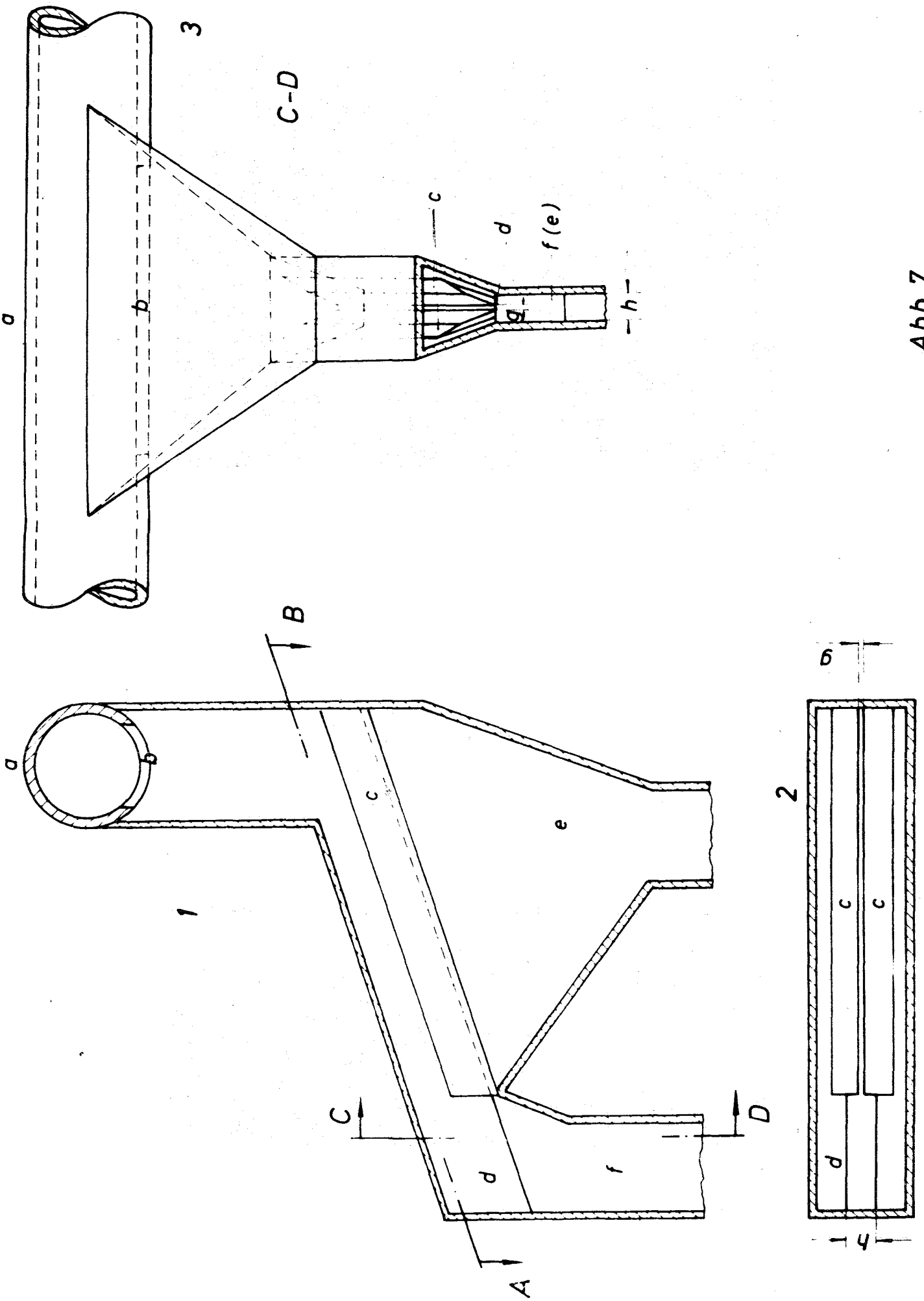


Abb. 7

A-B