

ХОВОР ШОРООНЫ ЗАРИМ ЭЛЕМЕНТИЙГ
ТОДОРХОЙЛОХ РЕНТГЕНФЛУОРЕСЦЕНЦИЙН
АНАЛИЗЫН АРГА

П.Зузаан, Н.Гансүх, Б.Далхсүрэн,
Д.Жаргалсайхан

Оршил

Ховор шорооны элементүүдийн судалгаа орчин үед аливаа улс орон, судлаач шинжээчдийн анхаарлыг ихээхэн татаж байна. Энэ нь юуны өмнө шинэ техник, технологийг бий болгоход тэдгээрийг ашиглах эрэлт хэрэгцээ хурдан өсч байгаа, нөгөө талаар ховор шорооны элемент (ХШЭ) нь чулуулаг тогтох геологийн процессын тухай үнэтэй мэдээллийг агуулж байдгаас геохимийн судалгаанд чухал үүрэг гүйцэтгэдэгтэй холбоотой. Эдийн засгийн нээлттэй зах зээлийн системд шилжиж байгаа манай орны хувьд ХШЭ-ийн судалгааг эрчимтэй явуулах нь практикийн ач холбогдолтой болж байна. Манай оронд нэгэнт олж илрүүлээд байгаа ХШЭ-ийн орд газрын нөөцийг тогтоох, тэдгээрийг баяжуулах технологийн горимыг сонгох, үйлдвэрлэлийн явцад хяналт тавихад ХШЭ-ийн хэмжээг нарийн тодорхойлох явдал чухал шаардлагатай нь харагдаж байна.

ХШЭ-ийн хэмжээг тодорхойлоход сонгомол химийн аргаас гадна физикийн төрөл бүрийн арга, тухайлбал гамма ба нейтрон идэвхжил, атомын шингээлт, рентген-флуоресценцийн зэрэг олон арга хэрэглэж байна. Химийн аргаар ХШЭ-ийн хэмжээг тодорхойлоход тэдгээр нь химийн шинж чанараараа ойролцоо тул бие биеэс нь ялгахад маш бэрхшээлтэйгээс гадна тухайн нэг элементийн хувьд түүнд тохирсон өвөрмөц задаргаатай тодорхой арга хэрэглэдэгээс их цаг хугацаа, нүсэр ажиллагаа шаарддаг [1]. Иймд химийн аргаар ХШЭ-ийн зөвхөн нийлбэрийг л голдуу тодорхойлдог. Сүүлийн үед атомын шингээлтийн аргыг [2] ХШЭ-ийг тодорхойлоход амжилттай хэрэглэж байгаа боловч дээжийг заавал шингэн байдалд шилжүүлэн шинжилгээ хийдгээс хурд багатай лантан, церийн хувьд мэдрэх чадвар муутай. Харин нейтрон идэвхжил, γ -идэвхижлийн арга [3] нь олон элементийг нэгэн зэрэг тодорхойлдог өндөр мэдрэх чадвартай ч өртөг өндөр, нарийн арга ажиллагаа шаарддаг.

Энергийг ялгах рентгенфлуоресценцийн анализын арга нь дээрх аргуудтай харьцуулахад ажиллахад хялбар,

дээжийг шинжилгээнд бэлтгэх арга ажиллагаа төвөггүй, хямд, нарийвчлал өндөртэй, шуурхай арга юм [4, 5, 6].

Энэ ажилд Америкийн-241 изотопон үүсгүүр, Si(Li) детектортой рентгенфлуоресценцийн спектрометр ашиглан ХШЭ-ийн хүдэрт церийн бүлгийн элемент тухайлбал, лантани, цери, неодум болон празидум тодорхойлох арга зүйн судалгааны тухай өгүүлнэ.

Төхөөрөмж

Ховор шорооны элементийн агуулгын хэмжээг K_{α} шугамаар нь тодорхойлох арга зүйн судалгаа явуулахад 30 мКюри цацраг идэвхт Am-241 үүсгүүр, 5,9 кэВ энергитэй MnK_{α} - шугамын хувьд 185 эВ энергийн ялгах чадвартай, 15 мк зузаан бериллий цонхтой литийт цахиур детектор, 1024 суватг Canberra анализатор, тооцон бодох машин ашиглав.

Харьцуулах дээж бэлтгэх

Урьдчилсан туршилтын дүнд тулгуурлан судалгаанд хамрагдах дээжийн агуулгын мужийг хамарсан бүлэг зохиомол харьцуулах дээжийг судлах элементүүдийн цэвэр ислээр бэлтгэхдээ La_2O_3 , CeO_2 , Nd_2O_3 ба Pt_2O_3 -ийн цэвэр ислийг тодорхой хэмжээтэй авч SiO_2 ба Al_2O_3 -ийн ислтэй хольж спиртээр шингэлэн агаатан нухуурт 15-20 минут нухав. Энэ зохиомол эталон дээжийг дараалан сулруулах замаар бэлтгэсэн бөгөөд нөлөөлөгч элементүүд болох Ba, Nb, Sr зэрэг элементүүдийг зууны хувиас 10% хүртэл хольж өгөв. Түүнээс гадна ховор шорооны стандарт дээж (тухайлбал 5750, СВТ16А) авч нэмэх болон сулруулах (2, 4 дахин) арга хэрэглэн харьцуулах дээж хийсэн.

Зохих шаардлагыг хангахуйцаар нунтагласан судалгааны болон харьцуулах дээжийг 10 мк зузаан майлер ёроолтой 5 мм өндөртэй, 30 мм диаметр бүхий саванд жигд дарж нягтруулан хэмжилтэнд бэлтгэв.

Судалгааны арга зүй

Бид судалгаандаа ховор шорооны хүдрийн 5 төрлийн (апатит-магнатит, апатит, TR-флюорит, флюорит-цахиурт, карбонатит) дээж хамруулав.

Am-241 үүсгүүрээр өдөөгдөн үүссэн ХШЭ-ийн $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $K_{\beta 1}$ ба $K_{\beta 2}$ бүл шугамуудыг Si(Li) детектороор бүртгэхэд өөр хоорондоо давхцсан спектр үүсэх ба тэдгээрийн хоорондын давхцалыг 1-р хүснэгтэд, судлах ховор шорооны хүдрийн рентгенфлуоресценцийн спектрийг 1-р зурагт тус тус үзүүлэв. Спектрээс үзэхэд судлах хүдрийн дээжинд бари, стронци, ниоби зэрэг элемент өчүүхэн багаас нилээд

хэмжээтэй агуулагдаж байгаа нь харагдаж байна. Иймд элемент бүрийн агуулгыг үнэн зөв тодорхойлоход рентген шугамын давхцал, фоны болон элементийн харилцан нөлөөг нарийн тооцох шаардлагатай нь харагдаж байна. Тухайлбал, 1-р хүснэгтээс үзэхэд барийн K_{β_1} , K_{β_2} -шугамууд бидний тодорхойлох прагедум, неодимын K_{α_1} , K_{α_2} - шугамтай давхцаж байна.

1-р хүснэгт. Ховор шорооны элементийн шугамын давхцал

Элемент	$K_{\alpha_1}, K_{\alpha_2}$ шугамын энерги	Давхцах элементийн шугам, энерги
La	33.03 33.44	$I_{K\beta_2}$ (33.02)
Ce	34.28 34.72	$Cs_{K\beta_1}$ (34.98)
Pr	35.55 36.02	$Cs_{K\beta_2}$ (35.82) $Ba_{K\beta_1}$ (36.37)
Nd	36.84 37.36	$Ba_{K\beta_2}$ (37.25) $La_{K\beta_1}$ (37.80)
Sm	39.52 40.12	$Ce_{K\beta_1}$ (39.25) $Ce_{K\beta_2}$ (40.23)
Eu	40.82 41.53	$Pr_{K\beta_1}$ (40.75) $Pr_{K\beta_2}$ (41.77)
Gd	42.28 42.98	$Nd_{K\beta_1}$ (42.27) $Nd_{K\beta_2}$ (43.30)

XШӨ-ийг РФА-ын аргаар тодорхойлох талаар олон ажлууд хийгдсэн байна [7,8,9]. Гэвч тухайн судлах дээжийн химийн найрлага, хүдрийн төрлөөс хамаараад түүнд тохирсон өвөрмөц арга тухай бүр боловсруулах явдал аяндаа гардаг.

Давхцал тооцоо

Ba-ийн K_{β_1} шугам Pr-ийн K_{β_1} , K_{β_2} шугамтай, K_{β_2} шугам Nd-ийн K_{α_1} шугамтай давхцах давхцал болон түүний үүсгэх фоны нөлөөг цэвэр барийн ислийг тусад нь хэмжиж дээжийн спектрт оруулах засварыг дараахи илэрхийлэлээр гүйцэтгэв.

$$Y_i = Y_{id} - K_{Ba} Y_{Ba} \quad (1)$$

Энд:

K_{Ba} - дээж дэх барийн K_{α} -шугамын талбайг цэвэр барийн ислийн K_{α} - шугамын талбайд харьцуулсан харьцаа

Y_{Ba} - цэвэр барийн ислийн спектрийн 1-р суваг дахь утга

Y_{id} - дээжийн спектрийн 1-р суваг дахь утга

Y_i - дээжийн спектрээс Ba-ийн спектрийг хассан утга болно.

La-ийн K_{β_1} шугам Nd-ийн K_{α_1} , K_{α_2} шугамтай давхцсан давхцлыг:

$$Y_{Nd} = Y_{Nd,La,K\beta_1} - K_{La} Y_{La,K\alpha} \quad (2)$$

томъёогоор олов.

Энд:

$K_{La} = Y_{La,K\beta_1} / Y_{La,K\alpha}$, $Y_{La,K\beta_1}$ - La-ийн K_{β_1} - шугамын талбай

$Y_{La,K\alpha}$ - La-ийн K_{α} - шугамын талбай

$Y_{Nd,La,K\beta_1}$ - Nd-ийн K_{α} ба La-ийн K_{β_1} шугамын нийлбэр талбай

Y_{Nd} - Nd-ийн цэвэр талбай юм.

K_{La} -ыг туршлагын замаар тодорхойлно. Учир нь лантаны K_{α} , K_{β_1} шугамуудад детекторын бүртгэх чадвар ялгаатай тул эдгээр шугамын онолын харьцааг шууд авч хэрэглэж болохгүй.

Фон загварчлал.

Спектрийн фоныг аналитик шугамын талбайд ороогүй фоныг хэлбэрийг төлөөлж чадах 6 цэгийг (1-р зураг) дайруулан N^2 аргаар олон гишүүнтэд задлан дараах илэрхийлэлээр олов.

$$Y_i = \sum_{j=0}^6 A_j i^j \quad (3)$$

Энд:

Y_i - i -р суваг дахь фоныг утга

i - сувгийн дугаар

A_j - туршлагын тогтмол

Дээж дэх элементийн агуулга тодорхойлох

Тухайн дээжийн спектрээс шугамын давхцал, фоныг тооцож хассаны дараа тодорхойлох элемент бүрийн K_{α} шугамын талбайг олох ба тухайн i элементийн агуулга шугамын эрчмээс дараахи байдлаар хамаарна.

$$C_i = Q_i I_i \mu^i \quad (4)$$

энд: C_i - i -р элементийн агуулга

Q_i - тухайн элементийн хувьд хэмжилтийн геометр, хэмжих төхөөрөмжөөс хамаарах тогтмол

I_i - i -р элементийн шугамын эрчим

μ^i - дээжийн масс шингээлтийн коэффициент.

Масс шингээлтийг сарнисан цацрагийн эрчмийн харьцаагаар илэрхийлж болно [10, 11].

$$\mu^* \approx \frac{N_c}{N_{com}} \quad (5)$$

Энд N_c, N_{com} - когерент ба комптоны сарнилын эрчим.
(4), (5) тэмдэг харьцуулах дээжийн хувьд бичиж, харьцуулбал:

$$C_i = \frac{I_i \cdot \frac{N_c}{N_{com}}}{I_n \cdot \frac{N_c}{N_{com}}} \cdot C_n \quad (6)$$

Q_i - параметр ижил нөхцөлд хэмжилт хийсэн тохиолдолд тогтмол тул хүраагдана.

Хэмжих дээжийн агуулгын мужыг бүрэн хамарсан бүлэг харьцуулах дээжийг сонгон авч (5, 6) тэмдэг 2-р эрэмбийн муруйгаар төлөөлүүлв.

$$C_i = A \cdot R_i + B \cdot R_i^2 + D \quad (7)$$

Энд:

$$R_i = I_i \cdot \frac{N_c}{N_{com}} - i\text{-р элементийн харьцангуй эрчим}$$

A, B, D - иуршлагын тогтмол

Ингэж ан литик шугамын эрчим, агуулгын хамаарлыг масс шингээлийг тооцож олон гишүүнтээр илэрхийлсээр элемент хоорондын нөлөөг нарийн тооцох боломжтой болно.

Үр дүн

Энэхүү боловсруулсан аргаар стандарт болон судлах хүдрийн төрлүүдээс сонгон авсан дээжинд шинжилгээ хийсэн дүнг 2, 3-р хүснэгтэд үзүүлэв. Эндээс үзэхэд РФА-ын дүн нь стандарт дээжийн атгестачлагдсан утга ба бусад аргаар хийсэн шинжилгээний дүнтэй сайн тохирч байгаа нь уг аргын хир үнэмшилтэйг болохыг харуулж байна.

2-р хүснэгт. Рентген флуоресценцийн анализын дүнг бусад аргатай харьцуулсан нь

Элемент	La ₂ O ₃ %		CeO ₂ %		Pr ₂ O ₃ %	Nd ₂ O ₃ %	
	РФА	ГИА	РФА	ГИА		РФА	ГИА
Gr-1	2.30	2.32	3.80	3.82	0.35	1.09	1.17
Gr-2	0.53	0.87	0.89	1.10	0.099	0.33	0.40
Gr-3	2.16	2.41	3.34	3.28	0.26	0.74	0.74
Gr-4	0.06	0.014	0.092	0.089	0.001	0.026	0.02
Gr-5	0.54	0.69	0.66	0.72	0.051	0.13	0.13

Энд:

РФА - Рентген флуоресценцийн анализ
НИА - Нейтрон идэвхжиллийн анализ
ГИА - Гамма идэвхжиллийн анализ

3-р хүснэгт. Стандарт дээжийн агуулгыг РФА-аар тодорхойлсон дүн

Дээж	CBT-16A		KN5750	
	РФА	Паспорт	РФА	Паспорт
La ₂ O ₃	8.39±0.17	8.4±0.2	0.089±0.01	0.103±0.008
CeO ₂	16.25±0.38	16.2±0.3	0.14±0.02	0.16±0.01
Nd ₂ O ₃	4.06±0.28	4.1±0.2	0.056±0.005	0.060±0.004
Pr ₂ O ₃	1.60±0.39	(1.59)	0.021±0.005	0.018±0.005

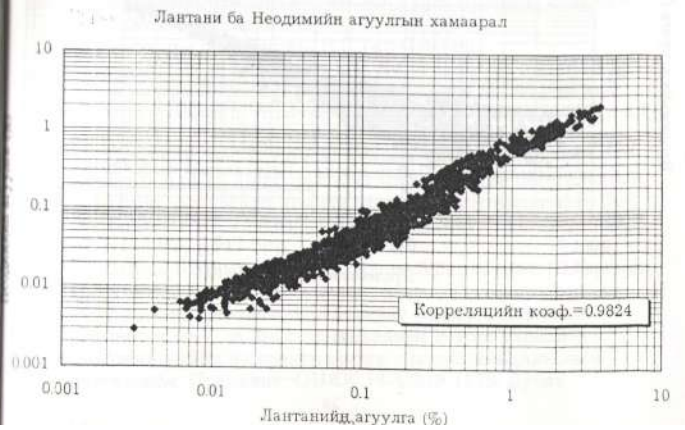
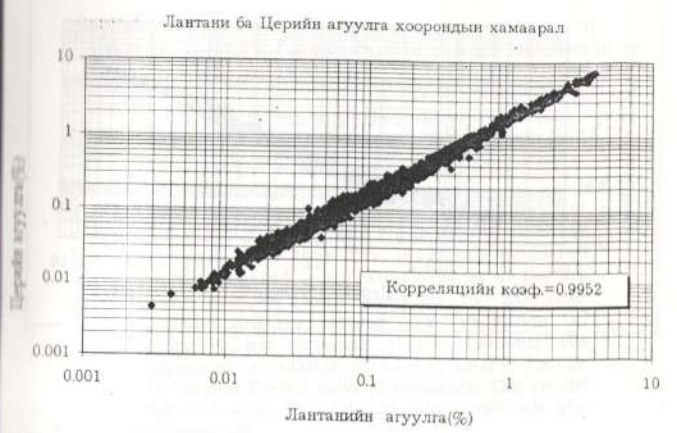
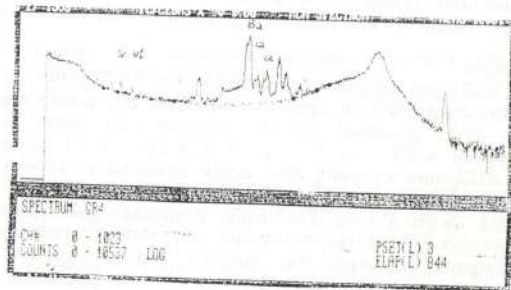
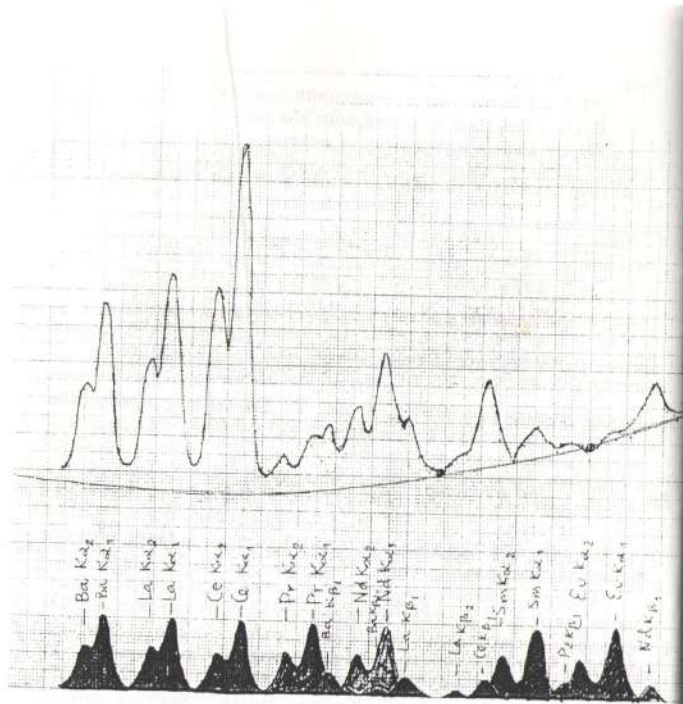
Ховор шорооны хүдрийн 5000 гаруй дээжинд дээрх аргаар шинжилгээ хийж La, Ce, Pr N1 зэрэг элементийн агуулгыг тодорхойлов. Судалгаанд хамрагдсан нийт дээжийн хувьд эдгээр элементийн агуулга нь La₂O₃ 0.08-8.4%, Ce₂O 0.10-16.2%, Pr₂O₃ 0.02-1.6%, Nd₂O₃ 0.05-4.1% мужид тус тус өөрчлөгдөж байв. Дээрх дээжүүдийн хувьд La-Ce, La-Pr, La-Nd, Ce-Pr, Ce-Nd, Pr-Nd-ийн хоорондын хамаарлыг бодож олоход энэ хамаарал нь агуулгын тодорхой мужид шулуун байв (2-5-р зураг).

Цацраг идэвхт Am-241 үүсгүүрээс гарах 59.6 кэВ γ-цацрагаар тули хүртэлх элементийн K-бүл шугамыг өдөөж, флуоресценцийн цацрагийг үүсгэж болох боловч гадолинаас хойших элементүүдийн хувьд тэдгээрийн флуоресценцийн спектр гарах байранд сарнисан цацрагийн (когерент биш) фон их, эдгээр элементүүдийн K-бүл шугамыг бүртгэх литийт пахиур детекторын бүртгэх чадвар бага, мөн эдгээр элементийн хүдэр дэх агуулгын хэмжээ өчүүхэн бага учир манай төхөөрөмжийг ашиглан тодорхойлох боломжгүй юм.

Дүгнэлт

ХШЭ-ийн хүдрийн дээжинд La, Ce, Pr, Nd-ийн агуулгыг тодорхойлох РФА-ын арга боловсруулж, энэ аргаар ажлын 8 цагт 30-35 дээжинд 150-175 тодорхойлолт хийж болохыг харуулав.

ХШЭ-ийн хүдрийн 5000 гаруй дээжинд уг аргаар дээрх элементүүдийн агуулгыг тодорхойлсон бөгөөд La-Ce, La-Pr, La-Nd, Ce-Pr, Ce-Nd, Pr-Nd-ийн хоорондын хамаарлыг 5000 гаруй дээжийн хувьд байгуулж, агуулгын тодорхой мужид тэдгээрийн хамаарал нь шулуун байгааг тогтоож, сайн тодорхойлж болох аль нэг элементийг ашиглан бусад элементийн агуулгад үнэлгээ өгч болохыг харуулав.





ED XRF method for determination of some elements in REE ores

P.Zuzaan, N.Gansukh,
B.Dalkhsuren, D.Jargalsaikhan

Abstract

In this paper an analytical procedure for determination of La, Ce, Pr and Nd in ores of REE has been developed. More than five thousands powdered samples were prepared from various places of the ore deposit. The samples were analysed by ED XRF method with Am-241 source for excitation of characteristic K-lines radiation of the elements. We have determined correlation of La-Ce, La-Pr, La-Nd, Ce-Pr, Ce-Nd and Pr-Nd pairs of elements. The results were compared with the data of other methods and reference materials.

Ашигласан ном

1. P.G. Jeffrey
Chemical Methods of Rock Analysis, Pergamon Press New York, 2 nd ed 19
2. G.F. Kirkbright, M.Sargent
Atomic Absorption and Fluorescence Spectroscopy, Academic Press, New York, 1974.
3. J.J.Labrecque, J.M.Bensen, R.E.Van Grieken
Determination of Ba, La, Ce and Nd in Lateritic materials by various energy dispersive X-ray Fluorescence techniques and Neutron Activation Analysis. X-ray spectrometry vol.15, 13-18 1989.
4. J.J. Labecque, W.C.Parker, D.Adames
Application of an americium-241 source for the determination of barium, lanthanum and cerium in lateritic material by X-ray fluorescence. Journal of Radioanalytical Chemistry, vol. 59, N1, 1980, p.193-201.
5. А.Г.Белов, В.Я.Выропаев, Н.Содном, Б.Далхсүрэн, Ш.Гэрбиш, П.Зузаан, С.Даваа
Рентгеноспектральное определение малых содержаний элементов от V до Мо с применением нового варианта эталонирования на спектрометре с полупроводниковым детектором. Препринт-ОИЯИ 18-12279 1979. Дубна.

6. G.R.Laurer, J.Furfaro, M.Carlos, W.Lei, R.Ballad, and T.J.Kneip V.
Energy dispersive analysis of actinides, and other elements in soil and sediment samples. XRF Environmental applications, p.201-208.
7. L.C.Chandola, P.P. Khanna
X-ray fluorescence analysis of thulium oxide for rare earth impurities. Journal of Radioanalytical and nuclear Chemistry, vol.121 N1. P.53-59, 1988.
8. Madan Lai, R.K.Choudhury and R.M.Agrawal
Optimisation of geometry for X-ray analysis of rare earth materials. X-ray spectrometry, vol. 16. 23-26 (1987).
9. A.V.Daryin and V.A.Bobrov.
Measurement of rare-earth element in rock standards by XFA method with USE of synchrotron radiation from the storage ring vepp-4. Nuclear instruments and methods in Physics research A261(1987) 292-294 North-Holland, Amsterdam.
10. П.Зузаан, Б.Далхсүрэн, Н.Содном, А.Г.Ревенко
Применение полупроводниковых детекторов в рентгенофлуоресцентном анализе. Учен. зап МонГУ, 1982, №12, с.103-117
11. Н.Содном, Б.Далхсүрэн, П.Зузаан и др.
Рентгенофлуоресцентный экспрессный метод определения содержания многоэлементных руд. В кн. Вопросы геологии и метеорологии Восточной Монголии. УБ 1979, с 33-47

AVERAGE (n,α) CROSS SECTION INDUCED BY SLOW NEUTRONS

G. Khuukheknuu, I.Chadraabal
/Laboratory for Nuclear Research, National
University of Mongolia, Ulaanbaatar/

ABSTRACT

For average (n,α) cross section of slow neutrons were obtained working formulae based on the statistical model. As example, for several target nuclei with A=91-149 were calculated the transmission factors of α particle.

1. INTRODUCTION

Investigation of charged particle emission reactions induced by slow neutrons ($E_n \leq 1 \text{ MeV}$) is of interest for both the understanding of basic nuclear physics problems and nuclear energy applications. In particular the study of (n,α) cross section is important for research of nuclear reaction mechanisms and α-cluster structure [1], as well as for estimating radiation damage due to helium production in the structural materials of fission and fusion reactors [2]. In addition, some (n,α) cross sections are of importance to nuclear astrophysics calculations [3,4]. Because of this, it would be very useful to obtain the correct expression for (n,α) cross section. Several formulae have been suggested to calculate average (n,γ), (n,p) and (n,α) cross sections for neutron energy up to several MeV [4]. For average (n,γ) cross section detailed consideration was perfected by Lane and Lynn [5]. However, for specific calculation of average (n,α) cross section it must be taken into account statistical fluctuations of α-widths [6]. Main features of average (n,α) cross section have been obtained in refs. [7,8] In this paper we report on the attempt of more detail consideration for average (n,α) cross section based on the statistical model of nuclear reaction.

2. AVERAGE (n,α) CROSS SECTION

2.1 RESONANCE THEORY

For slow neutrons in the energy range ΔE_i , near resonance state i, averaged (n,α) cross section can be written as

$$\langle \sigma_{n,\alpha}^i(J,l) \rangle = \frac{\int \sigma_{n,\alpha}^i(J,l,E) \Phi(E) \cdot dE}{\int \Phi(E) \cdot dE} \quad (1)$$

where J is the compound nucleus total angular momentum, l is the angular