

HIZLI NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ YARDIMI İLE FOSFAT KAYALARINDA FLUOR TAYINI

S. DİNÇER* - H. ÖZYOL** - E. BARUTÇUGİL*** - H. SEVİMLİ****

Ozet

Bu çalışmada hızlı nötron aktivasyon analizi ile fosfat kayalarında flor tayin edilmiştir. Analiz, $^{19}\text{F}(n,p)^{18}\text{O}$ reaksiyonundan yararlanarak yapılmış ve gamma spektrumlarının alınmasında, ayırma gücü yüksek Ge-Li sayaçlı gamma spektrometresi kullanılmıştır. ^{18}O 'un yarı ömrünün kısa olması (27 sn) nedeni ile numuneler, nötron jeneratörü ve spektrometre arasında hızlı çalışan hava basınçlı pnömatik sistem yardımı ile taşınmıştır.

Abstract

In this work, elemental fluorine has been determined in the phosphate rocks by means of fast neutron activation analysis. The method based on the reaction $^{19}\text{F}(n,p)^{18}\text{O}$. In order to get the gamma spectrum of activated samples, high resolution gamma spectrometer with the Ge-Li detector was used. Samples has been transferred between the neutron field and detectors by the pneumatic transfer system.

(•) Dr. Fizik Y. Müh. Nükleer Araştırma Merkezi, Ankara.

(*) Fizik Y. Müh. Nükleer Araştırma Merkezi, Ankara.

(***) Fizik Y. Müh. Nükleer Araştırma Merkezi, Ankara.

(****) Fizik Y. Müh. Nükleer Araştırma Merkezi, Ankara.

1. Giriş

Fosforik asit, süper fosfat, fosfor ve fosfor bileşiklerinin hammaddesini teşkil eden fosfat kayaları $\text{Ca}_{10}\text{F}_2(\text{PO}_4)_6$ fluor ihtiva etmektedir. Mineralin fabrikasyonunda, hidroflorik asit halinde açığa çıkan fluor, kontrol altına alınıp kendisinden yan ürün olarak yararlanılmadığı takdirde, önemli bir problem haline gelmektedir. Çünkü, hidroklorik asit cam, porselen ve metalleri aşındıran korrosif aynı zamanda da zehir etkisi olan bir maddedir (1,2). Bu balomdan fosfat kayalarının içerisinde bulunan fluor miktarının, işletmede bir güçlük yaratmaması bakımından bir limitin altında bulunması istenmektedir.

Fluorun alışagelmış kimyasal metotlarla kantitatif analizi çok zaman almakta ve numune bünyesi analiz anında bozunuma uğramaktadır. Nötron aktivasyon analizi (NAA) ile fluor tayini ise kolay olmakla birlikte, kısa zamanda gerçekleşmekte ve numune bünyesi üzerinde de kimyasal bir işlem yapılmadığı için aynı numune defalarca analiz edilebilmektedir. Nötron aktivasyon analizinin mahiyeti ve diğer metotlar arasındaki yeri (3) de verilmiştir.

Nötron aktivasyon analizi ile fluor tayinine yarayan reaksiyonlar Tablo 1'de gösterilmiştir.

Tablo 1 — Fluorun Nötron Reaksiyonları (4)

Reaksiyon	14 MeV nötronlar	Ürün radyoizotopun	
	İçin tesir kesiti (mb)	Yarı ömrü	Gamma en. (MeV)
$\text{F}^{19}(\text{n},\gamma)\text{F}^{20}$	9.8±0.7 (Termik)	11.2 sn	1.63
$\text{F}^{19}(\text{n},2\text{n})\text{F}^{18}$	47±4	109.7 dak	0.51
$\text{F}^{19}(\text{n},\text{p})\text{O}^{19}$	20±2	27 sn	0.2;1.37
$\text{F}^{19}(\text{n},\alpha)\text{N}^{16}$	15±5	7.1 sn	5-7 arası

Analiz için ele alınan numuneler toprak numunesi olduğu için içerisinde fluordan başka çok sayıda çeşitli elementler vardır. Bu elementlerin fluor üzerindeki Spektrum girişimlerini mümkün olduğu kadar azaltmak bakımından, yukardaki reaksiyonlar arasından $\text{F}^{19}(\text{n},\text{p})\text{O}^{19}$ reaksiyonu analiz için uygun gö-

rülmüştür. Bu reaksiyonda ortaya çıkan ^{18}O 'un yarı ömrünün kısa olması, süratli çalışan bir pnömatik transfer sistemi gerektirmiştir. Diğer taraftan spektrum anaJizinin 0.2 MeV'lik fotopike dayanması, düşük enerji bölgesindeki bu gammanın ayrılabilmesi için ayırma gücü fazla olan Ge-Li sayacı kullanma zorunluğunu doğurmuştur.

Numuneler öğütülmüş olarak M.T.A. Enstitüsü'nden temin edilmiş ve standart olarak da NaF kullanılmıştır.

2. Ölçülerin Alınması ve Değerlendirme

a. Denel Düzenek

Nötron aktivasyon analizi üe fluor tayininde kullanılan denel düzenek üç bölümden ibarettir. Bunlar nötron kaynağı, pnömatik transfer sistemi ve gamma spektrometresidir.

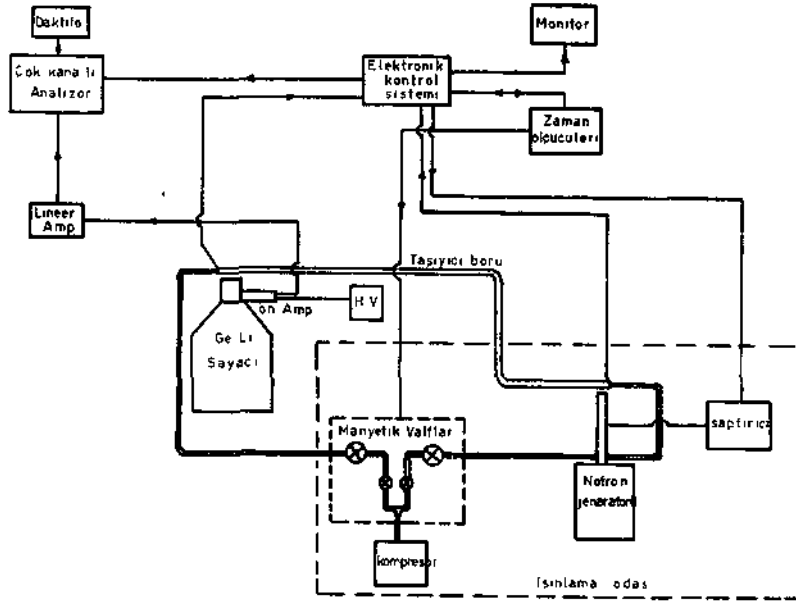
Nötron kaynağı olarak Cockcroft-Walton tipi nötron jeneratörü kullanılmıştır. Jenaratör $\text{H}^3(\text{d},\text{n})\text{He}^4$ reaksiyonu sonucu 14 MeV enerjili nötronlar oluşturmaktadır. Nötron akısı 10^{10} n.cm⁻².sn⁻¹ mertebesindedir.

Numunelerin ışınlanması için nötron jeneratörünün hedefi önüne gönderilmesi, belirli bir süre ışınlanmasından sonra saniyenin kesri içinde gamma spektrometresinin önüne getirilmesi için basınçlı hava ile çalışan pnömatik transfer sistemi kullanılmıştır (5). Şekü l'de denel düzenek görölmektedir.

Gamma spektrometresi Ge-Li sayacı, çok kanallı puls yüksekliği analizörü ve bağı elektronik ünitelerden ibarettir. Sayacın ayırma gücü (rezülasyon) 3 KeV ve toplam enerji pik verimi 3x3 inçlik Nal kristalli sayaca göre % 10'dur.

b. Spektrumların Alınması ve Değerlendirme

Deneyde standart olarak NaF kullanılmıştır. Toz halinde bulunan standart ve numuneler polietilen kapsüller içerisinde ışınlanıp spektrumları alınmıştır, önce standart üe birlikte numune olarak saf CaF² alınmış ve bundan fluor tayini yapılmıştır. CaF₂ içerisindeki fluorun teorik ve NAA üe bulunan de-



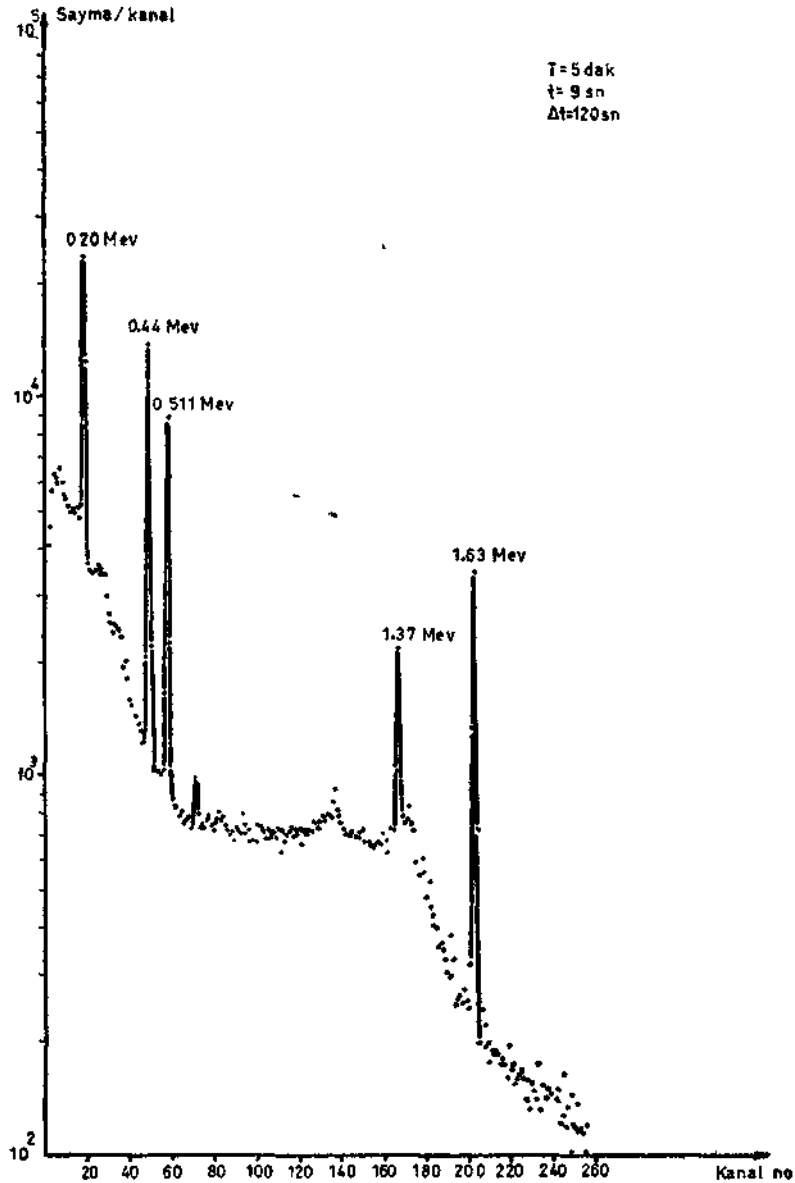
Şekil 1 Deney düzeneginin blok diyagramı

ğerleri arasında hata limitleri dahilinde bir uygunluk elde edildikten sonra numunelerin analizine geçilmiştir.

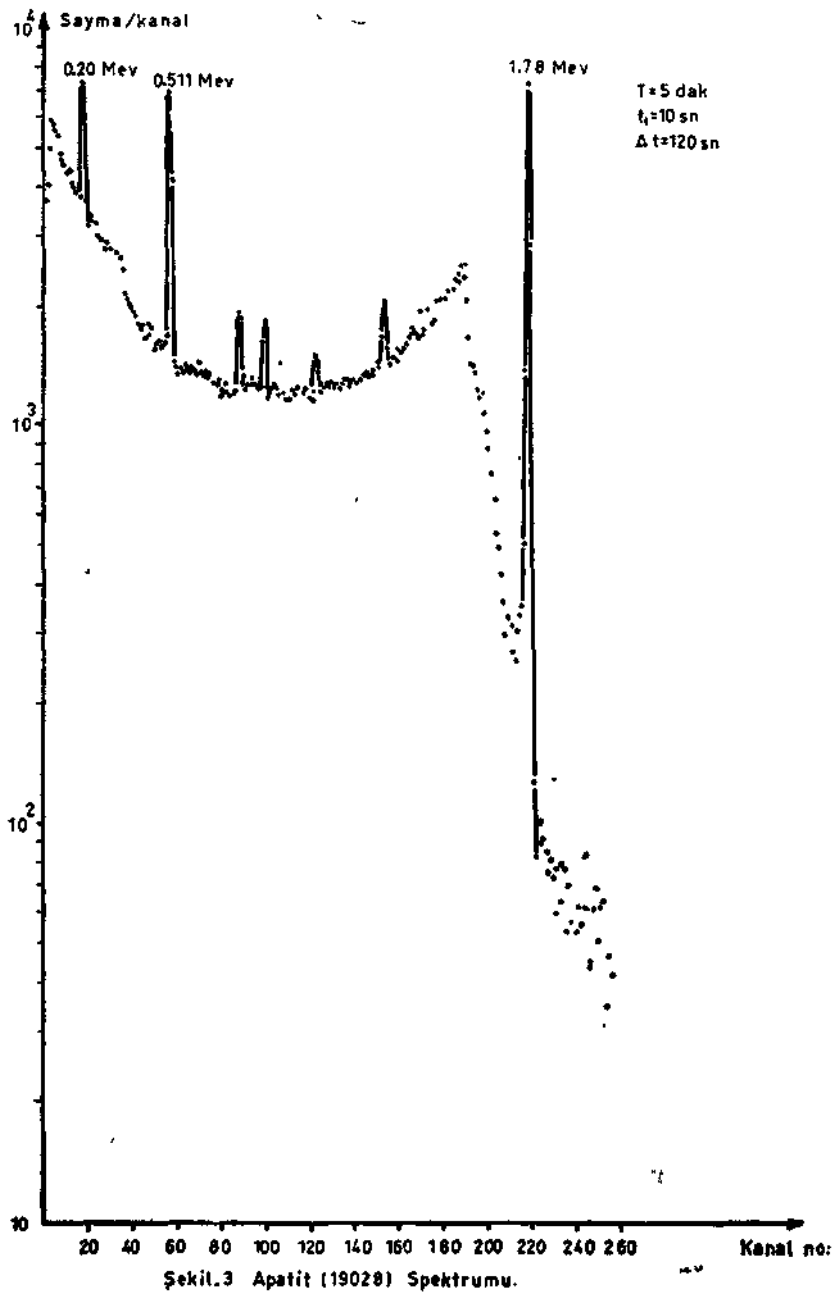
Standart NaF ün gamma ışını spektrumu Şekil 2'de ve apatit numunelerinden birine ait spektrum da Şekil 3'de görülmektedir. Spektrumlardaki O^{19} a ait 5.2 MeV'lük toplam enerji pikinin ölü zaman, tabii fon düzeltmeleri yapıldıktan sonra alan değerleri Covell metodu ile hesaplanmıştır. Toplam enerji pik alanları, numune ve standartdaki fluor miktarları ile orantılı olduğu için, bunların aşağıdaki denkleme uygulanması ile numunelerdeki fluor miktarları bulunmuştur.

$$m = m_s \cdot S/S_s \cdot e^{-\lambda t_1} / e^{-\lambda t_{1s}} \cdot \Phi_s / \Phi$$

Burada m_s , standartdaki fluor miktarı, λ , O^{19} un parçalanma sabiti, t_1 ler numunelerin ve standartın soğuma zamanları ve Φ ler de ışınlamalar esnasındaki nötron akışım karakterize eden monitör değerleridir.



Şekil.2 NaF Spektrumu



Değerlendirmeler sonucu numunelerde bulunan fluor miktarları gram cinsinden ve yüzde olarak Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo Z — NAA tie Apatit Numunelerinde Bulunan
Fluor Miktarı

Numune		Fluor miktarı (gr.)	Fluor Yüzdesi %
No.	Kütlesi (gr.)		
17908	3.6254	0.4764+0.0101	13.14+0.28
19028	3.0520	0.1203+0.0063	3.94+0.20
CaF ₂	4.1649	2.0306+0.0411	48.75+0.98

Numunelerin her biri en az altı defa analize tabi tutulmuştur. Sonuçlar üzerindeki verilen hata miktarları ortalama değerler üzerindeki hatalardır.

Referanslar

- (1) R. Norris Shreve. "Chemical Process Industries" (1967).
- (2) N. Irvin Sax "Dangerous Properties of Industrial Materials" (1957).
- (3) S. Dinçer - E. Barutçugil "Türkiye Madencilik Bilimsel ve Teknik m Kongresi" Sahife 675, (1973).
- (4) "Handbook on Nuclear Activation Cross-Sections" I.A.E.A. Technical Report Series No. 156, (1974).
- (5) S. Dinçer - H. özyol - H. Sevimli - E. Barutçugil" Turkish Atomic Energy Commission Ankara Nuclear Research Center Technical Journal", Vol. 1, No. 3, (1974).

