

- [8] W. Helbing, S. Niese, D. Birnstein, Ein Untergrundlabor für Messungen geringer Radioaktivität. 3. Tagung Nukl. Analysenverfahren, Dresden 1983. Proceedings ZfK-524 (1984)
- [9] G. Just, W. Kramer, G. Loos, Zur Anwendung der NAA bei der Untersuchung basaltischer Gesteine ozeanischer und kontinentaler Herkunft. 3. Tagung Nukl. Analysenverfahren, Dresden 1983, Proceedings ZfK-524 (1984)
- [10] A. J. Irving, R. C. Price, Geochim. Cosmochim. Acta 45 (1981) 1997
- [11] B. Villemant, H. Jaffrezic, J.-L. Joron, M. Treuil, Geochim. Cosmochim. Acta 45 (1981) 1997
- [12] E. Schroll, Analytische Geochemie in zwei Bänden, Grundlagen und Anwendungen Band II. Stuttgart: Ferdinand Enke Verlag 1976, S. 140 ff.

Isotopenpraxis 22 (1986) 5, S. 174 bis 179

„ITRA 084“ — ein prozessorgesteuerter Schnellanalysator für das Berg- und Hüttenwesen*)

V. Kliem, M. Kreher, N. Boy

(VEB Mansfeld-Kombinat „Wilhelm Pieck“, Forschungsinstitut für NE-Metalle, Freiberg)¹⁾

Es wird ein modernes nuklidangeregtes RFA-Schnellanalysegerät als Weiterentwicklung der bewährten ITRA-Gerätetechnik des Forschungsinstitutes für NE-Metalle Freiberg vorgestellt. Aufbauend auf bewährten Grundprinzipien der bisherigen Gerätetechnik (Isotopenanregung, Kantenfilterdifferenzverfahren, 4-Kanal-Modifikation) steht mit dem ITRA 084 ein on-line-mikroprozessorgesteuertes Analysegerät zur Elementgehaltsbestimmung in der NE-Metallurgie zur Verfügung. Der Einsatz eines Einplatinen-Mikrorechners auf der Basis U 880 gewährleistet neben der zentralen Gerätesteuerung die Abarbeitung anspruchsvoller Analysenprogramme zur Matrixkorrektur. Weiterhin werden durch den Einsatz einer digitalen Peakstabilisierung eine hohe Stabilität und Reproduzierbarkeit der Meßwerte gewährleistet. Als Detektoren kommen Szintillationssonden und Proportionalzählrohre zum Einsatz.

A new rapid analyzer from the series of approved ITRA devices as developed in the Research Institute of Non-Ferrous Metals Freiberg for single- and multielement analysis in non-ferrous metallurgy is described. ITRA-084 represents an efficient microprocessor-controlled on-line analyzer on the main principles utilized hitherto with success in device engineering (isotope excitation, four-channel modification, balance filter method). A monoboard microcomputer based on U880 provides the central control of the device, allowing extensive analytical programs for matrix correction to be executed. High stability and reproducibility of measured values are achieved by the use of digital peak stabilization. Scintillation probes and proportional counters are used for the detectors. The efficiency of the analyzer is demonstrated and discussed in the light of measured values.

Keywords

computer codes; electronic equipment; fluorescence spectroscopy; line widths; proportional counters; radiation detectors; scintillation counters; stability

1. Einleitung

Aufbauend auf den Erfahrungen, die bei der Erprobung und dem Einsatz einfacher Röntgenfluoreszenzanalysatoren mit Nuklidanregung gesammelt wurden [1–3], entstand im FNE Freiberg ein mikrorechnergesteuertes Gerätesystem zur diskontinuierlichen Elementanalyse für die NE-Metallurgie.

Dabei entsprechen die dem Gerätesystem zugrunde liegenden ökonomischen und technischen Parameter weitgehend den Anwenderforderungen nach einem modernen, transportablen und automatisierten Schnellanalysegerät, das sich durch hohe Meßgenauigkeit und Stabilität bei einem breiten Einsatzbereich auszeichnen soll.

Das Ziel der Geräteentwicklung bestand im wesentlichen darin, auf der Basis von ausschließlich DDR-spezifischen Baugruppen, Modulen und Elektronik ein leistungsfähiges und einheitliches Zentralgerät zu schaffen, an das ein modifizierbarer, der speziellen Meßaufgabe angepaßter Meß-

kopf mit Szintillationsdetektor bzw. Proportionalzählrohr angekoppelt werden kann.

Der während einer zweijährigen Bauzeit entstandene Analysator ist das Ergebnis einer Gemeinschaftsentwicklung von Verfahrenstechnikern, Elektronikern und Rechen-technikern des FNE.

2. Anforderungen und Kriterien für eine Weiterentwicklung der bewährten ITRA-Gerätetechnik

Im FNE Freiberg werden seit mehr als zehn Jahren einfache ITRA-Analysegeräte entwickelt und aufgebaut. Diese Geräte bewähren sich in den verschiedensten Bereichen der NE-Metallurgie sowohl im In- als auch im Ausland.

In Auswertung eines vorgenommenen Weltstandsvergleiches zu transportablen, energieselektiven RFA-Analysegeräten mit Radionuklidanregung war ein Analysator zu entwickeln, der sich von den bisherigen Gerätevarianten (robuster Geräteaufbau, einfache Bedienung, Vor-Ort-

*) Vortrag, gehalten auf dem 7. Kolloquium „Technische Anwendung radioaktiver Isotope im Berg- und Hüttenwesen“, 13. 3. – 14. 3. 1985 in Hetzdorf bei Freiberg

¹⁾ Anschrift: DDR-9200 Freiberg, Lessingstraße 41

Einsetzbarkeit) insbesondere durch folgende Parameter auszeichnen sollte:

1. Einsatz einer Mikrorechnersteuerung für die Automatisierung des Meßablaufes, die Rationalisierung des Bedienungsaufwandes und die Erweiterung des Einsatzbereiches für die Einzelelementbestimmung bei verbesserter rechnerischer Auswertung (Matrixkorrektur);
2. Erhöhung von Analysegenauigkeit und Zuverlässigkeit durch Verbesserung der Detektorstabilität mittels geeigneter Peak-Stabilisierungsverfahren;
3. Ankopplungsmöglichkeit von Proportionalzählrohrdetektoren zur Bestimmung von Elementen kleiner Ordnungszahlen (z. B. Si-Schnellbestimmung);
4. Anwendung des Analysators auch als kernphysikalisches Spektrometer für die Verfahrensentwicklung durch ‚Abkopplung‘ des Steuerrechners, damit entsteht ein peakstabilisierter Einkanalanalysator;
5. Anschlußmöglichkeit einer leistungsfähigen Peripherie für Service, Prozeßkontrolle und die Protokollierung Spektromerautomatik, x-y-Schreiber, VKA, externe Zähler, Thermodrucker u. a.);
6. Erhöhter Bedienungskomfort.

Nach der Auswahl geeigneter kernphysikalischer Baugruppen aus der DDR-Produktion konnte die Konzeption des Gesamtgerätes (Konstruktion, Gerätesteuerung, Interfaces, Meßwertaufnahme- und -verarbeitung usw.) erstellt werden.

3. Gerätekonzeption des Analysators ITRA 084

Der Prototyp des entwickelten RF-Analysators steht z. Z. für spezielle Verfahrensentwicklungen im FNE zur Verfügung. Im folgenden soll neben dem grundsätzlichen Aufbau der zugehörigen Gerätekomplexe (Zentralgerät, Meßkopf) und deren Zusammenspiel ein Überblick über die prinzipielle Wirkungsweise einzelner Gerätekomponenten gegeben werden.

3.1. Grundsätzliche Funktionen

Das vorgestellte Schnellanalysegerät ist ein mikrorechnergesteuerter, peakstabilisierter 1-Kanal-Analysator zur

diskontinuierlichen Elementanalyse von festen und pulverförmigen Proben. Abb. 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Analysators.

Die vom Meßkopf gelieferten Impulse werden nach ihrer Verstärkung dem Hauptanalysator (HA) sowie zwei weiteren Einkanalanalysatoren E1 und E2 zugeführt. Dabei lassen sich in Abhängigkeit von der Kompliziertheit des Analyseproblems dem HA seriell bis zu 4 Meßkanäle (Energiebereiche) elektronisch zuordnen. Diese können im Zusammenspiel mit der Filterwechseleinheit des Meßkopfes (Anwendung des Kantenfilter-Differenzverfahrens) sowohl auf die K_{α} -Strahlung des zu analysierenden Elementes oder einzubeziehender Begleitelemente als auch auf die Streustrahlung eingestellt werden. E1 und E2 sind auf die Flanken einer ^{241}Am -Referenzlinie gelegt, die von einem Stabilisierungspräparat LF (AdW Berlin-Buch) erzeugt wird. Sie bilden mit dem Regelblock eine digital arbeitende Peakstabilisierung, deren erzeugte Regelgröße auf die Sondenhochspannung so wirkt, daß sie auftretende Änderungen der SEV-Verstärkung kompensiert. Über den externen Eingabekanal des 20046 lassen sich über eine Analysatorvorwahl $n = 4$ Energiebereiche einstellen und gemäß Steuerprogramm seriell abrufen und kontrollieren. Über eine Interface-Karte ist eine Spektromerautomatik zur Peak-Suche und für spektrometrische Aufgaben anschließbar.

Der geräteinterne Rechner (Mikrorechnersystem MPS 4944 – ZfK Rossendorf) koordiniert die Gerätesteuerung mit dem Ablauf der auf EPROM abgelegten Meß- und Rechenprogramme sowie den gesamten Datenfluß. Über eine 17stellige Tastatur sind Programmanwahl, Datenein- und -ausgabe sowie weitere Interruptanweisungen möglich. Die Hardware der Gerätesteuerung (Leiterplattenformate $215 \text{ mm} \times 170 \text{ mm}$) wird meßkopfseitig ergänzt durch die schrittmotorgesteuerte Filterwechseleinrichtung (zum Einsatz kamen u. a. Schrittantriebe (NSA-GV 44 mit Schrittmotor SPG 10/16 vom Kombinat Elektromaschinenbau Dresden) und die Filterpositionierelektronik. Insgesamt wurden 15 Leiterkarten bzw. Einschübe (ein- und zweilagig) für das Gesamtgerät entwickelt.

Prinzipiell wird das in Abb. 2 gezeigte Zeitregime wirksam:

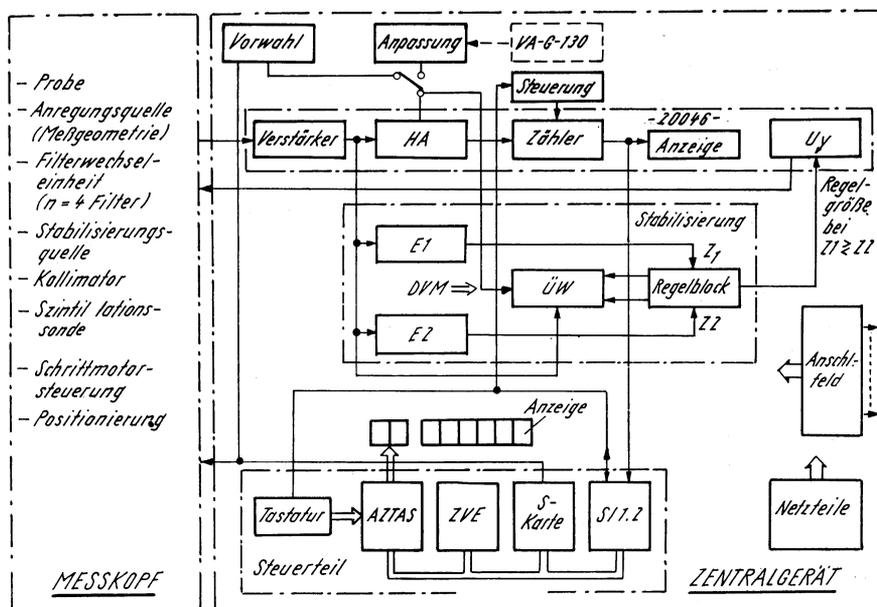


Abb. 1. Prinzipieller Aufbau des Analysators

Erfolgt sind die Ermittlung der kernphysikalischen Geräteparameter u. der Stabilis.kanäle, einschließlich Betriebsart des Start-Stop-Regimes

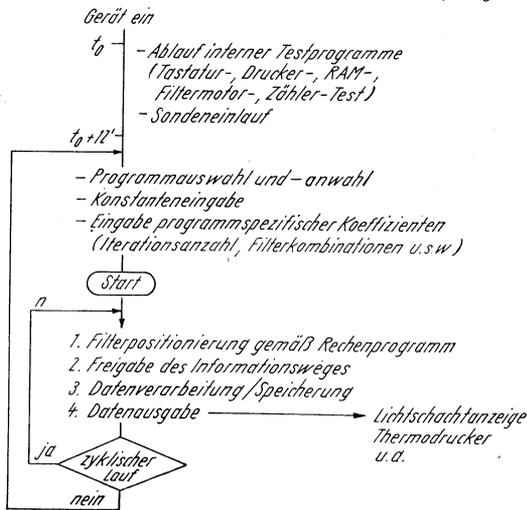


Abb. 2. Ablauf der Gerätesteuerung

3.2. Geräteaufbau

Abb. 3 zeigt den Aufbau des gesamten Meßplatzes mit Thermodrucker G 3287.500 (Interface SI 1.2), wobei der Schnellanalysator aus dem Zentralgerät und dem speziell angepaßten Meßkopf besteht.

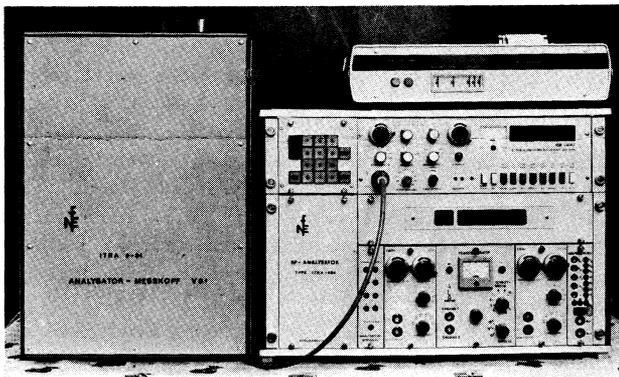


Abb. 3. Gesamtansicht: Meßplatz Schnellanalysator ITRA-084 mit Thermodrucker

3.2.1. Zentralgerät. Das Zentralgerät ist ein modifiziertes EGS-Gefäßsystem im Kastengehäuse A mit den Abmessungen 480 mm × 360 mm × 420 mm. Es besteht aus einem Baugruppenträger A und nimmt den Steuerrechner mit Steuerteil (5 LP) sowie die Baugruppen zur Peakstabilisierung (3 BG-Einschübe), die Analysatorvorwahl und den Überwachungsbereich auf, die über Verdrahtungsrahmen und entsprechende Steckverbinder fest verdrahtet sind. Ein Baugruppeneinsatz C 5 beinhaltet die Eingabetastatur, bestehend aus Tastenplatte und Tastendecoder. Der kernphysikalische Analysator 20046 (VEB Meßelektronik „Otto Schön“, Dresden) ist ohne sein Plattengehäuse fest auf dem Baugruppenträger A montiert. Eine EGS-Aufnahme 1.1 wurde schwenkbar am Baugruppenträger A angeordnet und nimmt im wesentlichen die Stromversorgungsmodule auf.

Auf Funktion und Besonderheiten des Hauptanalysators sei hier nicht näher eingegangen, es wird auf [4] verwiesen.

Konstruktiv in das Zentralgerät eingepaßt wurden — wie aus Abb. 3 ersichtlich — 5 EGS-BG-Einschübe, von denen die mittleren 3 funktionell eine digitale Peakstabilisierung realisieren.

Zum Einsatz kamen die kommerziellen Einkanalanalysatoren B 20 120 (VEB Meßelektronik „Otto Schön“, Dresden [5]) sowie die Hardwarelösung eines vom Zentralinstitut für Isotopen- und Strahlenforschung der AdW der DDR entwickelten und patentierten Verfahrens zur digitalen Impulshöhenstabilisierung [6]. Auf diese Problematik im Zusammenhang mit Fragen der Stabilität kommerzieller Strahlungsdetektoren soll nachfolgend eingegangen werden.

3.2.2. Übertragungsverhalten von Meßkopfdetektoren.

Voraussetzung für eine hohe Analysengenauigkeit und die Erfassung reproduzierbarer Meßergebnisse bei Szintillations- bzw. Proportionalzählrohrdetektoren ist die Konstanz ihrer Systemparameter. Sie werden bei Durchfluß- Proportionalzählrohren in erster Linie durch das Verhalten der Gasverstärkung bei sich ändernden Umgebungsbedingungen und Dichteschwankungen beschrieben, bei Szintillationsdetektoren durch elektrische und Emissionsparameter (Verstärkung, Photoemission, Dunkelstromverhalten, Belastungsabhängigkeit usw.). Meßergebnisse, die im FNE Freiberg zum Stabilitäts- und Langzeitverhalten insbesondere von kommerziellen Szintillationsmeßsonden VA-S-968.1 (27001) des VEB Meßelektronik „Otto Schön“, Dresden gewonnen wurden, lassen den Einsatz dieser Sonden für energieselektive Messungen im nichtstabilisierten Betrieb als wenig sinnvoll erscheinen. Es wurden zwangsläufig Berechnungen angestellt, die statischen Arbeitspunkte der Sonden-SEV durch Neudimensionierung zu stabilisieren (Vergrößerung der Querströme im Dynodennetzwerk, Optimierung der Speicherkondensatoren für Wechsellichtbetrieb, Berechnung des Dynodenspannungsteilers für optimalen Signal-Dunkelstromabstand usw.). Die ermittelten Meßergebnisse brachten unwesentliche Verbesserungen bezüglich Verstärkungsdriften und Impulsdichteabhängigkeit der mit $V_{SEV} \approx 0,5 \cdot 10^6$ bis $5 \cdot 10^6$ extrem hochverstärkenden, physikalisch nicht gegengekoppelten Photoverstärker [3].

3.2.2.1. Untersuchungsergebnisse von SEV mit Box- und Jalousiedynodensystemen. Neben experimentellen Untersuchungen zum Gesamtverhalten der SEV o.g. Sonden S 12 FS 52 A (WF Berlin) wurden weiterführend zu dieser Problematik die charakteristischen Eigenschaften weiterer für Kernspektrometrie geeigneter Fotovervielfacher meßtechnisch untersucht. Es wurden insbesondere

- das spektrometrische Auflösungsvermögen
- das irreversible Verhalten
- die Impulsdichteabhängigkeit und
- das Temperaturverhalten

der Typen 6097 (E. M. I./Boxdynodensystem); M 11 FVC 520 (WF Berlin/Jalousiedynodensystem) und M 11 FVC 521 (WF Berlin/Jalousiedynodensystem) analysiert, wobei insbesondere das Verhalten der neuen DDR-Jalousiedynodensysteme mit angekündigten wesentlich verbesserten Stabilitätsparametern von Interesse war.

Für Einzelergebnisse wird auf [3] verwiesen. Zusammenfassend muß gesagt werden, daß sich neben einem günstigeren Einlaufverhalten und geringerer Impulsdichteabhängigkeit das Langzeit- und Temperaturverhalten dieser neuen SEV nicht signifikant besser als das ihrer Vorgängertypen darstellt. Nachteilig ist das verschlechterte kernspektrometrische Auflösungsvermögen der M 11 FVC 520/521 (ca. 12–13%, bezogen auf die 661-keV-Linie einer ^{137}Cs -Strahlung) bei einem erheblichen Mehrpreis.

Eine prinzipielle Verbesserung des Stabilitätsverhaltens und damit der Qualität der Kernspektrometrie wird nur

durch eine dynamische Verstärkungsstabilisierung erreicht, wobei z. B. die SEV-Verstärkung als Regelgröße wirksam wird.

3.2.2.2. Auswahl geeigneter Stabilisierungsvarianten.
 Peakstabilisierte Analysegeräte sind Stand der Technik. Für den Einsatz im Schnellanalysator ITRA-084 bieten sich analoge und digitale Stabilisierungsvarianten an, wobei für den konkreten Einsatz auf vorhandene Entwicklungsergebnisse zurückgegriffen werden sollte. Der Nachteil der bekannten analogen Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß bei exakter Sollage des Referenzpeaks und fehlender Störgröße durch die statistikbehafteten Zählraten der Stabilisierungskanäle eine Steuerspannung $U_{st} = Imp(t)_{OL} - Imp(t)_{UL} \neq 0(1)$ gebildet wird, die den Eichpeak verschiebt. Es kommt zu einer statistikabhängigen Schwankung der Referenzlinie um die Sollage und somit zu einer ungewollten Linienverbreiterung als verfahrensabhängige Störgröße. Durch Vergrößerung der Regelzeitkonstanten in Richtung größerer Stabilität des Regelkreises besteht die Möglichkeit, o. g. Regelstatistik in bestimmtem Maße auszublenden, damit sinkt natürlich auch die Regelgeschwindigkeit des Gesamtsystems [7].

Eine elegante digitale Stabilisierungsvariante mit weitgehender Reduzierung der verfahrensbedingten Linienverbreiterung ist in [6] vorgestellt und hinreichend beschrieben. Sie eignet sich insbesondere für niedrige Intensitäten der Referenzlinie, also z. B. für deren Einsatz bei Proportionalzählrohrdetektoren.

3.2.2.3. Peakstabilisiertes ITRA-084 und Meßergebnisse.
 Auf spezielle elektronische Probleme und Lösungen soll im Rahmen dieses Aufsatzes nicht näher eingegangen werden. Neben Untersuchungen zur optimalen Schrittweite und Schrittgrößenvorwahl wurden insbesondere Messungen zum

Langzeit-, Temperatur- und Fangverhalten des Stabilisators durchgeführt [8].

Abb. 4 zeigt das Gesamtspektrum mit einem charakteristischen Arsen-Röntgenfluoreszenzpeak, auf den der HA breitbandig eingestellt wurde, sowie die Lage des Referenzpeaks mit den Kanalgrenzen für die Einkanalanalysatoren.

Abb. 5 verdeutlicht die Langzeitkonstanz der peakstabilisierten Sonde über eine Meßzeit von $t = 26$ h und Abb. 6 das Temperatur-, Fang- und Speicherverhalten mit der angewandten Stabilisierungsvariante und damit auch das Leistungsvermögen des Analysators.

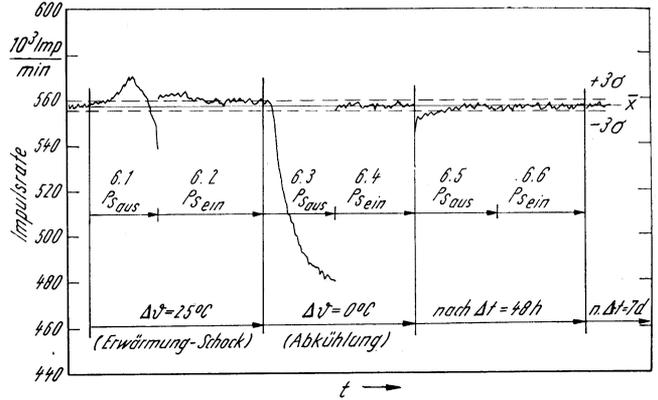


Abb. 6. Stabilität von freilaufender und stabilisierter Sonde

3.3. Steuerrechner und Gerätesteuerung

Die Steuerkassette des Analysators, die bei Maximalbestückung noch einen freien Steckplatz aufweist, nimmt neben der Prozessorkarte PK 88 des μR -Systems MPS 4944 (ZfK Rossendorf) die Karten der Gerätesteuerung und bei Bedarf eine kommerzielle BUS-Anzeige auf. Die Leiterplatten sind über die Rechnerbus-Rückverdrahtung miteinander und über flexibles Leiterband bzw. Koaxialkabel mit den entsprechenden Gerätebaugruppen verbunden.

Die Prozessorkarte (Abb. 7) auf der Basis des 8 bit- $\mu P U$ 880 beinhaltet neben einem 1-kByte-RAM ($8 \times U 202$) einen 3 kByte programmierbaren Festwertspeicher ($3 \times 2708 \cong K 573$ PF 1-EPROM), der das Steuerprogramm aufnimmt. Es sind Besonderheiten gegenüber anderen U-880-Rechnersystemen z. B. K 1520 durch ein spezielles BUS-System zu beachten. Einzelheiten sind [9] zu entnehmen.

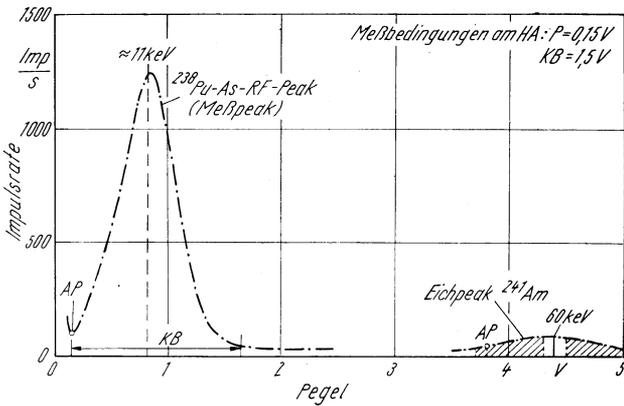


Abb. 4. Spektrum mit AS-Pulverprobe

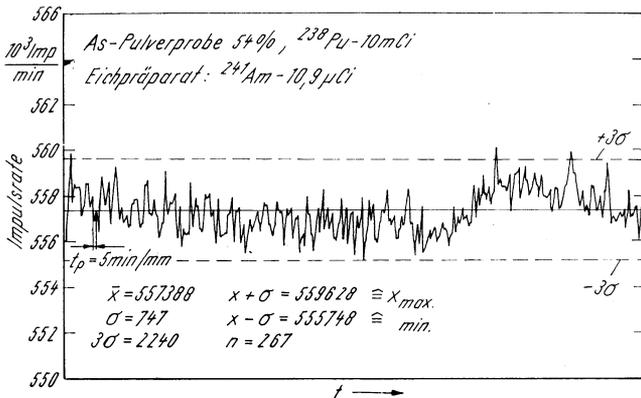


Abb. 5. Langzeitstabilität der peakstabilisierten Sonde

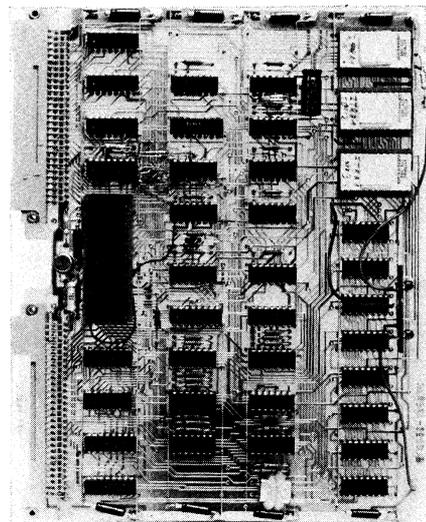


Abb. 7. Prozessorkarte

Die über die Eingabetastatur eingegebenen Daten, z. B. Programmauswahl, Meßregime, Koeffizienten, Iterationszyklus u. a., werden über eine Anzeige- und Tastaturanschlußsteuerung dem Prozessor übergeben und über eine 8stellige Lichtschachtanzeige angezeigt (Multiplexbetrieb). Die Meßdatenein- und -ausgabe einschließlich Bereitstellung und Übermittlung der Befehls- und Meldesignale nach SI 1.2 gültigen Schnittstellenparametern wird über eine SI 1.2-Interfacekarte (digit. Ein- und Ausgabesteuerung) gesteuert.

Analysatorvorwahl- und Meßkopfsteuersignale werden über eine Steuerkarte zur Verfügung gestellt.

Das im EPROM abgelegte Geräteprogramm wurde in Assemblersprache SYPS K 1520 geschrieben und am Kleinrechner KRS 4200 zum lauffähigen Maschinenprogramm assembliert. Die Software wurde über eine MPS 4944 Entwicklungssystem mit 8-kByte-RAM, Tastatur und Monitor getestet (Programmein- und -ausgabemedium: Lochband). Dieses μ P-Entwicklungssystem wird zukünftig für Fehlersuche und Geräteservice benötigt.

3.4. Realisierbare Rechenprogramme

Neben den Meßprogrammen (Einfach- und Doppelmessung) für den Einsatz des Analysators ITRA-084 als Spektrometermeßplatz kommen als Ergebnis der Verfahrensentwicklung zur Elementanalyse spezielle Rechenprogramme zur Anwendung. Diese Rechenansätze zur Gehaltsbestimmung sind von konkreten Anregungs- und Probenbedingungen abhängig. Sie gestatten neben einer Eliminierung der Matrixeinflüsse durch geeignete Einzelprogramme bzw. deren Kombinationen auch eine Mehrelementbestimmung.

Abb. 8 zeigt den im ITRA-Prototyp abrufbaren Programmkomplex, wobei einzelne Programmteile bei neuen Geräten — sprich Verfahren — ausgetauscht werden können. Dabei entsprechen die in 2.1.—2.8. bestimmten y -Werte dem Elementgehalt in %; als Gleichungskomponenten treten Zählraten bei definierten Energiebereichen und konkreten Filterpositionen sowie Konstanten auf.

1. Meßprogramme:

1.1 Messen einmalig

1.2 Messen mehrmalig (Mittelwertbildung)

2. Rechenprogramme:

$$2.1 Y = D_1 * A_1 + A_2 \quad \curvearrow \quad D_1 = 1/11 - 1/12$$

$$2.2 Y = D_2 * A_1 + A_2 \quad \curvearrow \quad D_2 = 1/23 - 1/24$$

$$2.3 Y_1 = D_1 * A_1 + A_2 \quad \curvearrow \quad D_1 = 1/11 - 1/12$$

$$Y_2 = D_2 * A_3 + A_4 \quad \curvearrow \quad D_2 = 1/23 - 1/24$$

$$2.4 Y_1 = (1/11 - 1/12) * A_1 + A_2$$

$$Y_2 = (1/23 - 1/24) * A_3 + D_1 * A_4 + A_5 \quad \curvearrow \quad D_1 \text{ aus Progr. 2.1 od. 2.3}$$

$$2.5 Y = \frac{1/11 - 1/12}{1/21 * A_1} + A_2$$

$$2.6 Y = (1/11 - 1/12) * A_1 + 1/13 * A_2 + A_3$$

$$2.7 Y = (1/11 - 1/12) * (1/11 - 1/12) * A_1 + A_2$$

$$2.8 Y = (1/11 - 1/12) * (1/23 - 1/24) * A_1 + A_2$$

$A_k = \text{Konstanten}$

$1_{j,k} = \text{Impulsrate (bei Kanal } j, \text{ bei Filter } k)$

Abb. 8. Realisierte Rechenprogramme des Prototyps

3.5. Meßkopf

Der Szintillationsmeßkopf mit Probenaufnahme besteht konstruktiv aus einem verkleideten Stahlskelett und wird über jeweils 1 Informations- und Steuerkabel an das Zentralgerät angeschlossen. Abb. 9 zeigt dessen inneren Aufbau, der aus Probenaufnahme, ^{238}Pu -Anregungsquelle in Zentralgeometrie, drehbarer Filterscheibe, der Szintillationssonde mit NaI(Tl) -Kristall und ^{241}Am -Stabilisierungs-

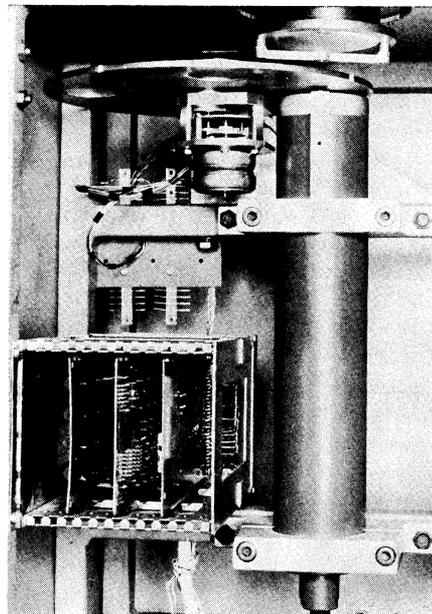


Abb. 9. Innerer Aufbau des Szintillationsmeßkopfes

präparat LF ($\approx 400 \text{ kBq}$) sowie der Meßkopfelektronik besteht. Der Filtereinlauf der $n = 4$ Kantenfilter wird in Abhängigkeit der angesprochenen Rechenprogramme über eine Schrittmotorsteuerung NSA-GV 44 und die Filterpositionierelektronik gewährleistet. Die Ankopplung von Proportionalzählrohren an den Schnellanalysator kann über einen der PZR-Sonde zwischengeschalteten Verstärker realisiert werden, der außer der notwendigen Signalverstärkung eine zusätzliche Zeitkonstantenformung (Integration und Differentiation) zur Erzielung eines optimalen Signal-Rausch-Abstandes beinhalten muß.

3.6. Ergänzungen

Die Stromversorgungsetage des Schnellanalysators nimmt sowohl längsgerichtete Stromversorgungsmodule (VEB Statron Fürstenwalde) als auch ein hochstabiles Doppelnetzteil (ZWG der Akademie der Wissenschaften) zur Versorgung der Einkanalanalysatoren auf und ist als Schwenkrahmen ausgeführt.

Die Verdrahtung ist in Löt- und Wickelverbindungstechnik (MPS-BUS) ausgeführt. Zur Vermeidung von Fehleingaben und unsachgemäßen Manipulationen am Gerät werden die zur Gerätebedienung nicht benötigten Einstellelemente durch eine großformatige Piacrilscheibe abgedeckt.

3.7. Ausblick

Der große Bedarf an Schnellanalysegeräten des vorgestellten Typs im eigenen Kombinat bzw. im Industriezweig ist bekannt. Dafür sprechen die diesbezüglichen Geräteforderungen. Da das FNE als Forschungseinrichtung des Mansfeld-Kombinates nicht die Kraft aufbringen kann, diesen Bedarf zu decken, laufen seit einiger Zeit die Abstimmungen und technisch-technologischen Vorarbeiten zur Überleitung des ITRA-Gerätebaues an den Automatisierungsbetrieb Eisleben.

Eingegangen am 2. 5. 1985

Literatur

[1] E. Lehmann, G. Krüger, Isotopenpraxis 15 (1979) 179
 [2] G. Krüger, W. Böhme, M. Thomae, G. Loos, Isotopenpraxis 19 (1983) 198
 [3] V. Kliem, „Ergebnisse der Stabilitätsuntersuchungen am RF-Analysegerät ‚Mehrkanal-ITRA‘“. Laborbericht 10-82 FLIT vom 19. 10. 1982

- [4] „Strahlungsmeßgerät 20046“. Techn. Unterlagen und Beschreibung; VEB Meßelektronik „Otto Schön“, Dresden, Ausgabe 1981
- [5] Baugruppen des Einschubsystems AS 75, Analysator B 20120. Techn. Unterlagen und Beschreibung; VEB Meßelektronik „Otto Schön“, Dresden, Ausgabe 1975
- [6] W. Riedel, E. Dahn, M. Braune, Isotopenpraxis **13** (1977) 135
- [7] V. Kliem, Erprobungsbericht zum Röntgenfluoreszenzspektrometer PAZ-P der SDAG-Wismut. Laborbericht 2-83 FLIT vom 15. 2. 1983
- [8] V. Kliem, Erprobungsbericht zum digitalen Peakstabilisator des Zfi Leipzig im Hinblick auf den Einsatz im RFA-Analysator „MehrkanaI-ITRA“. Laborbericht 11-83 FLIT vom 1. 11. 1983
- [9] Das modulare Mikrorechnersystem MPS 4944, Beschreibung; AdW der DDR, Zentralinstitut für Kernforschung Rossendorf. DB Technik, HA Entwicklung und Konstruktion

Isotopenpraxis **22** (1986) 5, S. 179 bis 181

Herstellung eines ^{102}Rh -Tracers

B. Gorski, W. Heinig

(Zentralinstitut für Isotopen- und Strahlenforschung der AdW der DDR)¹⁾

Die in Kernreaktoren als Meßfühler eingesetzten Elektronenemissionsdetektoren enthalten als Emittiermaterial Rhodium. Es ist möglich, aus den verbrauchten Detektoren durch Aufschluß des Emitters ^{102}Rh -markierte Lösungen zu erhalten. Die Herstellung und Reinigung der Lösungen wird beschrieben.

Electronic emission detectors used in reactors for the control of the neutron flux density contain rhodium emitter material. By chemical pulping of the emitter it is possible to get ^{102}Rh labelled solutions of the spent detectors. The preparation and purification of the solutions are described.

Keywords

gamma spectroscopy; in core instruments; purification; rhodium 102; rhodium compounds

1. Einleitung

Für die radioaktive Markierung von Rhodiumverbindungen sind die Nuklide ^{100}Rh ($T_{1/2} = 20,8$ h), $^{102\text{m}},^{102}\text{Rh}$ ($T_{1/2} = 206$ d, 2,9 a) und ^{105}Rh ($T_{1/2} = 35,5$ h) geeignet. Diese sind keine Reaktorisootope und befinden sich nicht im Lieferangebot von Isocommerz.

^{100}Rh bzw. ^{105}Rh können durch Zyklotronbestrahlung von Zirkonium mit ^{12}C bzw. durch Neutronenaktivierung des Rutheniums gewonnen werden [1, 2]. Die Herstellung dieser Nuklide ist apparativ relativ aufwendig, erfordert umfangreiche chemische Trennoperationen, und aufgrund ihrer kurzen Halbwertszeiten sind ^{100}Rh und ^{105}Rh zur Untersuchung der durch außerordentlich langsame Kinetik gekennzeichneten Chemie des Rhodiums nur bedingt geeignet.

$^{102}\text{Rh}/^{102\text{m}}\text{Rh}$ kann im Zyklotron durch $^{102}\text{Ru}(p, n)^{102}\text{Rh}$ gewonnen werden, zum anderen entsteht es bei der Bestrahlung von Rhodium mit schnellen Neutronen bzw. durch (γ, n) -Reaktionen nach $^{103}\text{Rh}(n, 2n)^{102}\text{Rh}$ bzw. $^{103}\text{Rh}(\gamma, n)^{102}\text{Rh}$. ^{102}Rh ist sowohl durch seine günstige Halb-

wertszeit als auch aufgrund seiner emittierten γ -Strahlung gut für die Rhodiummarkierung geeignet [3].

Für die ^{102}Rh -Gewinnung können die in Kernreaktoren zur Überwachung der Neutronenflußdichte als Meßfühler eingesetzten Elektronenemissionsdetektoren genutzt werden. Als Emittiermaterial wird in diesen Detektorsystemen u. a. auch Rhodium verwendet [4, 5]. Nach Beendigung der Einsatzzeit des Detektors liegt der Emittier als ein Material vor, das $^{102\text{m}},^{102}\text{Rh}$ enthält, die beide durch γ -Spektrometrie gut nachweisbar sind. Neben Rh enthält der Emittier in geringen Mengen ^{192}Ir und die stabilen Isotope ^{102}Pd , ^{102}Ru und ^{104}Pd .

Der Emittier besteht aus einem Rhodiumdraht von 200 mm Länge und 0,8 mm Durchmesser mit einem Gewicht von 1,275 g [5].

2. Charakterisierung der Emittierprobe durch γ -Spektrometrie

Das γ -Spektrum einer Emittierprobe ist in Abb. 1 dargestellt. Die Messungen erfolgten mit einem koaxialen Ge(Li)-Detektor (30 cm³ Aktivvolumen) vom Institut für

¹⁾ Anschrift: DDR-7050 Leipzig, Permoserstr. 15

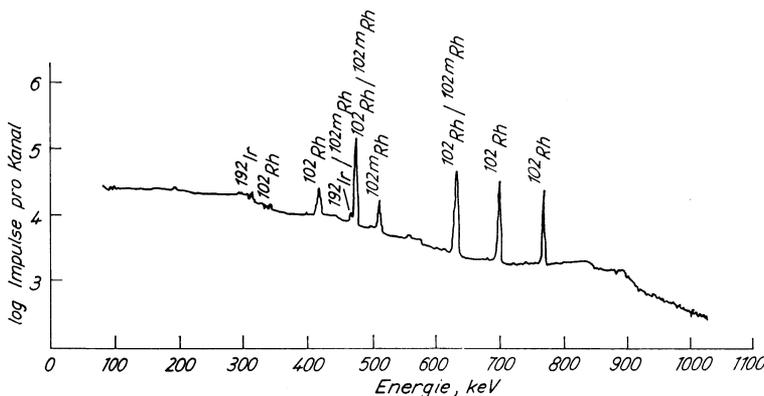


Abb. 1. γ -Spektrum des Rhodiumdrahtes nach dem Auflösen in HBr/Br_2