

Bronisław MACHAJ, Piotr URBANSKI, Ewa KOWALSKA

Instytut Chemii i Techniki Jądrowej, ul.Dorodna 16, 03-195 Warszawa

IZOTOPOWE MIERNIKI WIELKOŚCI FIZYCZNYCH W ZASTOSOWANIACH PRZEMYSŁOWYCH

Streszczenie. W referacie przedstawiono opracowane w ICHTJ i produkowane w krótkich seriach izotopowe mierniki do pomiaru:

- * grubości powłok ochronnych,
- * składu substancji,
- * stężenia kwasów,
- * zapylenia powietrza.

Miernik grubości powłok ochronnych wykorzystujący zjawisko rozpraszania beta, umożliwia pomiar różnych powłok, takich jak: Au, Ag, Cd, Cr, Ni, Sn na różnych podłożach, takich jak: Fe, Ni, Cu, laminat, z dokładnością względną $< \pm 10\%$. Miernik grubości powłok wykorzystujący zjawisko fluorescencji rentgenowskiej pozwala na pomiar grubości powłok stopowych Pb-Sn na podłożu z miedzi, oraz na pomiar grubości powłok rutenu na tytanie.

Fluorescencyjny miernik składu substancji pozwala na pomiar zawartości popiołu w węglu kamiennym z dokładnością $\pm 2\%$, zaś w węglu brunatnym z dokładnością $\pm 3\%$ zawartości popiołu. Mierniki te pozwalają ponadto na pomiar zawartości Sn, oraz Sr w próbkach geologicznych. Miernik działający na zasadzie osłabiania niskoenergetycznego promieniowania gamma pozwala na pomiar zawartości baru w rudach barytowych w zakresie 60% - 100% $BaSO_4$ z dokładnością $\pm 1\%$ $BaSO_4$.

Neutronowy miernik stężenia kwasów zapewnia pomiar stężenia H_2SO_4 w zakresie 95%-100% H_2SO_4 z dokładnością $\pm 0.2\%$ H_2SO_4 , oraz HF w zakresie 65%-75% HF z dokładnością $\pm 0.6\%$ HF. Pomiar odbywa się w sposób ciągły.

Miernik zapylenia powietrza wykorzystujący zjawisko osłabiania promieniowania beta pozwala na pomiar zawartości pyłu w powietrzu w zakresie 0.005 mg/m^3 - 4 mg/m^3 . Czas zasysania zapyłonego powietrza jest programowany w czasie od 0,25-24 godz. zależnie od stopnia zapylenia powietrza.

1. WPROWADZENIE

Śród różnych urządzeń techniki jądrowej, radioizotopowe przyrządy pomiarowe spełniają bardzo istotną rolę, są bowiem wykorzystywane jako czujniki w układach automatyki lub w układach pomiarowych. Stosunkowo szerokie wykorzystanie tych urządzeń jest wynikiem ich zalet zarówno w sferze technicznej, jak i ekonomicznej, z których najważniejsze to: 1) pomiar bezkontaktowy, 2) możliwość głębokiej penetracji promieniowania w mierzone medium, 3) możliwość przeprowadzenia ilościowej i jakościowej analizy składu substancji, 4) niezawodność. W sferze ekonomicznej najważniejsze korzyści płynące ze

stosowania radioizotopowych przyrządów pomiarowych to: 1) oszczędność surowców, 2) poprawa jakości wyrobów, 3) zmniejszenie ilości odpadów, 4) wzrost wydajności procesów technologicznych, 5) poprawa wykorzystania maszyn i urządzeń, 6) oszczędność robocizny.

Metody radioizotopowe pomiaru wielkości fizycznych są metodami nie-niszczącymi, nie powodującymi żadnych zmian w mierzonym medium. Mierniki radioizotopowe działają na zasadzie wykorzystania zjawiska oddziaływania promieniowania jonizującego z materia: absorpcji i rozpraszania promieniowania beta, absorpcji i rozpraszania promieniowania gamma, fluorescencji rentgenowskiej, selektywnej absorpcji promieniowania gamma, spowalniania neutronów prędkich, absorpcji neutronów termicznych [1]. Pozwalają one na szybki pomiar mierzonej wielkości. W referacie zaprezentowano mierniki wykorzystujące kilka z wymienionych zjawisk jako zasadę działania. Wyliczając zalety mierników radioizotopowych nie sposób nie wspomnieć o ich wadach. Do wad tych mierników należy z reguły znacznie wyższa ich cena w stosunku do podobnych mierników nie izotopowych, oraz konieczność uzupełniającego przeszkolenia inspektora pracy w zakresie ochrony radiologicznej. Przepisy polskie dotyczące ochrony radiologicznej wymagają, by zakład wykorzystujący mierniki radioizotopowe posiadał przeszkolonego inspektora ochrony radiologicznej, który w przypadku zdarzeń losowych takich jak pożar, kradzież źródła promieniowania, czy zniszczenie przyrządu podejmie odpowiednie postępowanie. Same mierniki są konstruowane w taki sposób by nie stanowiły żadnego zagrożenia dla zdrowia obsługi przyrządów i są dopuszczane do eksploatacji po uprzednim uzyskaniu atestu Centralnego Laboratorium Ochrony Radiologicznej.

2. MIERNIKI GRUBOŚCI POWŁOK OCHRONNYCH

Do tej grupy mierników należą:

- beta rozproszeniowy miernik grubości powłok jednorodnych,
- fluorescencyjny miernik grubości powłok stopowych Pb-Sn na podłożu Cu, oraz miernik grubości powłok Ru na podłożu Ti.

Zasadę działania miernika grubości powłok wykorzystującego zjawisko rozpraszania promieniowania beta ilustruje rys. 1. Promieniowanie beta ze źródła promieniowania beta Z rozprasza się wstecznie od powierzchni mierzonej powłoki i trafia do detektora promieniowania D. Na wyjściu detektora otrzymuje się impulsy napięcia o szybkości liczenia wyrażonej wzorem:

$$R = (R_s - R_0)(1 - e^{-kd}) + R_0$$

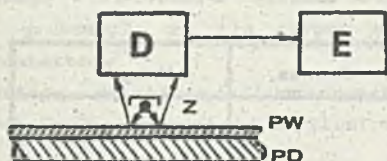
R - szybkość liczenia impulsów od powłoki o grubości d,

R_s - szybkość liczenia impulsów od powłoki o grubości nasycenia (d → ∞).

R_0 - szybkość liczenia impulsów od podłoża ($d = 0$),

k - współczynnik proporcjonalności.

Dla ilustracji na rys. 2 przedstawiono krzywą kalibracyjną miernika do pomiaru powłoki Au na podłożu Cu przy zastosowaniu źródła izotopowego Tl-204. Mikroprocesorowy blok elektroniki E dokonuje obróbki sygnału i prezentacji wyniku pomiaru wprost w μm grubości powłoki.



Rys. 1. Schemat blokowy miernika beta rozproszeniowego.

PD- podłoże, PW- mierzona powłoka, Z- źródło promieniowania beta, D- detektor Geiger-Müllera promieniowania beta, E- blok obróbki sygnału.

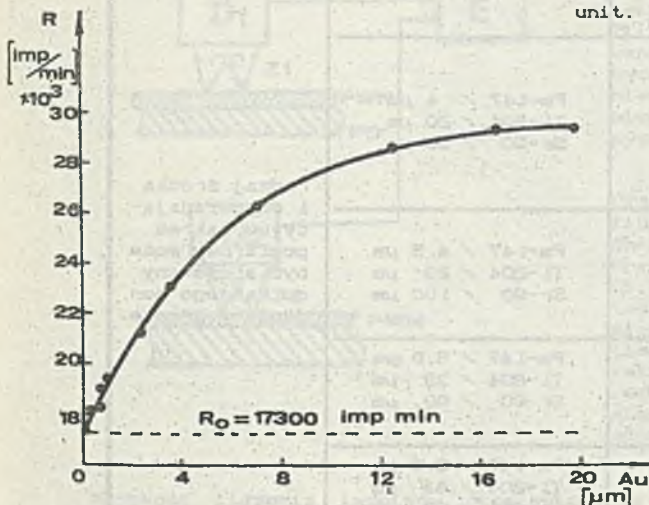


Fig. 1. Block diagram of beta backscatter gauge.

PD- base, PW- coating layer
Z- beta radiation source,
D- GM beta radiation detector,
E- signal processing unit.

Rys. 2. Krzywa kalibracyjna miernika beta rozproszeniowego dla Au/Cu ze źródłem Tl-204 [2].

Fig. 2. Calibration curve of beta backscatter Au/Cu gauge with Tl-204 source [2].

Miernik ten przeznaczony jest do szybkich nieniszczących pomiarów w warunkach laboratoryjnych. W tabelicy 1 przedstawiono możliwe kombinacje rodzajów powłok, rodzajów podłoża i źródeł izotopowych, oraz odpowiadające im zakresy pomiarowe, zaś podstawowe parametry miernika podano poniżej.

Podstawowe parametry miernika:

- zakres pomiarowy: kilka - kilkadziesiąt μm zależnie od rodzaju użytego źródła promieniowania

- dokładność pomiaru: $\pm 10\%$ mierzonej grubości
 - czas pomiaru: 0.25; 0.5; 1; 2 minuty, nastawialny
 - powierzchnia pomiaru
 otwór okrągły: $\phi 0.6 \text{ mm} - \phi 2.2 \text{ mm}$
 szczelina: $0.5 \times 2.5 \text{ mm} - 1.4 \times 2.5 \text{ mm}$
 - zasilanie: 220V, +5%, -15%, 50Hz -

Tablica 1. Powłoki, podłoża, stosowane źródła promieniowania beta oraz odpowiadające im zakresy pomiarowe.

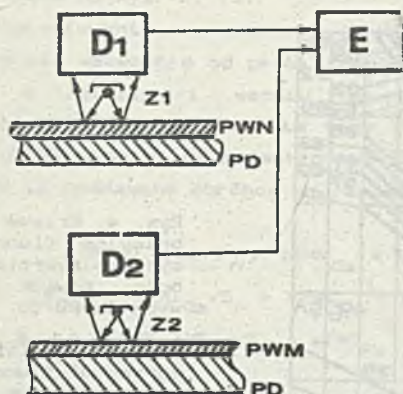
Table 1. Coatings, bases, beta radiation sources used and their corresponding measuring ranges.

Powłoka	podłoża	Zródło / Zakres	Uwagi
złoto	miedź nikiel mosiądz żelazo srebro aluminium molibden krzem stop Sn-Ni	Pm-147 / $2 \mu\text{m}$ Tl-204 / $10 \mu\text{m}$ Sr-90 / $20 \mu\text{m}$	rodzaj źródła i odpowiadający mu zakres pomiarowy może być stosowany do każdego podłoża w grupie.
srebro	miedź nikiel mosiądz żelazo złoto aluminium molibden	Pm-147 / $4 \mu\text{m}$ Tl-204 / $20 \mu\text{m}$ Sr-90 / $50 \mu\text{m}$	
cyna	miedź brąz żelazo aluminium złoto	Pm-147 / $4.5 \mu\text{m}$ Tl-204 / $23 \mu\text{m}$ Sr-90 / $100 \mu\text{m}$	
miedź	laminał aluminium molibden krzem	Pm-147 / $5.8 \mu\text{m}$ Tl-204 / $33 \mu\text{m}$ Sr-90 / $90 \mu\text{m}$	
nikiel	molibden srebro krzem	Pm-147 / $5.8 \mu\text{m}$ Tl-204 / $33 \mu\text{m}$ Sr-90 / $90 \mu\text{m}$	
kadm	żelazo miedź	Pm-147 / $4 \mu\text{m}$ Tl-204 / $20 \mu\text{m}$	

Proces pomiaru przebiega w dwu etapach. Najpierw za pomocą głowicy pomiarowej złożonej ze źródła promieniowania Zl ($Cd-109$) oraz detektora promieniowania Dl (d. argonowy) dokonuje się pomiaru składu powłoki. Do pomiaru składu powłoki konieczna jest próbka badanego stopu Sn-Pb o grubości warstwy $\geq 90 \mu\text{m}$ (warstwa nasycenia). Pod wpływem promieniowania źródła Zl , w otworze wchodzącym w skład powłoki wzbudzone

zostaje promieniowanie X proporcjonalne do zawartości Pb w powłoce. Na podstawie tego pomiaru określony zostaje skład chemiczny stopu. Następnie w głowicy pomiarowej złożonej ze źródła Z2 (Am-241) i detektora D2 (d. kryptonowy) dokonuje się pomiaru grubości powłoki stopowej Pb-Sn na badanym podłożu Cu. W tym przypadku pod wpływem promieniowania źródła Z2 wzbudzone zostaje promieniowanie X w cynie wchodzącej w skład powłoki Sn-Pb, którego intensywność zależy od grubości powłoki. Sygnały z obu głowic poddawane są obróbce w bloku elektroniki E. Wyposażony jest on w 256 kanałowy analizator amplitudy impulsów, umożliwiając selektywną obróbkę sygnału od promieniowania wzbudzonego w Pb (pomiar składu) lub promieniowania wzbudzonego w Sn (pomiar grubości), z tła całego widma promieniowania rejestrowanego przez detektory.

Zasadę działania fluorescencyjnego miernika grubości powłok stopowych Sn-Pb na podłożu Cu ilustruje rys. 3 [3, 4].



Rys. 3. Schemat blokowy fluorescencyjnego miernika grubości powłok stopowych Sn-Pb.

D1, D2- proporcjonalne detektory promieniowania X, Z1, Z2- źródła promieniowania X, PWN- powłoka nasycenia, PWM- powłoka mierzona, PD- podłożo, E- blok elektroniki obróbki sygnału

Fig. 3. Block diagram of fluorescence gauge for Sn-Pb alloy coating measurements.

D1, D2- proportional detectors for X-ray radiation, Z1, Z2- X-ray radiation sources, PWN- saturation layer, PWM- measured coating, PD- base, E- electronic signal processing unit

Szybkość liczenia impulsów promieniowania wzbudzonego w Sn w funkcji grubości powłoki Sn-Pb określona jest równaniem:

$$R = (R_s - R_0)(1 - e^{-\mu d}) + R_0$$

R - szybkość liczenia impulsów od warstwy o grubości d,

R_s - szybkość liczenia impulsów od warstwy nasycenia,

R₀ - szybkość liczenia impulsów od podłoża,

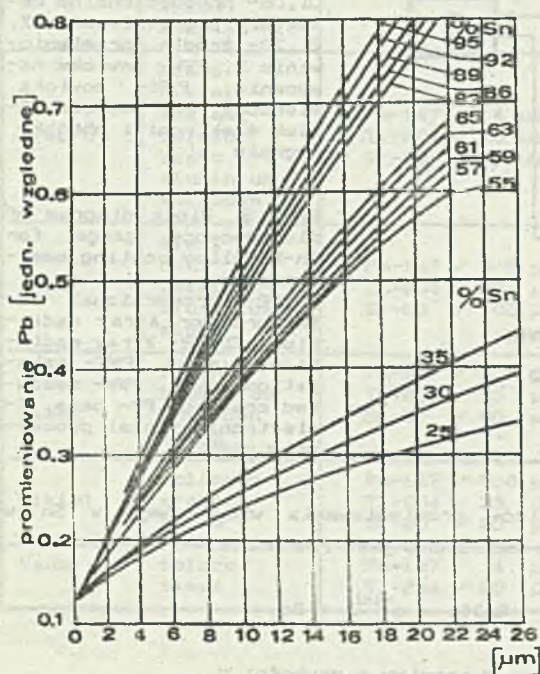
μ - współczynnik osłabiania promieniowania.

W równaniu tym R_s i μ zależne są od składu powłoki. Dla ilustracji na rys. 4 przedstawiono krzywe kalibracyjne miernika.

Podstawowe dane techniczne miernika powłok stopowych Sn-Pb/Cu są następujące:

- zakres pomiarowy: $2\mu\text{m} - 20\mu\text{m}$
- dokładność pomiaru: $\pm 10\%$
- średnica otworu pomiar.: 7 mm
- czas pomiaru składu: 2 min
- " " grubości: 2 min

Zasada pomiaru fluorescencyjnego miernika grubości powłok rutenu na podłożu tytanu polega na wykorzystaniu zjawiska wzbudzenia promieniowania X rutenu, oraz na odpowiedniej obróbce sygnału. Schemat blokowy miernika jest taki sam jak na rys. 3 z tą różnicą, że do pomiaru powłoki rutenu potrzebna jest tylko jedna głowica pomiarowa ze źródłem Cd-109 i detektorem proporcjonalnym wypełnionym kryptonem. Blok elektroniki podobnie jak poprzednio zawiera 256 kanałowy analizator amplitudy. Do obróbki sygnału i prezentacji wyniku na ekranie monitora wykorzystano 8 bitowy mikrokomputer personalny.



Rys. 4. Krzywe kalibracyjne fluorescencyjnego miernika grubości powłok stopowych Sn-Pb/Cu.

Fig. 4. Calibration curves of fluorescence gauge for Sn-Pb alloy measurement on Cu base.

Miernik ten opracowano na zlecenie zakładu produkcyjnego zainteresowanego oznaczaniem stopnia zużycia elektrod elektrolizera zbudowanego z siatki tytanowej pokrytej warstwą tlenku rutenu. Gramatura nowej elektrody wynosi ok. 18 g/m^2 Ru. W czasie pracy ruten utlenia się do lotnego RuO_4 i warstwa rutenu pomniejsza się. Celem nie dopuszczenia

do całkowitego wyczerpania się warstwy rutenu, należy kontrolować jej grubość (gramaturę) i elektrody ze zużytą w 80% warstwą rutenu wycofywać z pracy i poddawać regeneracji. Mała ilość dostarczonych elektrod (próbek) z oznaczoną grubością warstwy rutenu pozwoliła jedynie na niedokładne wyskalowanie miernika i określanie stopnia zużycia elektrod z dokładnością nie gorszą niż $\pm 10\%$ mimo, że sama metoda zapewnia znacznie wyższą dokładność. Czas pomiaru 30 sek, powierzchnia pomiaru 20 cm^2 .

3. MIERNIKI SKŁADU SUBSTANCJI

Mierniki tej grupy przeznaczone są do szybkiej analizy składu substancji i należą do nich:

- miernik zawartości popiołu w węglu,
- miernik zawartości Sn i Sr w próbkach geologicznych,
- miernik zawartości baru w rudzie barytowej.

Zasadę pomiaru popiołu w węglu ilustruje schemat blokowy i widmo różniczkowe promieniowania rozproszonego i wzbudzonego w próbce węgla przedstawione na rys. 5, [5].

Promieniowanie emitowane z izotopowego źródła promieniowania Z rozprasza się wstecznie od próbki węgla w kierunku detektora, a ponadto wzbudza w żelazie i wapniu zawartym w próbce promieniowanie fluorescencyjne X. Wszystkie te trzy rodzaje promieniowania: I_r , I_{Fe} , oraz I_{Ca} odpowiednio, są rejestrowane przez detektor promieniowania D a następnie są poddawane obróbce wg. zależności:

$$A = b_0 + b_1 I_r + b_2 W_{Ca} + b_3 W_{Fe} + b_4 (W_{Fe})^2$$

$$W_{Ca} = (a_1 I_{Ca} / I_r + a_2 I_{Fe} + a_3) / (1 + a_4 I_{Fe}) + a_5$$

$$W_{Fe} = (a_6 I_{Fe} * I_{Ca} / I_r + a_7 I_{Fe} + a_8) / (1 + a_4 I_{Fe}) + a_9$$

A - zawartość popiołu w próbce,

W_{Ca} - zawartość wapnia w próbce,

W_{Fe} - zawartość żelaza w próbce,

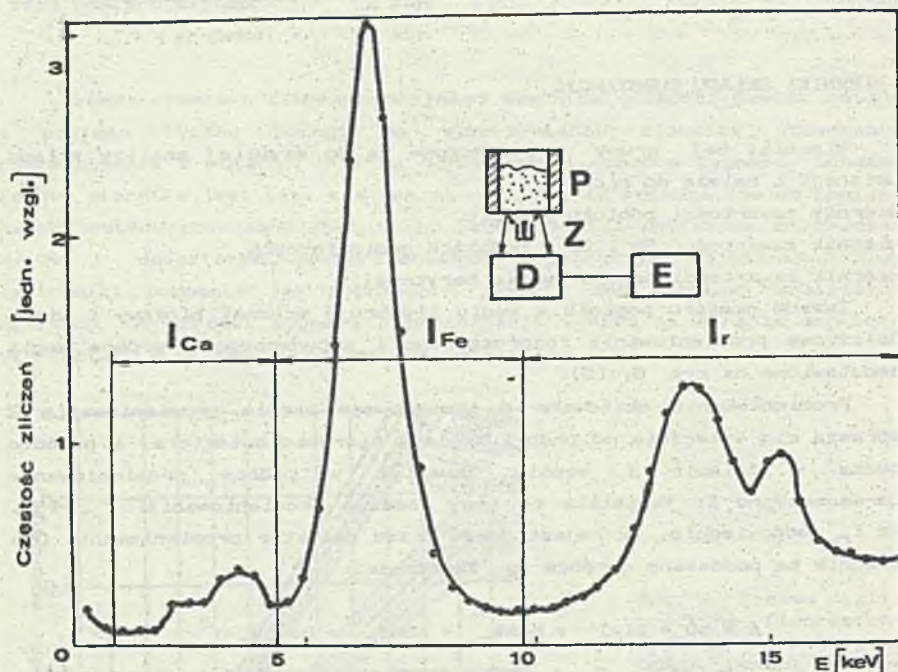
a_1 - a_9 - współczynniki,

b_0 - b_4 - współczynniki.

Obróbka sygnału przeprowadzana jest za pomocą 256 kanałowego analizatora amplitudy impulsów oraz układów mikroprocesorowych, lub za pomocą 8 bitowego mikrokomputera personalnego, wchodzących w skład elektronicznego bloku obróbki sygnału E. Miernik ma zastosowanie do pomiaru zawartości popiołu węgla kamiennego i węgla brunatnego w wysuszonych i zmielonych próbkach węgla. Podstawowe parametry miernika są następujące:

- Zakres pomiarowy popiołu: 40%

- dokładność pomiaru
 - węgla kamiennego: $\pm 2\%$
 - węgla brunatnego: $\pm 3\%$
- czas pomiaru: 1 min
- masa próbki węgla: 50 g
- średnica cząstek węgla: ≤ 0.1 mm



Rys. 5. Geometria pomiaru i widmo różniczkowe promieniowania rozproszonego i wzbudzonego w próbce węgla brunatnego. I_{Ca} - promieniowanie wzbudzone wapnia, I_{Fe} - promieniowanie wzbudzone w żelazie, I_r - promieniowanie rozproszone, W - węgiel, Z - źródło promieniowania Pu-238, D - detektor proporcjonalny, E - elektroniczny blok obróbki sygnału.

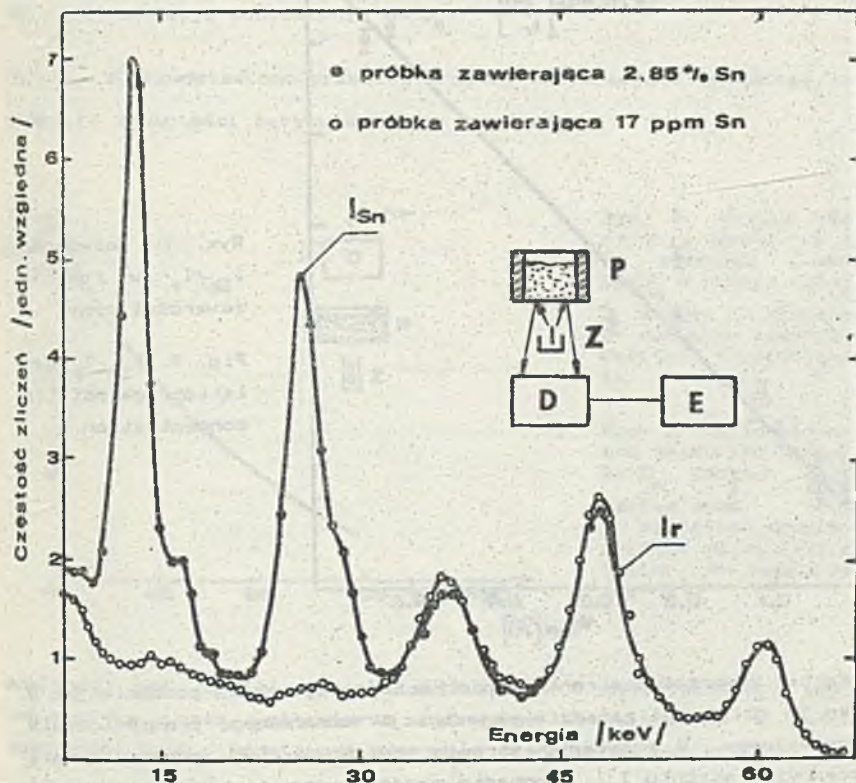
Fig. 5. Measuring geometry and differential spectrum of backscatter and X-ray fluorescence radiation from brown coal sample. I_{Ca} - calcium X-ray radiation, I_{Fe} - iron X-ray radiation, I_r - backscatter radiation, W - coal sample, Z - Pu-238 radiation source, D - proportional detector, E - processing signal unit.

Zasadę działania miernika zawartości cyny w próbkach geologicznych (łupki kwarcowe) ilustruje widmo różniczkowe rejestrowanego promieniowania od próbki, przedstawione na rys. 6. Promieniowanie wychodzące ze źródła Z i rozproszone wstecznie w kierunku detektora, oraz promieniowanie fluorescencyjne wzbudzone w atomach Sn są rejestrowane przez detektor proporcjonalny D. Zarejestrowane promieniowanie jest z

kolei poddawane obróbce w bloku elektroniki E wg. zależności (8):

$$W_{\text{Sn}} = b_0 + b_1 \cdot I_{\text{Sn}} \sqrt{I_r}$$

- W_{Sn} - zawartość cyny w próbce,
 I_{Sn} - promieniowanie fluorescencyjne Sn,
 I_r - promieniowanie rozproszenia,
 b_0, b_1 - współczynniki proporcjonalności.



Rys. 6. Widmo promieniowania wtórnego próbek pomiarowych zawierających cynę.

Z- źródło promieniowania Am-241, D- detektor proporcjonalny kryptonowy, P- mierzona próbka, E- blok elektroniki.
 I_{Sn} - promieniowanie fluorescencyjne Sn, I_r - promieniowanie rozproszenia.

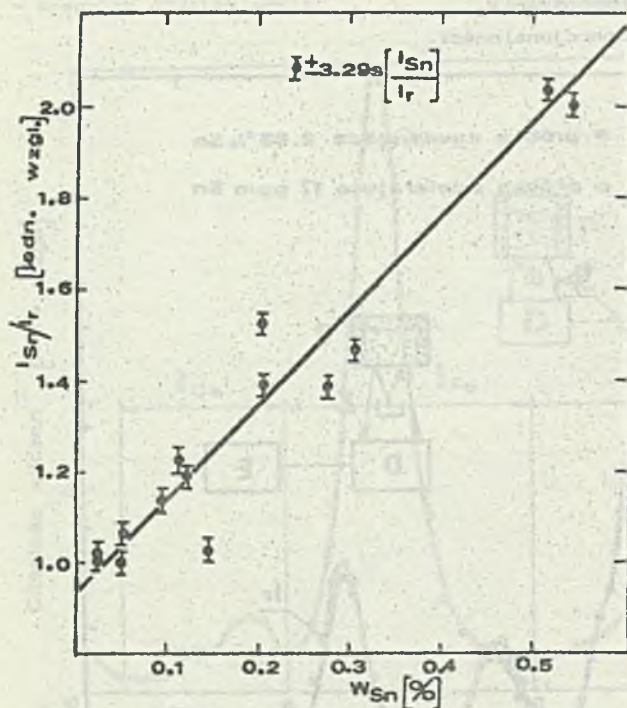
Fig. 6. Differential spectrum of secondary radiation from samples containing tin.

Z- radiation source Am-241, D- krypton filled proportional detector, P- measured sample, E- electronic unit, I_{Sn} - X-ray fluorescence radiation of Sn, I_r - backscatter radiation.

Dla ilustracji na rys. 7 przedstawiono krzywą kalibracyjną miernika wykonaną na podstawie naturalnych próbek geologicznych.

Podstawowe parametry miernika zawartości cyny w próbkach geologicznych są następujące:

- | | |
|--------------------------|-----------------|
| - zakres pomiarowy: | 0.03% - 0.5% Sn |
| - dokładność pomiaru: | $\pm 0.03\%$ Sn |
| - czas pomiaru: | 1 min |
| - masa próbki mierzonej: | 15 g |
| - granulacja próbki: | ≤ 0.06 mm |



Rys. 7. Zależność $I_{\text{Sn}}/I_{\text{r}}$ w funkcji zawartości cyny.

Fig. 7. $I_{\text{Sn}}/I_{\text{r}}$ relation against tin concentration.

Miernik zawartości strontu w próbkach geologicznych podobnie jak w przypadku Sn działa na zasadzie rejestracji wzbudzonego promieniowania fluorescencyjnego. W przypadku strontu wzbudzone jest promieniowanie fluorescencyjne strontu I_{Sr} a ponadto rejestrowane jest promieniowanie rozproszenia I_{r} , oraz promieniowanie fluorescencyjne żelaza I_{Fe} dla kompensacji wpływu matrycy. Wielkościami służącymi do określenia zawartości strontu jest stosunek promieniowania $I_{\text{Sr}}/I_{\text{r}}$, oraz $I_{\text{Fe}}/I_{\text{r}}$. Podstawowe parametry miernika zawartości Sr w węglanowych i krzemianowych próbkach geologicznych przytoczono poniżej.

- | | |
|-----------------------|----------------|
| - zakres pomiarowy: | 0.1% - 5% Sr |
| - dokładność pomiaru: | $\pm 5\%$ |
| - masa próbki | 15 g |
| - granulacja próbki | ≤ 0.06 mm |

Miernik zawartości barytu w rudzie barytowej działa na zasadzie osłabiania niskoenergetycznego promieniowania gamma 59.6 kV, ze źródła

Am-241 (prześwietlanie próbki). Intensywność promieniowania rejestrowana przez scyntylacyjny detektor promieniowania NaI(Tl) determinowane jest zawartością $BaSO_4$ w próbce wg. zależności:

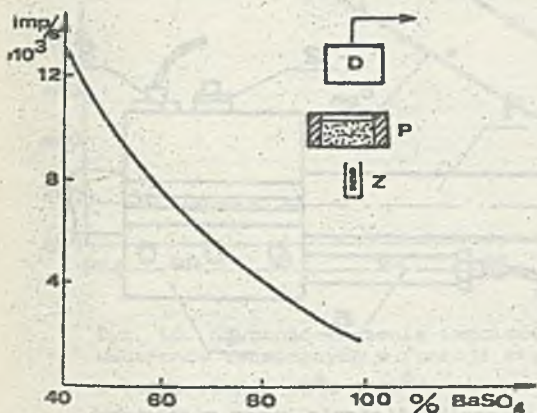
$$R = R_0 \cdot e^{-k(W-W_0)}$$

R - szybkość liczenia imp. od próbki o koncentracji W $BaSO_4$,

R_0 - szybkość liczenia imp. od próbki o koncentracji $W = W_0$,

W_0 - koncentracja odniesienia $BaSO_4$.

Na rys. 8 przedstawiono przebieg krzywej kalibracji i geometrię pomiaru miernika zawartości barytu w rudzie barytowej.



Rys. 8. Krzywa kalibracyjna i geometria pomiaru miernika zawartości $BaSO_4$ w rudzie barytowej.

Z- źródło promieniowania, D- detektor scyntylacyjny NaI(Tl), P- mierzona próbka.

Fig. 8. Calibration curve and measuring geometry of $BaSO_4$ content gauge in barite ores.
Z- radiation source, D- NaI(Tl) scintillation detector, P- measured sample.

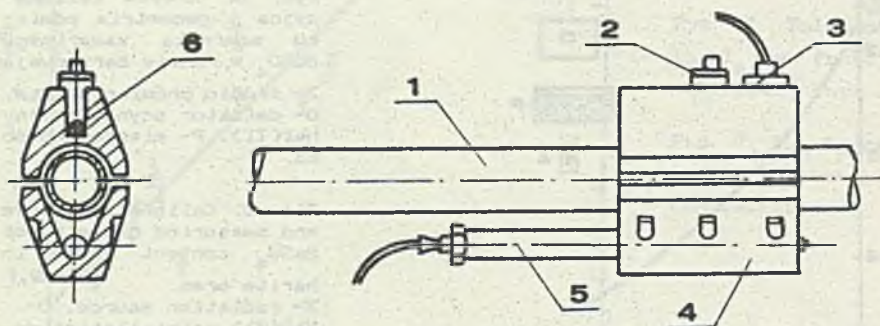
Analogowy tor obróbki sygnału składa się z dyskryminatora impulsów, integratora, oraz woltomierza cyfrowego wyskalowanego w procentach zawartości $BaSO_4$. Podstawowe parametry miernika są następujące:

- zakres pomiarowy: 50% - 100% $BaSO_4$
- dokładność pomiaru: $\pm 1\%$ $BaSO_4$
- czas pomiaru: 1 min
- masa próbki: 1 g

4. MIERNIK STĘŻENIA KWASÓW

Miernik stężenia kwasów przeznaczony jest do pomiaru stężenia takich kwasów, jak: kwas siarkowy H_2SO_4 , kwas fluorowodorowy HF, oleum $H_2SO_4 + SO_3$ i innych w instalacjach przemysłowych. Zasada działania tego miernika oparta jest na zjawisku spowalniania neutronów prędkich w

roztworze kwasu, oraz na pomiarze strumienia neutronów spowolnionych (termicznych) [7]. Zasadę pomiaru ilustruje rysunek głowicy pomiarowej przedstawionej na rys. 9. Neutrony prędkie emitowane ze źródła neutronów wnikając do roztworu kwasu są spowalniane przez atomy wodoru wchodzące w skład roztworu kwasu. Im wyższa jest koncentracja atomów wodoru w roztworze tym większy jest strumień neutronów spowolnionych (termicznych) docierających do detektora neutronów termicznych. Z koncentracją atomów wodoru w roztworze kwasu jest ściśle związane stężenie kwasu wynikające ze składu chemicznego i ciężaru atomowego składników roztworu kwasu, stąd przez pomiar koncentracji atomów wodoru w roztworze możliwe jest określenie stężenia kwasu. Dla ilustracji na rys. 10 przedstawiono krzywą kalibracyjną miernika stężenia kwasu siarkowego.

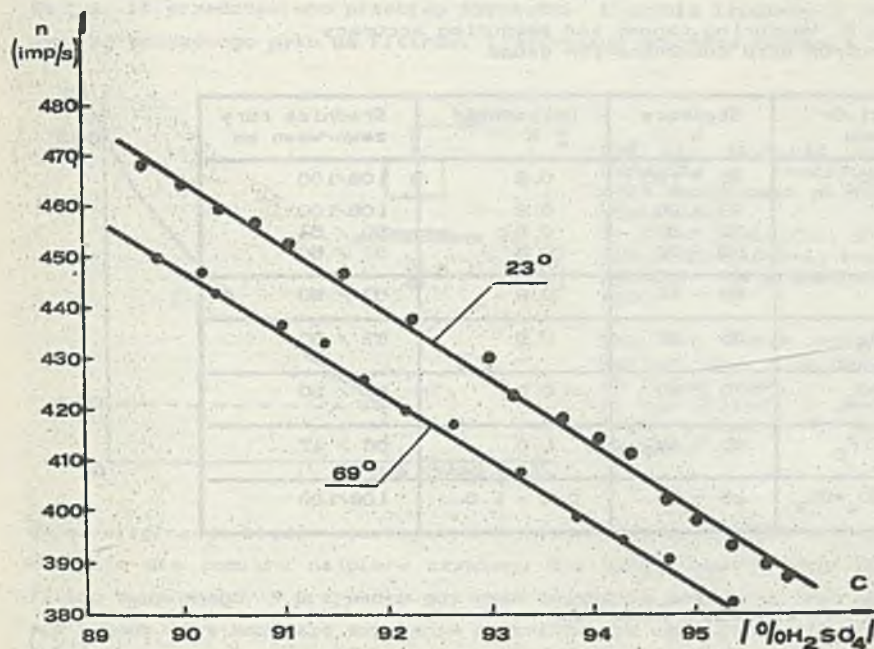


Rys. 9. Głowica pomiarowa miernika stężenia kwasu siarkowego. 1- rurociąg z kwasem siarkowym, 2- obsada źródła neutronów, 3- czujnik temperatury, 4- korpus głowicy pomiarowej, 5- sonda pomiarowa zawierająca detektor neutronów termicznych i przedwzmacniacz, 6- źródło neutronów prędkich Pu-Be [8].

Fig. 9. Measuring head of sulphuric acid concentration gauge. 1- pipe containing sulphuric acid, 2- neutron source holder, 3- temperature sensor, 4- measuring head housing, 5- measuring probe containing thermal neutrons detector and preamplifier, 6- Pu-Be fast neutrons source [8].

Krzywa kalibracyjna (rys. 10) wskazuje na silną zależność wskazań miernika od temperatury kwasu, oraz na konieczność kompensacji wpływu zmian temperatury kwasu. Z tego powodu wszystkie mierniki stężenia kwasu wyposażone są w czujniki temperatury. Sygnały z głowicy pomiarowej poddawane są obróbce w bloku elektroniki składającym się z: dyskryminatora impulsów, integratora wyposażonego w dwie stałe czasowe 20 sek i 100 sek, woltomierza cyfrowego wyskalowanego w procentach stężenia kwasu, oraz przetwornika napięciowo-prądowego. Miernik stężenia oleum wymaga dodatkowo linearyzacji charakterystyki. W tabelicy 2 podane zakresy pomiarowe, oraz dokładności pomiaru dla różnych roztworów,

kwasu.



Rys. 10. Szybkość liczenia impulsów na wyjściu detektora neutronów termicznych w funkcji stężenia kwasu siarkowego w temperaturze $23^\circ C$ i $63^\circ C$.

Fig. 10. Pulse count rate at the output of thermal neutrons detector against sulphuric acid concentration at $23^\circ C$ and $63^\circ C$.

Tablica 2. Zakresy pomiarowe i dokładności pomiaru neutronowego miernika stężenia kwasów.

Table 2. Measuring ranges and measuring accuracy of neutron acid concentration gauge.

Roztwór kwasu	Stężenie %	Dokładność \pm %	Średnica rury zewn/wewn mm
H ₂ SO ₄	95 - 100	0.2	108/100
"	93 - 98	0.2	108/100
"	70 - 80	0.5	80 / 54
"	85 - 75	0.6	57 / 50
HF	85 - 75	0.8	57 / 50
HNO ₃	55 - 65	0.5	57 / 50
H ₃ PO ₄	70 - 80	0.9	57 / 50
H ₂ SiF ₆	30 - 40	1.0	68 / 47
H ₂ SO ₄ +SO ₃	25 - 65	0.2 - 1.0	108/100

5. MIERNIK ZAPYLENIA POWIETRZA

Zasada pomiaru zapylenia powietrza polega na przepuszczaniu znanej objętości zapylnego powietrza przez filtr powietrza, na którym osadza się pył, oraz na pomiarze osadzonej masy pyłu i wyliczeniu zapylenia wg. zależności:

$$Z = \frac{m}{t_s \cdot w}$$

m - masa osadzonego pyłu.

t_s - czas zasysania powietrza.

w - stała wydajność pompy powietrza.

Przy stałej wydajności pompy zasysającej powietrze $w = 1 \text{ m}^3/\text{godz}$ zastosowanej w mierniku, objętość przepompowanego powietrza jest proporcjonalna do czasu zasysania powietrza t_s . Masę pyłu osadzonego na filtrze wyznacza się przez pomiar osłabiania promieniowania beta Pm-147. Szybkość liczenia impulsów na wyjściu detektora promieniowania beta w funkcji masy zgromadzonego na filtrze pyłu ma postać:

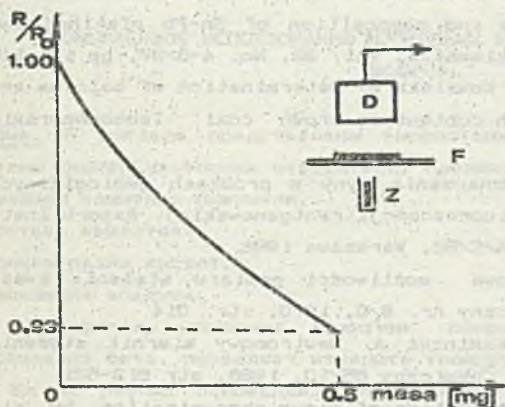
$$R = R_0 \cdot e^{-k \cdot m}$$

R_0 - szybkość liczenia imp. od filtru nie zapylnego.

m - masa osadzonego pyłu na filtrze.

k - współczynnik proporcjonalności

Na rys. 11 przedstawiono przebieg szybkości liczenia impulsów w funkcji masy zgromadzonego pyłu na filtrze, ilustrujące powyższe równanie.



Rys 11. Szybkość liczenie impulsów w funkcji masy pyłu osadzonego na filtrze powietrza. F- filtr powietrza, Z- źródło promieniowania beta, D- detektor GM promieniowania beta.

Fig. 11. Pulse count rate against dust mass deposited on filter tape. F- air filter, Z- beta radiation source, D- GM beta detector

Celem eliminacji błędów wynikających z niejednorodności filtru powietrza dokonuje się pomiaru najpierw czystego nie zapyłonego filtru, później filtru zapyłonego. W przypadku gdy czas zasysania powietrza jest dłuższy niż 1 godz. (im mniejsze zapylenie powietrza tym czas zasysania większy) dodatkowo przed rozpoczęciem cyklu zasysania powietrza i po jego zakończeniu dokonywany jest pomiar wzorca odniesienia. Pozwala to na uwzględnienie wpływu zmian ciśnienia powietrza, temperatury i wilgotności, jak również niestabilności aparatury. Miernik pozwala na pracę ręczną (ręczne sterowanie rozpoczęciem pomiaru), lub po zaprogramowaniu czasu zasysania powietrza, na pracę automatyczną. Wynik pomiaru zapisywany jest automatycznie na drukarce. Miernik przeznaczony jest do pomiaru zapylenia powietrza na stałych lub przewoźnych stanowiskach pomiarowych. Podstawowe parametry miernika są następujące:

- zakres pomiaru zapylenia powietrza: $0.005 \text{ mg/m}^3 - 2 \text{ mg/m}^3$
- dokładność pomiaru: $\pm 5\% - 20\%$ lub $\pm 20 \text{ } \mu\text{g}$ osadzonego pyłu
- czas zasysania powietrza: 15 min - 24 godz nastawiany
- masa osadzonego pyłu: 0.1 mg - 0.5 mg

6. LITERATURA

[1]. Urbański P. Analiza modeli matematycznych radioizotopowej aparatury pomiarowej. Raport Instytutu Chemii i Techniki Jądrowej nr INCT-2064/III/D/B, 1988.

[2]. Szepke R. Badanie wstęcznego rozproszenia promieni beta dla pomiarów grubości powłok. Raport Inst. Bad. Jadr. nr 1272/XV/J, 1971.

- [3]. Kowalska E. Urbański P. Oznaczanie cyny i ołowiu w kąpielach galwanicznych, oraz grubości i składu powłok stopowych Sn-Pb. Pó-włoki Ochronne, zeszyt 6, 1985, str. 32-38. Inst. Mech. Prec.
- [4]. Kowalska E., Urbański P. Radiometric method and instrument for determination of thickness and composition of Sn-Pb platings and galvanic bath analysis. Nukleonika, vol. 32, No. 4-6/87, pp 131-145.
- [5]. Urbański P., Jankowska M., Kowalska E. Determination of calcium and iron and measurement of ash content in brown coal. Isotopenpraxis 19, 1985 p. 85.
- [6]. Kowalska E., Urbański P. Oznaczanie cyny w próbkach geologicznych metodą niskorozdzielczej fluorescencji rentgenowskiej. Raport Inst. Bad. Jądr. nr. INR 1954/XVA/C/B2, Warszawa 1982.
- [7]. Machaj B., Paryski Z. Nowe możliwości pomiaru stężenia kwasu siarkowego. Przemysł Chemiczny nr. 8/9, 1970, str. 514.
- [8]. Machaj B., Mirowicz J., Kaminski A. Neutronowy miernik stężenia kwasu siarkowego. Przemysł Chemiczny 65/10, 1986, str 518-521.
- [9]. Machaj B., Paryski Z. Determination of oleum concentration by slowing down of fast neutrons. Isotopenpraxis. 15, Heft 2,3/1979, 56-59.
- [10]. Szepe R., Harasimczuk J., Dobrowiecki J. Radioizotopowa aparatura do pomiaru zapylenia powietrza. Zastosowanie Technik Radioizotopowych w Przemśle, Medycynie i Ochronie Środowiska. Symp. Krajowe, Warszawa 31. III.-3. IV. 1987, str. 237-246. Wydane przez Inst. Chem. i Techn. Jądr.

ISOTOPE GAUGES OF PHYSICAL QUANTITIES FOR INDUSTRIAL APPLICATION

Summary

Radioisotope gauges developed in the Inst. of Nuclear Chem. and Technology and produced in short series are presented in the paper. They are designed to measure:

- protecting coating thickness,
- matter composition,
- acids concentration,
- air dust pollution.

The coating thickness gauge employing beta backscatter principle enables thickness measurement of different coatings such as: Au, Ag, Cd, Cr, Ni on variety of base materials as: Fe, Ni, Cu, laminate with an accuracy $\pm 10\%$ relative. Coating thickness gauge employing X-ray fluorescence principle permits to measure Pb-Sn alloy coating on Cu base.

The X-ray fluorescence gauge of matter composition enables measurements of ash content in pit-coal with an accuracy $\pm 2\%$ and in brown coal with the accuracy $\pm 3\%$ of ash content. These gauges permit also to measure of Sn and Sr content in geological samples. A gauge employing principle of low energy gamma absorption permits to measure of barium content in barite ores in the range 80% - 100% BaSO₄ with the accuracy $\pm 1\%$ BaSO₄.

The neutron gauge of acid concentration ensures continuous measurement of H₂SO₄ concentration in the range 95% - 100% H₂SO₄ with the accuracy $\pm 0.2\%$ H₂SO₄, and of HF in the range 65% - 75% HF with the accuracy $\pm 0.6\%$ HF.

The air dust pollution gauge employing beta radiation absorption principle allows to measure air dust pollution in the range $0.005 \text{ mg/m}^3 - 2 \text{ mg/m}^3$. The time of sucking polluted air in is programable from 0.25h - 24h depending on degree of the air pollution.

ПРОМЫШЛЕННОЕ ИСПОЛЗОВАНИЕ ИЗОТОПНЫХ ИЗМЕРИТЕЛЕЙ ФИЗИЧЕСКИХ ВЕЛИЧИН

Резюме. В докладе представлены выработанные в ИХЯТ и выпускаемые в кратких сериях изотопные измерители, предназначены к измерению:

- толщины защитных покрытия,
- состава вещества,
- концентрации кислот,
- запыления воздуха.

Измеритель толщины защитных покрытия, использующий явление рассеивания бета, позволяет измерить толщину покрытия из Au, Ag, Cd, Cr, Ni, Sn на разных основаниях, таких как Fe, Ni, Cu с относительной ошибкой $< 10\%$. Измеритель толщины покрытия использующий явление рентгеновской флуоресценции позволяет измерить содержание пепела в каменном угле с точностью $\pm 2\%$, а в буром угле с точностью $\pm 3\%$. Кроме того, эти измерители разрешают измерять содержание Sn и Sr в геологических образцах. Измеритель работающий по принципу ослабления низкоэнергетического излучения гамма, позволяет измерить содержание бария в баритовых рудах в пределе $80\% - 100\% \text{ BaSO}_4$ с точностью $\pm 1\% \text{ BaSO}_4$.

Нейтронный измеритель концентрации кислот обеспечивает измерение концентрации H_2SO_4 в пределе $95\% - 100\% \text{ H}_2\text{SO}_4$ с точностью $\pm 0.2\%$, а также концентрации HF в пределе $65\% - 75\%$ с точностью $\pm 0.6\%$. Измерение проходит непрерывно.

Измеритель запыления воздуха использующий явление ослабления излучения бета, позволяет измерить содержание пыли в воздухе в пределе $0.005 \text{ mg/m}^3 - 2 \text{ mg/m}^3$. Времени засасывания запыленного воздуха программируется от 0.25 до 23 часов, зависимо от степени запыления воздуха.