

6)

Int. Cl. 2:

**G 01 T 3/00**

19) **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**



11)

# **Auslegeschrift 23 55 695**

21)

Aktenzeichen: P 23 55 695.8-33

22)

Anmeldetag: 7. 11. 73

43)

Offenlegungstag: 22. 5. 75

44)

Bekanntmachungstag: 20. 9. 79

30)

Unionspriorität:

22) 33) 31) —

54)

Bezeichnung: Aktivierungs-Neutronendetektor, der aus einer ausgehärteten Mischung neutronenaktivierbarer Stoffe mit einem Polykondensationsharz besteht

71)

Anmelder: Institut fiziki Akademii Nauk Grusinskoj SSR, Tbilisi (Sowjetunion)

74)

Vertreter: Beetz sen., R., Dipl.-Ing.; Lamprecht, K., Dipl.-Ing.;  
Beetz jun., R., Dr.-Ing.; Pat.-Anwälte, 8000 München

72)

Erfinder: Ambardanischvili, Tristan Silovanovitsch;  
Kolomijzev, Michail Aleksandrovitsch Tbilisi;  
Sacharina geb. Maschtschenko, Tamara Jakovlevna, Grusinskaja;  
Dundua, Vachtang Justinovitsch;  
Tschichladse geb. Patschulija, Ninel Vladimirovna; Tbilisi (Sowjetunion)

55)

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-OS 22 17 908

FR 13 15 941

**DE 23 55 695 B 2**

## Patentansprüche:

1. Aktivierungs-Neutronendetektor, der aus einer geformten und ausgehärteten Mischung mindestens eines in einem Lösungsmittel gelösten ersten neutronenaktivierbaren Stoffes und mindestens eines weiteren neutronenaktivierbaren Stoffes mit einem warmausgehärteten, nicht neutronenaktivierbaren Polykondensationsharz besteht, wobei der mindestens eine erste Stoff in Form einer festen Lösung in dem Polykondensationsharz vorliegt, dadurch gekennzeichnet, daß der weitere neutronenaktivierbare Stoff in dem Lösungsmittel unlöslich ist und in der Mischung in Form eines feindispersen Pulvers vorliegt.
2. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver mindestens ein einen Schmelzpunkt von über 300°C aufweisendes Oxid eines neutronenaktivierbaren Elementes enthält.
3. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver Aluminiumoxid ist.
4. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver Magnesiumoxid ist.
5. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 2, dessen erster neutronenaktivierbarer Stoff ein Salz eines Metalls mit einem nichtneutronenaktivierbaren Säurerest ist und dessen Polykondensationsharz ein Phenolformaldehyd-Resolharz enthält, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver ein Gemisch von Oxiden von Aluminium, Nickel, Eisen und Thallium ist, daß der erste neutronenaktivierbare Stoff ein Indium- oder Quecksilbersalz ist und daß das Polykondensationsharz ein Copolymerisat des Phenolformaldehyd-Resolharzes mit m-Chlorphenol-Formaldehydharz ist.
6. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß das m-Chlorphenol-Formaldehydharz 5 Gew.-% Chlor enthält.
7. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 5 oder 6, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung in Gewichtsteilen:
- |            |  |
|------------|--|
| 15 Teile   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,   |
| 10 Teile   | Ni <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   |
| 3 Teile    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,   |
| 1 Teil     | Tl <sub>2</sub> O,   |
| 0,1 Teil   | Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ,  |
| 0,03 Teile | In(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> und  |
| 10 Teile   | Copolymerisat von Phenolformaldehyd-Resolharz mit m-Chlorphenol-Formaldehydharz. |
8. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 2.

dessen erster neutronenaktivierbarer Stoff Indiumnitrat ist, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver ein Gemisch von Nickeloxid und Aluminiumoxid ist.

9. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung in Gewichtsteilen:

25 Teile	Ni <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,
40 Teile	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,
2,5 Teile	In(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> und
50 Teile	Polykondensationsharz.

10. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver Quecksilbersulfid oder Eisensulfid enthält.

11. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 1, dessen erster neutronenaktivierbarer Stoff ein Salz eines Metalls mit einem nichtneutronenaktivierbaren Säurerest ist, dadurch gekennzeichnet, daß das Metall Lutetium ist, und daß das feindisperse Pulver roter Phosphor ist.

12. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 11, gekennzeichnet durch folgende Zusammensetzung in Gewichtsteilen:

2 Teile	Lu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ,
25 Teile	roter Phosphor,
73 Teile	Polykondensationsharz.

13. Aktivierungs-Neutronendetektor nach Anspruch 1, dessen erster neutronenaktivierbarer Stoff Eisennitrat ist, dadurch gekennzeichnet, daß das feindisperse Pulver elementarer Schwefel ist.

Die Erfindung betrifft einen Aktivierungs-Neutronendetektor nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Aktivierungs-Neutronendetektoren werden zur Messung von Integralflüssen thermischer und schneller Neutronen während der Dauer der Bestrahlung einer Probe sowie zur Messung der Intensitäten von Neutronenfeldern verwendet.

Allgemein versteht man unter einem Aktivierungs-Neutronendetektor einen Detektor, der einen unter der Einwirkung von Neutronen radioaktiv werdenden Stoff enthält (kurz neutronenaktivierbarer Stoff genannt), der neutronenempfindliche Elemente enthält, deren Radioaktivität nach der Bestrahlung mittels den für die Messung ionisierender Teilchen bestehenden Methoden gemessen werden kann, wobei der Neutronenfluß nach den erhaltenen Angaben in dem Punkt, wo die Bestrahlung des Detektors erfolgte, berechnet werden kann.

Es sind Aktivierungs-Neutronendetektoren bekannt, die als Material des Detektorelements chemisch reine

Elemente enthalten. Solche Aktivierungsdetektoren verwendet man in Form von Tabletten, dünnen Folien, Drähten, auf eine neutroneninierte Unterlage aufgestäubten Filmen und in Form von Gemischen mit einem polymeren Bindemittel.

Die genannten Detektoren enthalten jeweils nur ein neutronenempfindliches Element, das nach der Bestrahlung die einzige Quelle der Information über die Parameter des Neutronenfeldes ist.

Daher erhält man bei der Bestrahlung eines solchen Detektors und der nachfolgenden Messung seiner Radioaktivität in Abhängigkeit von dem jeweiligen neutronenempfindlichen Element Aussagen entweder über den Fluß der thermischen Neutronen an der Bestrahlungsstelle oder über das Integralspektrum der schnellen Neutronen mit einer Energie, die höher ist als die effektive Schwellenenergie des im Detektor enthaltenen neutronenempfindlichen Elements.

Die Rekonstruktion des Spektrums der schnellen Neutronen mit Hilfe der genannten Detektoren erfolgt durch ihre aufeinanderfolgende Bestrahlung und Messung der Radioaktivität.

»Sandwiches«, erhalten durch Aufeinanderlegen individueller Detektoren mit verschiedenen neutronenempfindlichen Elementen, können nicht angewandt werden, weil sich die einzelnen Elemente in diesen unter gegenüber den Neutronen nicht gleichwertigen Bedingungen befinden. In diesem Fall liegen die inneren Schichten der »Sandwiches« in einem neutronenarmen Strom infolge einer teilweisen Absorption der Neutronen durch die äußeren Detektoren. Das Gesagte trifft auf die Detektoren aller genannten Typen zu. Außerdem schmelzen einige weitgehend angewandte Detektoren, z. B. solche mit Schwefel, Phosphor oder anderen Elementen, leicht, sind entflammbar und besitzen keine ausreichende Festigkeit.

In Detektoren, die eine geformte und ausgehärtete Mischung darstellen, welche eine feste Lösung des neutronenempfindlichen Elementes in Polykondensationsharz ist, kommt es außerdem zur Thermalisierung der schnellen Neutronen an den Atomkernen des in dem Harz enthaltenen Wasserstoffes.

Dieser Effekt macht die Anwendung von »Sandwiches«, erhalten durch Aufeinanderlegen einzelner Detektoren auf der Basis von Polykondensationsharz, untunlich.

Andererseits ist es in vielen Fällen notwendig, mit Hilfe eines bestrahlten Detektors Information gleichzeitig über den Fluß der thermischen und schnellen Neutronen oder über das Spektrum der schnellen Neutronen zu erhalten.

Es ist schließlich aus der DE-OS 22 17 908 ein Aktivierungs-Neutronendetektor nach dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1 bekannt, der hergestellt wird, indem eine alkoholische Lösung eines warmaushärtbaren Polykondensationsharzes mit einem gelösten neutronenaktivierbaren Detektorstoff und mindestens einem weiteren neutronenaktivierbaren Stoff gemischt wird, anschließend die Lösungsmittel aus der erhaltenen Mischung entfernt werden, weiter die Mischung in Vakuum bei einer Temperatur von ca. 80°C für 2 h erhitzt wird, danach die Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt und die erhaltene feste poröse Masse zu Pulver zermahlen wird, aus dem Tabletten gepreßt werden, die auf eine Temperatur von 80 bis 140°C zum Überführen des Harzes in einen unschmelzbaren unlöslichen Zustand erhitzt werden. Als neutronenaktivierbare Stoffe werden Schwefel, Phosphor, Kobalt-,

Nickel-, Zinn-, Indium- und Eisennitrat oder azetat verwendet, ferner können die Detektoren Gold und Aluminium enthalten.

Diese bekannten Aktivierungs-Neutronendetektoren können aber keine größeren Konzentrationen an neutronenaktivierbarem Stoff im Polykondensationsharz enthalten, da in Polykondensationsharz nicht mehr als ca. 1 bis 5% neutronenaktivierbare Elemente lösbar sind. Insbesondere Titan, Eisen, Aluminium, Magnesium und einige andere Elemente können als Ionen-Moleküldispersion höchstens bis zu 0,5% aufgelöst werden: höhere Konzentrationen verursachen eine Harzkoagulation und den Verlust seiner Bindemittelfunktion, so daß man überhaupt keine Detektoren mehr herstellen kann. Experimentell ist ermittelt worden, daß z. B. bei einer höheren Konzentration von Magnesiumsalz die Zugabe von Magnesium und Kobalt zum Harz sofort zu dessen Koagulation führt, so daß sich das Kobalt nicht mehr gleichmäßig (wie es an sich für eine unverfälschte Detektormessung erforderlich ist) mit dem Harz vermischt. So hat der bekannte Detektor z. B. einen Kobaltgehalt von nur ca. 0,50 mg/g Harz.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, einen Aktivierungs-Neutronendetektor der im Oberbegriff des Patentanspruchs 1 vorausgesetzten Art so weiterzubilden, daß er beträchtlich höhere Konzentrationen der neutronenaktivierbaren Stoffe als bisher bei dessen aufrechterhaltener gleichmäßiger Verteilung im Harz erlaubt, so daß er empfindlicher und damit genauer arbeitet, eine größere Neutronenbestrahlungsfestigkeit zeigt und ferner wegen des verringerten Harzanteils zu einem geringeren Wasserstoffgehalt der Mischung und damit zu einer schwächeren Thermalisierung schneller Neutronen führt.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt durch die im kennzeichnenden Teil des Patentanspruches 1 angegebene Ausbildung.

Im Unterschied zum Stand der Technik ist also beim erfindungsgemäß ausgebildeten Detektor der weitere neutronenaktivierbare Stoff in dem Lösungsmittel unlöslich und liegt in der Mischung in der Form eines feindispersen Pulvers vor.

Dieses feindisperse Pulver bildet einzelne Mikrophasen, die mit modernen Mikroskopen ohne weiteres als einzelne Teilchen dieses Pulvers sichtbar gemacht werden können. Dies gestattet eine beträchtliche Erhöhung der Konzentration des neutronenaktivierbaren Stoffes im Harz um mehrere Größenordnungen. Dabei kann z. B. das eine neutronenaktivierbare Element in einer viel größeren Konzentration als das oder die anderen vorliegen.

Demgegenüber ist ebenfalls aus der DE-OS 22 17 908 lediglich noch ein Aktivierungs-Neutronendetektor bekanntgeworden, der aus einer geformten und ausgehärteten Mischung mindestens eines neutronenaktivierbaren Stoffes mit einem warmausgehärteten, nicht neutronenaktivierbaren Polykondensationsharz besteht, wobei der mindestens eine neutronenaktivierbare Stoff als Schwefel, Phosphor, Nitrat von Kobalt, Nickel, Zink und Eisen in Form von (in einem Achatmörser zerkleinertem) Pulver vorliegt. Auch bei diesem ausschließlich pulverförmigen neutronenaktivierbaren Stoff enthaltenden Aktivierungs-Neutronendetektor ist die Stoffkonzentration im Polykondensationsharz — ähnlich wie für den eingangs erörterten, aus derselben Druckschrift bekanntgewordenen Aktivierungs-Neutronendetektor — relativ niedrig, nämlich unter 5%.

Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind in

den Unteransprüchen angegeben.

Geeignet für die Messung hoher Integralneutronenflüsse bis  $10^{20}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> sind Detektoren, bei denen das feindisperse Pulver mindestens ein einen Schmelzpunkt über 300°C aufweisendes Oxid eines neutronenaktivierbaren Elementes enthält, aus dem sich unter der Einwirkung der schnellen Neutronen ein kurzlebiges radioaktives Isotop bildet. Die sich dabei unter der Einwirkung von Neutronen bildenden Isotope weisen eine unterschiedliche Strahlungsenergie beim Zerfall auf und können getrennt gemessen werden.

Detektoren, bei denen das feindisperse Pulver Aluminiumoxid ist, können für die Messung von Integralflüssen schneller Neutronen in harten Neutronenspektren verwendet werden.

Wenn der Detektor in seiner Mischung Aluminiumoxid und ein Kobaltsalz enthält, erhält man bei der Messung der Radioaktivität eine Aussage über den Integralfluß der thermischen Neutronen.

Enthält der Detektor in seiner Mischung Aluminiumoxid und Salze von Nickel und Eisen, so erhält man bei der Messung der Radioaktivität eine Aussage über den Integralfluß der schnellen Neutronen mit niedrigeren Schwellenenergien als bei Aluminium.

Ein Ersatz eines Teils des Polykondensationsharzes in der Mischung des Detektors durch ein Metalloxid senkt den Wasserstoffgehalt der Mischung und schwächt folglich die Thermalisierung schneller Neutronen ab. Das Vorliegen von Metalloxid in der polymeren Mischung erhöht auch die Strahlungsfestigkeit auf  $10^{20}$  Neutronen/cm<sup>2</sup>.

Demgegenüber ist zwar noch ein Aktivierungs-Neutronendetektor in Tablettenform bekanntgeworden (vgl. FR-PS 13 15 941), dessen Mischung Aluminium- und/oder Magnesiumoxid, sowie ein Bindemittel enthält. Wegen des mechanischen Durchmischens der Detektorbestandteile muß unter allen Umständen der Zusatz an neutronenaktivierbarem Material verhältnismäßig groß gewählt werden, um eine ausreichende Homogenität bzw. gleichmäßige Verteilung zu erzielen.

Beim erfindungsgemäß ausgebildeten Detektor wird dagegen eine kleine Menge des mindestens einen neutronenaktivierbaren Stoffs im Harz bis zur Ionen-Molekül-Dispersität aufgelöst, wonach die dann bereits erhaltene homogene Zusammensetzung mit dem mindestens einen weiteren neutronenaktivierbaren Stoff in Form des feindispersen Pulvers durchmischt wird. Auf diese Weise ist eine gleichmäßige Verteilung bzw. Homogenität in einem sehr weiten Intervall der Konzentrationsverhältnisse des mindestens einen ersten und des mindestens einen weiteren neutronenaktivierbaren Stoffs gesichert.

Zur Erzielung etwa gleich großer Aktivitäten der verschiedenen Isotope verwendet man zweckmäßig die Zusammensetzung nach dem Patentanspruch 7.

Ein solcher Detektor läßt sich zur Ermittlung des Spektrums schneller Neutronen durch Auswertung der Messung des  $\gamma$ -Spektrums der Isotope mittels eines Mehrkanal-Impulsanalysators und eines Halbleiterdetektors mit einer Nachweisempfindlichkeit von etwa 2 bis 5 keV verwenden.

Zur Herstellung eines Aktivierungs-Neutronendetektors, bei dem die Messung des  $\gamma$ -Spektrums nach der Bestrahlung auf einer einfacheren Mehrkanalapparatur unter Verwendung eines NaJ(Tl)-Szintillationskristalls als Geber durchgeführt werden kann, verwendet man zweckmäßig als Mischung eine feste Lösung von Indiumnitrat im Polykondensationsharz zusammen mit

einem Gemisch von Nickeloxid und Aluminiumoxid. Man wählt zweckmäßig in einem solchen Detektor zur Erzielung einer ungefähr gleichgroßen Aktivität der verschiedenen Isotope nach dessen Bestrahlung im Spektrum der Uranspaltungsneutronen ein Verhältnis der Komponenten gemäß dem Patentanspruch 9.

Den Aktivierungs-Neutronendetektor nach dem Patentanspruch 10 verwendet man als wärmefesten Doppelschwellen-Detektor.

Die Radioaktivität des Detektors, der in seinem feindispersen Pulver Eisensulfid enthält, mißt man nach seiner Bestrahlung über die  $\gamma$ -Aktivität von Mn 56, und nach dem Zerfall von Mn 56 mißt man die  $\beta$ -Aktivität von P 32.

Den Detektor, der in seinem feindispersen Pulver Quecksilbersulfid enthält, verwendet man ebenfalls als Doppelschwellen-Detektor mit Quecksilber und Schwefel. Dabei haben die neutronenempfindlichen Elemente Quecksilber und Schwefel, die in freier Form leicht schmelzen und sich verflüchtigen, im Pulver in Mischung mit dem Polykondensationsharz eine Wärmefestigkeit bis 250°C, während die leichteste Preßbarkeit und die höchste Festigkeit des Detektors beim folgenden Verhältnis der Komponenten gewährleistet wird: 80 Gewichtsteile Quecksilbersulfid und 20 Gewichtsteile Polykondensationsharz.

Zur Messung der Neutronentemperatur ist besonders geeignet der Detektor nach dem Patentanspruch 11.

Der erfindungsgemäß ausgebildete Aktivierungs-Neutronendetektor kann wie folgt hergestellt werden:

Man bereitet eine alkoholische Lösung eines warmhärmbaren Polykondensationsharzes zu. Dieser Lösung setzt man eine alkoholische Lösung von Salzen neutronenaktivierbarer Metalle mit nichtneutronenaktivierbaren Säureresten zu. Nun werden Pulver von alkoholunlöslichen freien Elementen, Oxiden bzw. Sulfiden von Eisen oder Quecksilber mechanisch zugemischt. Das Gemisch verrührt man intensiv und destilliert aus diesem den Alkohol ab. Man erhält dabei eine Resolmasse sirupähnlicher Konsistenz, die eine Lösung der genannten Salze im Resol darstellt sowie das erwähnte Pulver ungelöst enthält. Die Resolmasse wird zum Teil unter einem Vakuum von etwa 1330 bis 6700 Pa bei einer Temperatur von etwa 80°C während 2 bis 3 h bis zur Erzielung eines schmelzbaren unlöslichen Zustandes, der unter der Bezeichnung Resitol bekannt ist, ausgehärtet. Das erhaltene porige Resitol kühlt man auf Zimmertemperatur ab und mahlt man zu Pulver, aus dem Tabletten unter einem Druck von  $1,96 \cdot 10^7$  bis  $1,96 \cdot 10^8$  Pa gepreßt werden. Diese Tabletten bringt man in einen Thermostaten und hält man bei einer Endtemperatur von etwa 120 bis 150°C während 3 h, wodurch sie zu einem nichtschmelzbaren unlöslichen Zustand, nämlich Resitol, aushärten. Dabei gewinnen sie einen glasartigen Aufbau und eine hohe mechanische Festigkeit.

Durch diese Technologie wird insbesondere eine gleichmäßige Verteilung der Salze solcher neutronenempfindlicher Elemente gewährleistet, deren Gehalt im Detektor nach den Aktivierungsbedingungen dieser Elemente und den Meßbedingungen der Aktivität der gebildeten Isotope gering sein soll.

Die Abweichung des Konzentrationswertes der Elemente in den einzelnen Detektoren eines Loses von dem mittleren Wert übersteigt nicht 0,3 bis 0,5%.

Zum besseren Verstehen der Erfindung werden Ausführungsbeispiele für die Herstellung einzelner Aktivierungs-Neutronendetektoren angeführt.

## Beispiel 1

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat von Pulvern von Verbindungen neutronenempfindlicher Elemente und einer festen Lösung von Salzen neutronenempfindlicher Elemente in einem polymeren Gemisch darstellt, das aus 2 Gewichtsteilen Phenolformaldehyd-Resolharz und 1 Gewichtsteil Phenolbenzaldehyd-Novolakharz besteht. Als Pulver verwendete man elementaren Schwefel. Die feste Lösung enthält Eisennitrat. Das Verhältnis der Komponenten in einem solchen Detektor ist wie folgt: 25 Gewichtsteile

polymere Gemisch, 4 Gewichtsteile Eisennitrat, 71 Gewichtsteile elementarer Schwefel.

5 Nach der Bestrahlung mit einem Strom schneller Neutronen mißt man die Aktivität von Mn 56, das sich aus dem Eisen nach der Kernreaktion  $Fe\ 56(n, p)Mn\ 56$  gebildet hat, und dann nach dem Zerfall von Mn 56 nach Ablauf von 48 h mißt man die Aktivität von P 32, der sich nach der Reaktion  $S\ 32(n, p)P\ 32$  gebildet hat.

10 Nach diesen Angaben berechnet man die Flüsse der schnellen Neutronen an der Bestrahlungsstelle.

## Beispiel 2

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat eines Metalloxyds und einer festen Lösung von Metallnitrat ist.

Gegebenenfalls spielen die Oxide eine komplexe Rolle. Die in diesen enthaltenen Metalle sind nämlich neutronenempfindlich und dienen folglich dazu, Information über den Neutronenfluß zu erhalten; die Oxide erhöhen die Strahlungsfestigkeit der festen Lösung von Salzen im Polymeren bis zu einem Integralneutronen-

fluß von etwa  $10^{20}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> gegenüber  $10^{19}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> für Mischungen, die keine Oxide enthalten; der hohe Gehalt an Oxiden schwächt die Thermalisierung der schnellen Neutronen an den Kernen des in dem Harz enthaltenen Wasserstoffs ab.

20 In der Tabelle sind Zusammensetzungen einiger Detektormischungen angeführt, die Metalloxyde und feste Lösungen anderer Elemente im Phenolformaldehyd-Resolharz enthalten.

Tabelle

Zusammensetzung der Detektoren, die Metalloxyde und feste Lösung anderer Elemente im Phenolformaldehydharz enthalten

Oxide	Oxidgehalt	Harzgehalt	Gehalt an anderen Elementen in der festen Lösung im Harz
TiO <sub>2</sub>	50 Gewichtsteile	49 Gewichtsteile	Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> = 1 Gewichtsteil
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80 Gewichtsteile	19,9 Gew.-Teile	Co(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> = 0,1 Gewichtsteile
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	80 Gewichtsteile	18,9 Gew.-Teile	Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> = 1,1 Gewichtsteile
MgO	90 Gewichtsteile	9,99 Gew.-Teile	Co(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> = 0,01 Gew.-Teile

Diese oxidhaltigen Detektoren sind geeignet als Monitore zum Überwachen von Proben, die mit Integralneutronenflüssen von etwa  $10^{20}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> bestrahlt werden.

## Beispiel 3

Der Aktivierungs-Neutronendetektor besitzt die gleiche Zusammensetzung an neutronenempfindlichen Materialien wie auch im Beispiel 2, man verwendet jedoch als Polykondensationsharz Melaminformaldehydharz. Nach seinen Eigenschaften unterscheidet sich der Detektor von dem im Beispiel 2 beschriebenen Detektor nicht.

## Beispiel 4

Der Aktivierungs-Neutronendetektor besitzt die gleiche Zusammensetzung an neutronenempfindlichen Materialien wie auch in Beispiel 2, man verwendet jedoch als Polykondensationsharz Resorzinformaldehydharz. Die Eigenschaften dieses Detektors unterscheiden sich von den Eigenschaften des im Beispiel 2 beschriebenen Detektors nicht.

## Beispiel 5

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat von Aluminiumoxid und einer festen Lösung von Nickelazetat im Phenolformaldehyd-Resolharz darstellt. Die Komponenten sind in folgendem Verhältnis enthalten: 10 Gewichtsteile Phenolformaldehyd-Resolharz, 89,5 Gewichtsteile Aluminiumoxid, 0,5 Gewichtsteile Nickelazetat.

Ein solcher Detektor kann wie folgt hergestellt werden:

40 Gewichtsteile einer 25prozentigen Resollösung gibt man 0,5 Gewichtsteile Nickelazetat, gelöst in Alkohol, zu. Diesem Gemisch gibt man feindisperses Pulver von chemisch reinem Aluminiumoxid in einer Menge von 89,5 Gewichtsteilen zu. Das Gemisch wird intensiv verrührt und aus diesem Alkohol bei einer Temperatur von etwa 60 bis 70°C eingedampft. Den erhaltenen Rückstand kühlt man auf Zimmertemperatur ab, mahlt diesen zu Pulver und siebt ihn durch ein Sieb mit einer Siebmaschenweite von höchstens 100 µm. Aus

diesem Pulver preßt man Tabletten, die bei einer Temperatur von etwa 150°C endgültig ausgehärtet werden. Die nach dem Erhärten erhaltenen Tabletten sind Detektoren, welche zur Ermittlung der Integralflüsse schneller Neutronen geeignet sind.

#### Beispiel 6

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat von Magnesiumoxid und einer festen Lösung von Kobaltpropionat im Phenolformaldehyd-Resolharz darstellt.

Die Komponenten sind im Detektor in folgendem Gewichtsverhältnis enthalten: 74,995 Gewichtsteile Magnesiumoxid, 0,005 Gewichtsteile Kobaltpropionat, 25 Gewichtsteile Phenolformaldehydharz.

Ein derartiger Detektor wird wie folgt hergestellt:

In 50 Gewichtsteile 50prozentiger alkoholischer Lösung von Phenolformaldehyd-Resolharz trägt man 0,005 Gewichtsteile Kobaltpropionat in Form alkoholischer Lösung ein. Aus dem erhaltenen Gemisch entfernt man den Alkohol und mahlt den Rückstand zu Pulver. Das erhaltene Resitolpulver vermischt man mit 74,995 Gewichtsteilen Pulver von chemisch reinem Magnesiumoxid, wonach man aus dem Gemisch Tabletten preßt, die bei einer Temperatur von 150°C während 2 bis 3 h gehärtet werden.

Den Detektor verwendet man zur Ermittlung von Integralflüssen schneller Neutronen von  $10^{20}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> bei einer Temperatur bis 300°C in der Bestrahlungzone.

#### Beispiel 7

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat von Aluminiumoxid und einer festen Lösung von Eisennitrat in Phenolformaldehyd-Resolharz darstellt. Die Detektorkomponenten sind in folgendem Gewichtsverhältnis enthalten: 97 Gewichtsteile Aluminiumoxid, 0,05 Gewichtsteile Eisennitrat, 2,95 Gewichtsteile Phenolformaldehydharz.

Der Detektor mißt einen Integralneutronenfluß von  $10^{21}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> bei einer Temperatur bis 1400°C.

#### Beispiel 8

Die Zusammensetzung des Detektors an neutronempfindlichen Elementen ist gleich der im Beispiel 7, man verwendet jedoch als Polykondensationsharz ein Gemisch von Phenolformaldehyd-Resolharz und Anilin-formaldehydharz in einem Verhältnis von 1:1. Die Eigenschaften des Detektors sind gleich denen des im Beispiel 7 beschriebenen Detektors.

#### Beispiel 9

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat eines Gemisches von Aluminiumoxid Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Nickeloxid Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Eisenoxid Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und Thalliumoxid Tl<sub>2</sub>O und einer festen Lösung von Salzen des Indium In<sup>3+</sup> und Quecksilbers Hg<sup>2+</sup> mit einem neutroneninsten Säurerest in Kopolymerisat von Phenolformaldehyd-Resolharz mit m-Chlorphenol-Formaldehydharz darstellt.

Die Detektorkomponenten sind in folgendem Gewichtsverhältnis enthalten: 15 Gewichtsteile Aluminiumoxid, 10 Gewichtsteile Nickeloxid, 3 Gewichtsteile Eisenoxid, 1 Gewichtsteil Thalliumoxid, 0,03 Gewichtsteile Indiumnitrat, 0,1 Gewichtsteil Quecksilbernitrat, 10

Gewichtsteile eines 5 Gew.-% Chlor enthaltenden Kopolymerisats.

Der genannte Detektor wird wie folgt hergestellt:

30 Gewichtsteile Aluminiumoxid, 20 Gewichtsteile Nickeloxid, 6 Gewichtsteile Eisenoxid und 2 Gewichtsteile Thalliumoxid vermischt man mit 20 Gewichtsteilen 25prozentiger alkoholischer Lösung eines Kopolymerisats von Phenolformaldehyd-Resolharz mit 10 Gew.-% Chlor enthaltendem m-Chlorphenol-Formaldehydharz. Die Masse verrührt man intensiv, wonach man aus dieser den Alkohol abdestilliert und diese zum Resitolzustand aushärtet. Das erhaltene Konglomerat mahlt man bei Zimmertemperatur zu Pulver, das durch ein Sieb mit einer Siebmaschinenweite von höchstens 50 µm gesiebt wird. Von diesem Pulver nimmt man 34 Gewichtsteile und vermischt dieses mit 5,13 Gewichtsteilen Pulver, welches eine feste Lösung von 0,1 Gewichtsteilen Quecksilbernitrat und 0,03 Gewichtsteilen Indiumnitrat in 5 Gewichtsteilen Phenolformaldehyd-Resolharz in der Resitolstufe darstellt.

Die Pulver werden intensiv vermischt, wonach das Gemisch zu Tabletten gepreßt und diese bei einer Temperatur von 150°C ausgehärtet werden.

Die erhaltenen Detektoren bestrahlt man im Spektrum schneller Neutronen mit einem Integralneutronenstrom von etwa  $10^{17}$  Neutronen/cm<sup>2</sup> (Detektorgewicht 100 mg).

Dabei werden die Detektoren zum Vermeiden des Beitrags der thermischen Neutronen mit metallischem Kadmium abgeschirmt.

Durch die Bestrahlung kommen unter der Einwirkung von energiereichen Neutronen an den Elementen In, Hg, Ni, Fe, Al, Tl und Cl Schwellenkernreaktionen zustande.

Unter Anwendung einer radiometrischen Mehrkanalapparatur mit Halbleiterdetektoren von hohem Auflösungsvermögen bestimmt man getrennt die Aktivität jedes der gebildeten Isotope. Die Aktivität von nach der Reaktion C 35 (n, α) P 32 gebildetem P 32 wird mittels der β-Strahlung gemessen.

Aus den erhaltenen Aktivierungsangaben wird das Spektrum der schnellen Neutronen an der Bestrahlungsquelle ermittelt.

#### Beispiel 10

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein Konglomerat eines Gemisches der Oxide Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit einer festen Lösung von Indiumnitrat in Phenolformaldehyd-Resolharz darstellt.

Das Verhältnis der Komponenten ist wie folgt: 25 Gewichtsteile Nickeloxid, 40 Gewichtsteile Aluminiumoxid, 2,5 Gewichtsteile Indiumnitrat, 50 Gewichtsteile Phenolformaldehydharz.

Der Detektor wird nach der in Beispiel 9 beschriebenen Technologie hergestellt.

Nach der Bestrahlung des in einen Kadmiumüberzug eingebrachten Detektors mißt man im Spektrum der schnellen Neutronen die Aktivität des Detektors auf einen Mehrkanalimpulsanalysator mit Hilfe eines NaJ (Tl)-Szintillationskristalls. Die erhaltenen Angaben liefern ein angenähertes Bild der energetischen Verteilung der schnellen Neutronen in der aktiven Zone eines Kernreaktors.

#### Beispiel 11

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, in der die

Komponenten in folgendem Gewichtsverhältnis enthalten sind: 15 Gewichtsteile Aluminiumoxid, 10 Gewichtsteile Nickeloxid, 3 Gewichtsteile Eisenoxid, 1 Gewichtsteil Thalliumoxid, 0,1 Gewichtsteile Quecksilbernitrat, 0,03 Gewichtsteile Indiumnitrat, 20 Gewichtsteile Copolymerisat von Phenolformaldehydharz mit m-Chlorphenol-Formaldehydharz, das 25 Gew.-% Chlor enthält.

Nach den Eigenschaften unterscheidet sich der Detektor von dem in Beispiel 9 beschriebenen Detektor nicht.

#### Beispiel 12

Der Detektor besitzt die gleiche Zusammensetzung an neutronenempfindlichen Elementen wie auch der in Beispiel 10 beschriebene Detektor, enthält jedoch als Polykondensationsharz Resorzinformaldehyd-Resolharz. Nach den Eigenschaften unterscheidet sich der Detektor von dem in Beispiel 10 beschriebenen nicht.

#### Beispiel 13

Der Aktivierungs-Neutronendetektor stellt eine geformte und gehärtete Mischung dar, deren Material ein

Konglomerat von Pulver des roten Phosphors und einer festen Lösung von Lutetiumazetat in Phenolformaldehydharz ist.

Das Verhältnis der Komponenten ist wie folgt: 25 Gewichtsteile roter Phosphor, 2 Gewichtsteile Lutetiumazetat, 73 Gewichtsteile Phenolformaldehydharz. Der Detektor ist betriebsfähig bis zu einer Temperatur von 300°C und entzündet sich nicht bei Reibung und Stoß. Dieser Detektor ist geeignet zur Ermittlung von Neutronen-Temperaturen.

#### Beispiel 14

Der Aktivierungs-Neutronendetektor besitzt eine ähnliche Zusammensetzung wie der in Beispiel 13 beschriebene Detektor, enthält jedoch als Salz von Lutetium mit einem neutroneninerten Säurerest Lutetiumnitrat  $\text{Lu}(\text{NO}_3)_3$ . Den Detektor verwendet man als Doppelschwellendetektor, und zwar bis zu einer Temperatur von 400°C an der Luft und bis zu einer Temperatur von 800°C im Vakuum oder in einem Inertgas.