

T.A.E.C.

ÇEKMECE NUCLEAR RESEARCH AND TRAINING CENTER

İSTANBUL - TURKEY

ÇNAEM-R-147

DOSAGE RADIOMETRIQUE DU THORIUM DANS LES MINERAIS
DE TURQUIE

par

R. Uzmen et B. İpekoğlu

P.K. 1, Hava Alanı, İstanbul, Turkey

1975

**DOSAGE RADIOMETRIQUE DU THORIUM DANS LES MINERAIS
DE TURQUIE**

par

R. UZMEN et B. İPEKOĞLU

1975

ÖZET:

Türkiye Toryum cevherlerinin fiziksel zenginleştirme işlemlerinde toryumun süratli ve rutin analizine ihtiyaç olduğundan, cevher içinde Th^{232} ile izotopik dengede bulunan Pb^{212} nin 0,24 MeV'deki pikinin sayımından yararlanılarak toryum miktar taylor eğrisi çizilmiştir. Kimyasal yol ile daha önceden cevher içindeki toryum miktarı taylor edilmiş olduğundan ayrıca standart toryum bileşiği kullanılmamıştır.

RESUME:

Au cours des opérations d'enrichissement du thorium par voie mécanique dans les minerais turcs une méthode rapide et routinière du thorium s'impose. Dans ce but nous avons développé un dosage radiométrique en nous basant sur le taux de comptage du pic (0,24 MeV) du Pb^{212} en équilibre isotopique avec Th^{232} . L'emploi d'un composé standard de thorium n'est plus nécessaire, étant donné qu'une détermination préalable de la quantité exacte du thorium dans le minerai par voie chimique a été effectuée.

SUMMARY:

There is a great need for rapid and continuous analysis of thorium during the physical enrichment processes of the Turkish thorium minerals; consequently a quantitative determination curve of thorium was drawn by counting the 0.24 MeV gamma ray peak of Pb^{212} which is in isotopic equilibrium with Th^{232} . The use of standard thorium component was useless, since quantitative determination of thorium in the mineral was carried out beforehand by chemical methods.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) RODDEN, C. J. et GOLDBECK, C. G. Report A-2936, oct. 1946
- (2) GRIMALDI, F. S. et CHARLOTTE, A. M. Report 44, sept. 1947
- (3) WILLIAMS, J. P. et al. Report A-2912, vol I. jan. 1946
- (4) RODDEN, C. J. Analytical Chemistry of the Manhattan Project 1950, p. 199
- (5) GRIMALDI, F. S., JENKINS, L. B. et FLETCHER, M. H., Anal. Chem. 29; 848; 1957
- (6) FRITZ, J. S. et BRADFORD, E. C. Anal. Chem. 30; 1021; 1958
- (7) RODDEN, C. J. Analysis of Essential Nuclear Reactor Materials USAEC Division of Techn. Inf. 1964, p. 1121
- (8) REYNOLDS, S. A. Talanta 10; 611 (1963)
- (9) TOMIDA, E. K. et ABRAO, A. Determinação Radiométrica de Tório em monazitas do Brasil, No. 213, IEA Brasil

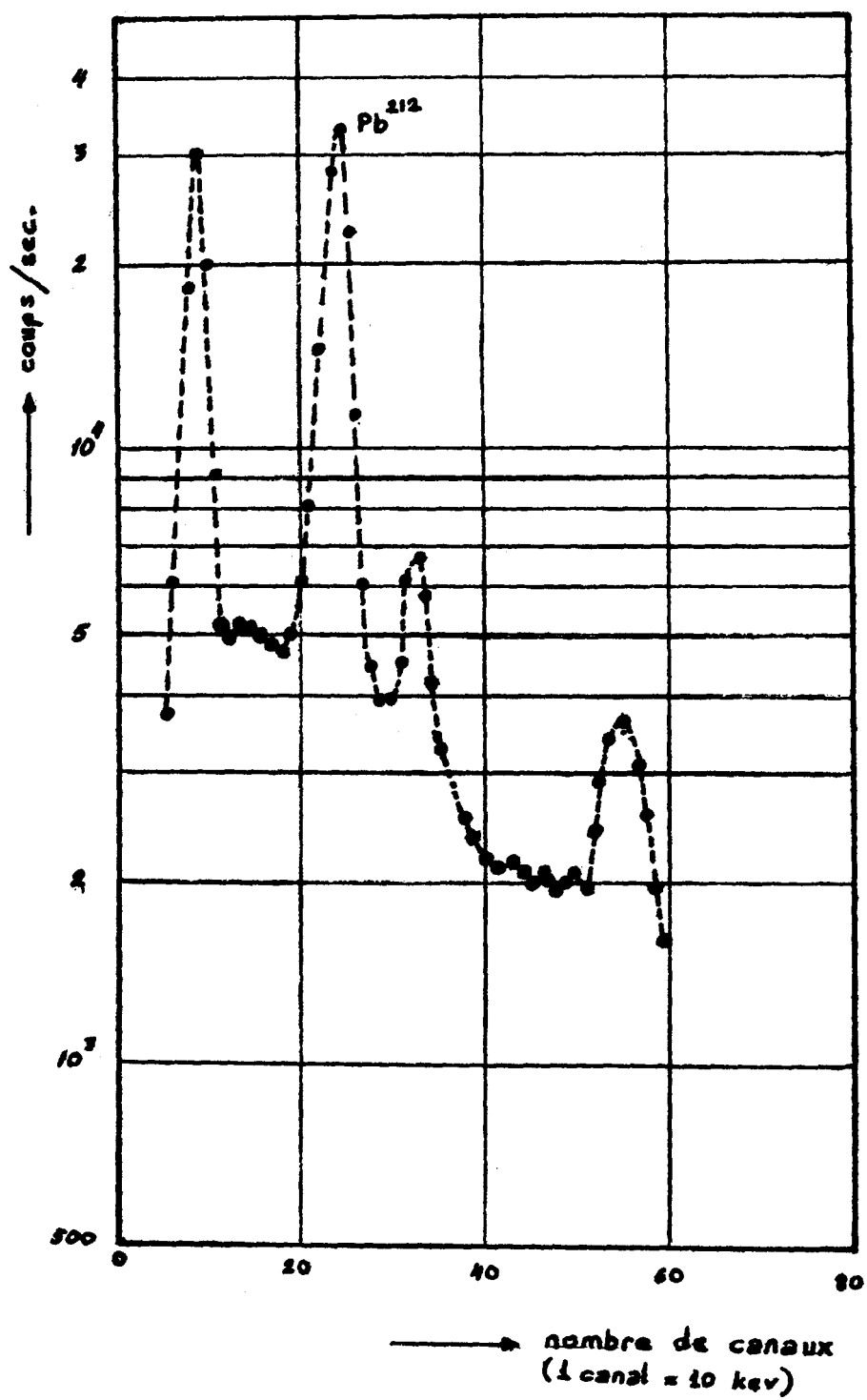


Fig. 1. Le spectre du Th²³² et de ses produits de désintégrations.

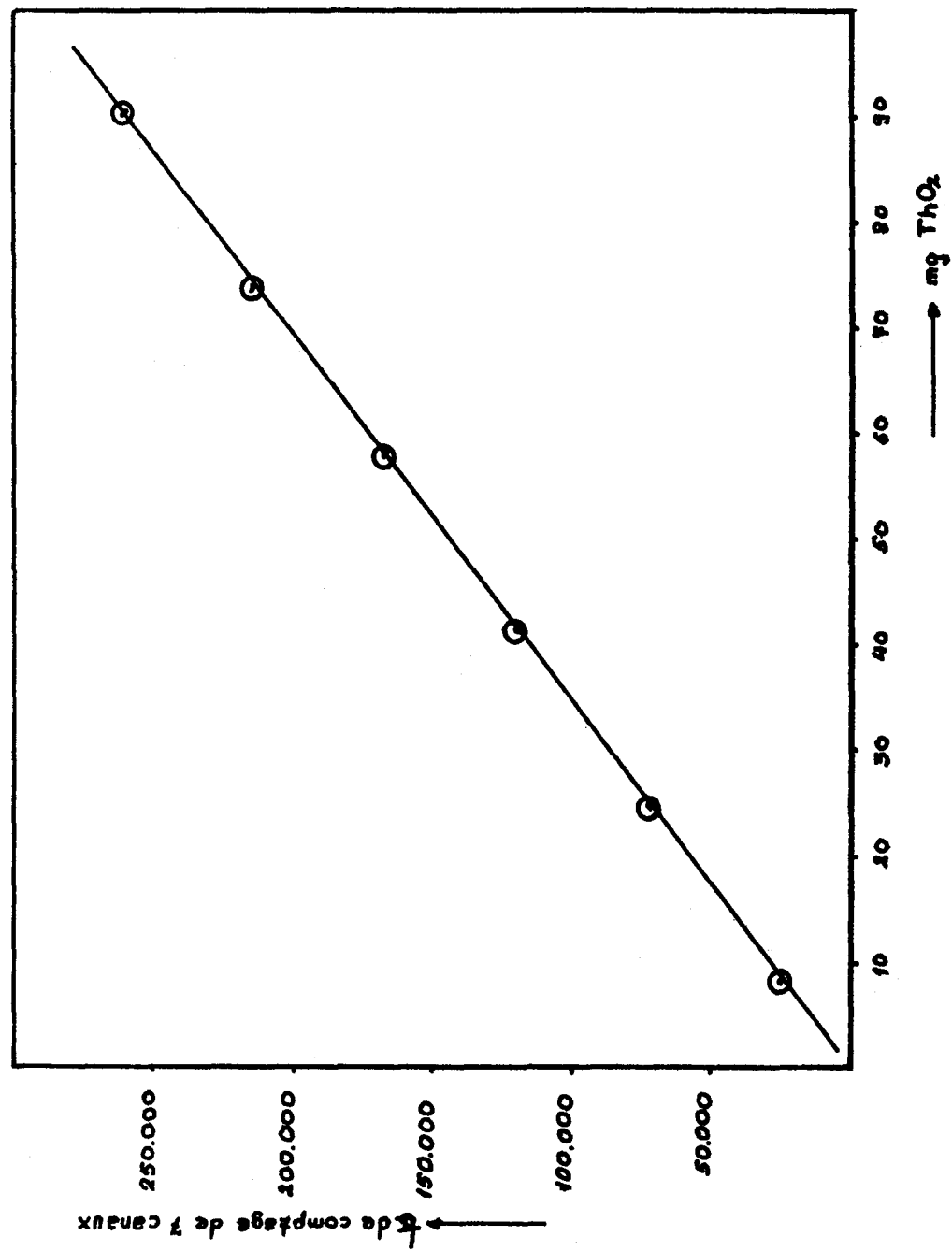


Fig. 2. La courbe de calibration pour la détermination du Th dans les minerais.

INTRODUCTION

Les minerais de thorium rencontrés dans la région d'Eskişehir (Turquie) montrent par leur réserve la possibilité d'un traitement en vue de l'usage nucléaire.

De ce point de vue, les essais préliminaires pour l'enrichissement mécanique (table vibrante, flottation...) et magnétique du thorium dans les minerais auront lieu au Centre de Recherches Nucléaires de Çekmece. Au cours de ces recherches le dosage rapide et routinier du thorium dans les portions des minerais obtenues sera indispensable.

Pour le dosage du thorium on possède déjà deux méthodes essentielles: chimique et radiométrique.

La méthode chimique exige principalement la séparation du thorium des terres rares, de l'uranium, du titane, du zirconium, du silicium et des phosphates. Dans la méthode radiométrique par contre qui s'effectue sans destruction du minerai il suffit de compter les radiations provenant de la désintégration naturelle du Th^{232} .

Tout en étant plus rapide et plus simple, le dosage radiométrique n'est cependant pas aussi précis que la méthode chimique.

METHODES CHIMIQUES

Les principales méthodes chimiques utilisées pour le dosage du thorium sont les méthodes gravimétriques, volumétriques, colorimétriques et électrométriques.

Quelle que soit la méthode appliquée, le minerai doit être pulvérisé aussi fin que possible (généralement au-dessous de 200 mesh). Après quoi, selon la méthode choisie, l'échantillon du minerai doit subir une attaque par H_2SO_4 , H_2SO_4 -HF ou une désagregation par NaOH, NaHSO_4 , KHF ou Na_2O_2 .

Les principales méthodes gravimétriques pour le dosage du thorium peuvent être classées de la façon suivante:

- a) Méthode phosphate-héxamine-peroxyde; (1)
- b) " hydroxyde-fluorure-peroxyde; (2)
- c) " fluorure-héxamine-oxalate; (3)
- d) " iodate-oxalate. (4)

Pour le dosage spectrophotométrique on emploie le "thoron" ou le "thorin" (5) ou "arsénazo" (6).

Pour notre minerai nous avons appliqué la méthode de l' "iodate-oxalate". La teneur en thorium ainsi trouvée dans le minerai est de 0,833 % ThO_2 . Les macro-éléments contenus dans ledit minerai sont indiqués au tableau 1.

METHODE RADIOMETRIQUE

Principe de la Méthode:

La désintégration naturelle du thorium fournit deux voies pour son dosage:

-comptage de l'activité α du Th^{228} , au cas où l'uranium naturel n'existe point;

-comptage de l'activité γ d'un radioisotope en équilibre avec Th^{232} . (7)

Quelle que soit la voie utilisée il faut que la teneur en Th soit déterminée préalablement par une méthode chimique.

Il existe entre les teneurs en thorium et les taux de comptage de la radioactivité d'un radioisotope en équilibre isotopique un rapport linéaire. Une fois ce rapport établi, on peut déterminer la radioactivité d'une quantité donnée du minerai et rapporter le résultat sur le graphique pour trouver la quantité correspondante en thorium.

Dans notre procédé nous avons choisi l'activité γ du Pb^{212} en équilibre isotopique qui possède un pic à 0,24 MeV. D'autres chercheurs ont choisi Tl^{208} (Th C") en équilibre isotopique dont le pic est à 2,20 MeV. (8)

Mode Opératoire:

Au cours de nos travaux nous avons utilisé l'analyseur à 400 canaux à cristal NaI (Tl) 3"x3" (Intertechnique) et les tubes de comptage en nylon-101 de 6 cm de hauteur, 2,5 cm de diamètre extérieur et de 1 mm d'épaisseur.

Pour faire le dosage il est nécessaire qu'en dehors du thorium et ses produits de désintégration n'existe aucun autre radioélément.

Nous avons pris 5 g de minerai pulvérisé à -100 mesh (Tylor) et compté entre 0-1 MeV, pendant 1/2 h. Comme on peut remarquer sur la fig.1 le spectre de notre minerai correspond exactement au spectre

du Th^{232} . (cf. réf. 7, p.1122)

Afin d'établir la relation entre les taux de comptage du Pb^{212} et les teneurs en thorium, on met dans les tubes 1, 3, 5, 7, 9 et 11 g de minerai pulvérisé à -100 mesh et on compte entre 0-1 MeV. On additionne les taux de comptages de 7 canaux, trois canaux étant pris de part et d'autre du canal central correspondant à 0,24 MeV. On soustrait de cette somme la somme des taux de comptage du bruit de fond des mêmes canaux et on rapporte les résultats sur le graphique. Le tableau 2 montre les résultats des taux obtenus avec les 6 échantillons avec leurs teneurs en ThO_2 correspondantes. De même la correspondance établie entre les comptages et les teneurs est indiquée sur la fig.2.

La hauteur du minerai pulvérisé dans le tube de comptage étant effective sur la géométrie de comptage, les quantités de minerais à doser doivent être entre 3 et 9 g.

L'erreur relative entre les méthodes chimique et radiométrique avait été déterminée dans un travail ultérieur (9), soit +0,33 % et +0,76 %.

Remerciement: Nous adressons nos vifs remerciements au Dr. Sevim Okar pour sa coopération durant nos mesures.

Tableau 1;

La composition du minerai séché (120°)

ThO ₂	0,833 %
P ₂ O ₅	3,58 %
SiO ₂	25,12 %
Fe ₂ O ₃	8,07 %
MnO ₂	13,0 %
Al ₂ O ₃	13,2 %
BaO	14,37 %
CaO+MgO	11,2 %
Terres rares	0,7 %
Perte par chaleur	8,20 %

Tableau 2

quantité de minerai (g)	ThO ₂ (mg)	Somme des taux de comptage de 7 canaux
1	8,33	25 068
3	24,99	73 858
5	41,65	121 453
7	58,31	167 736
9	74,97	213 246
11	91,63	258 282