

Aktivációs analitikai gyakorlat

Orosz Katalin, Tarcai Norbert, Tóth Bence

fizikus, 3. évfolyam

2006.03.09. csütörtök

beadva: 2005.03.23.

A mérés lényege:

A mérés során alkalmazott módszer ismeretlen összetételű minták minőségi és mennyiségi analízisére alkalmas. A módszer lényege, hogy neutronokkal besugározzuk a mintát, ekkor az izotópok egy részéből radioaktív izotópok lesznek. Közvetlenül a magreakciókat követően, valamint a radioaktív izotópok β -bomlása során γ -foton bocsájtódik ki. Mi a β -bomlás során keletkezett γ -fotonokat detektáltuk, hiszen a mérésre az aktiválás után volt lehetőségünk, prompt gamma aktivációs analitikára nem.

Felmerül a kérdés, hogy miért éppen neutronnal sugározzuk be a mintát, hiszen töltött részecskével, γ -fotonnal is megtehetnénk. Azért, mert neutronnal való besugárzásakor ugyanis küszöbenergia nélküli elektronbefogást használhatunk. A neutronok elnyelődve a magban azt erősen gerjesztett állapotba hozzák, amely így β -instabil lesz. A mérés során pedig a keletkezett β -bomló leánymag gerjesztett állapotból legerjesztődve γ -fotont bocsájt ki.

A γ -fotonokat nagy tisztaságú germánium detektorral észleltük. A félvezető jele formálás után AD konverterre, majd PC-re jutott. 4095 csatornával mértünk, s ahhoz, hogy megkapjuk az energiaspektrumot a sokcsatornás analizátort természetesen kalibrálni kellett, amit a ^{137}Cs egy, illetve a ^{60}Co két vonalára egyenes illesztésével tettünk meg.

A detektorba érkező γ -foton hatására a spektrumon megjelenő fotocúscot keressük. Ezen kívül még megjelennek más csúcsok, is például a Compton-hátságon rajta ülő, a fotocúscstól 511 keV-re lévő egyszeres, illetve attól egy szintén 511 keV-re lévő kétszeres kiszökési csúcs, illetve megjelenhetett még egy visszaszóródási csúcs is. A mért minta spektrumának kiértékelésekor tehát bizonyos csúcsokat figyelmen kívül kellett hagyni az összetétel meghatározásakor. (Természetesen itt az esetleges véletlen összegzési csúcsokat is figyelmen kívül hagytuk.)

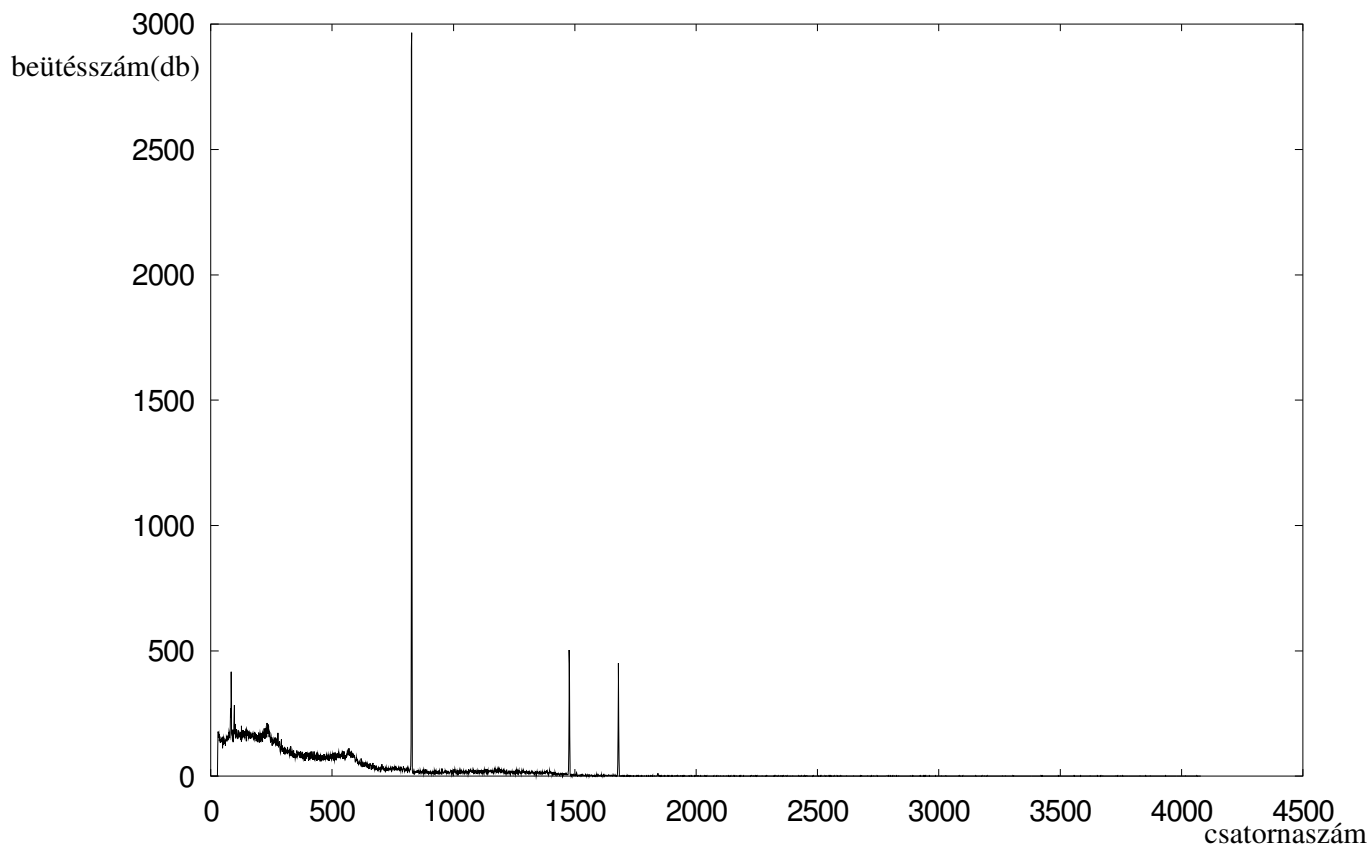
Első feladatként tehát a kalibrálást végeztük el, ahol három ismert energiaértékre egyenest illesztettünk. Ezután egy felaktivált minta összetételét határoztuk meg a γ -spektrumon megjelenő csúcsai alapján. Végül pedig három ismert mennyiségű vizsgálandó anyagot tartalmazó minta azonos körülmények közötti aktiválása után relatív módszerrel egy, a mérni kívánt anyagot ismeretlen mennyiségben tartalmazó mintát vizsgáltunk. Az elemzendő mintában található anyag mennyiségét ekkor a teljesenergia-csúcsok nettó beütésszámának ismeretében megkaphatjuk, nincs szükség a detektor hatásfokának ismeretére.

Mérési eszközök:

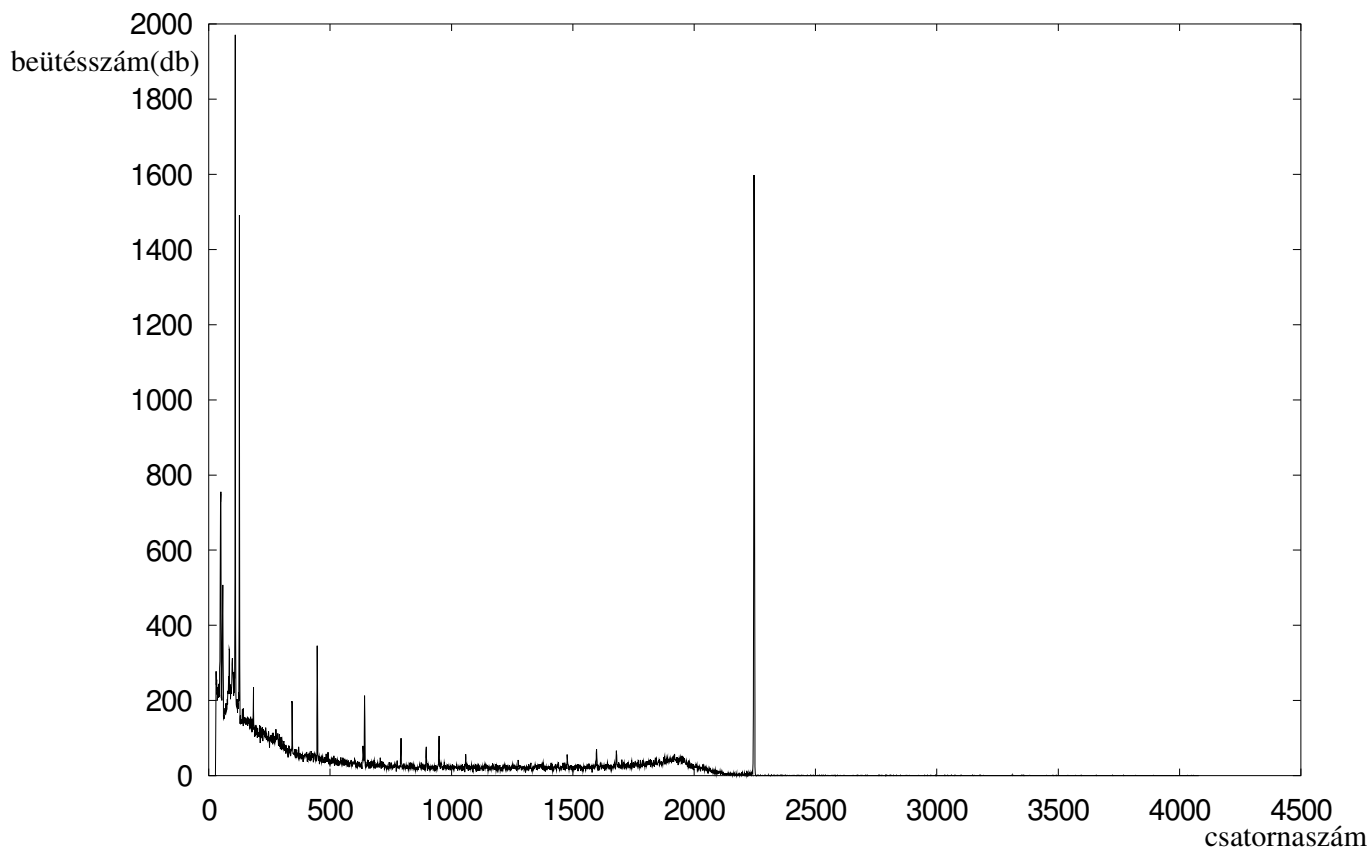
ACCUSPEC HPGE félvezető detektor
Nagyfeszültségű tápegység a detektorhoz: 4000V
Sokcsatornás analizátor: 4095 csatorna

1 A mérés kezdete előtt be kellett kalibrálni a feldolgozó programot ^{60}Co -at és ^{137}Cs -et tartalmazó mintával. A kobalt két (kisebb) csúcsa 1173 és 1332,5keV-nél, míg a cézium (nagyobb) csúcsa 662keV-nél van. A három csatornaszám 1482, 1685 és 834-nél volt, a három pontra illesztett egyenes egyenlete: $0,788 \cdot \text{CH} + 4,894$.

A spektrum:



2. Ezután kezdődhetett a valódi mérés. Először egy 5,15mg-os, 10kW-on 30s-ig aktivált mintát mértünk 5 percig. A spektrum:



A csúcsok kimért (és a program által rögtön energiával ellátott) helyei, a hozzá tartozó elméleti energiaértékek, a kibocsátó elem valamint a felezési idő vagy a kiszökési csúcs sorszáma.

$E_{mért}(keV)$	$E_{elm}(keV)$	elem	felezési idő/megjegyzés
1779,4	1778,9	Al-28	2,31min
1268,2		Al-28	1x-es kiszökési
843,7	844	Mg-27	9,45min
757		Al-28	2x-es kiszökési
715,3	715,2	Dy-165	2,36h
633,4	633,1	Dy-166	2,36h
515,2	515,5	Dy-165m	1,35m
361,6	361,7	Dy-165	2,36h
279,7	279,5	Dy-165	2,36h
95,4	94,6	Dy-166	2,36h

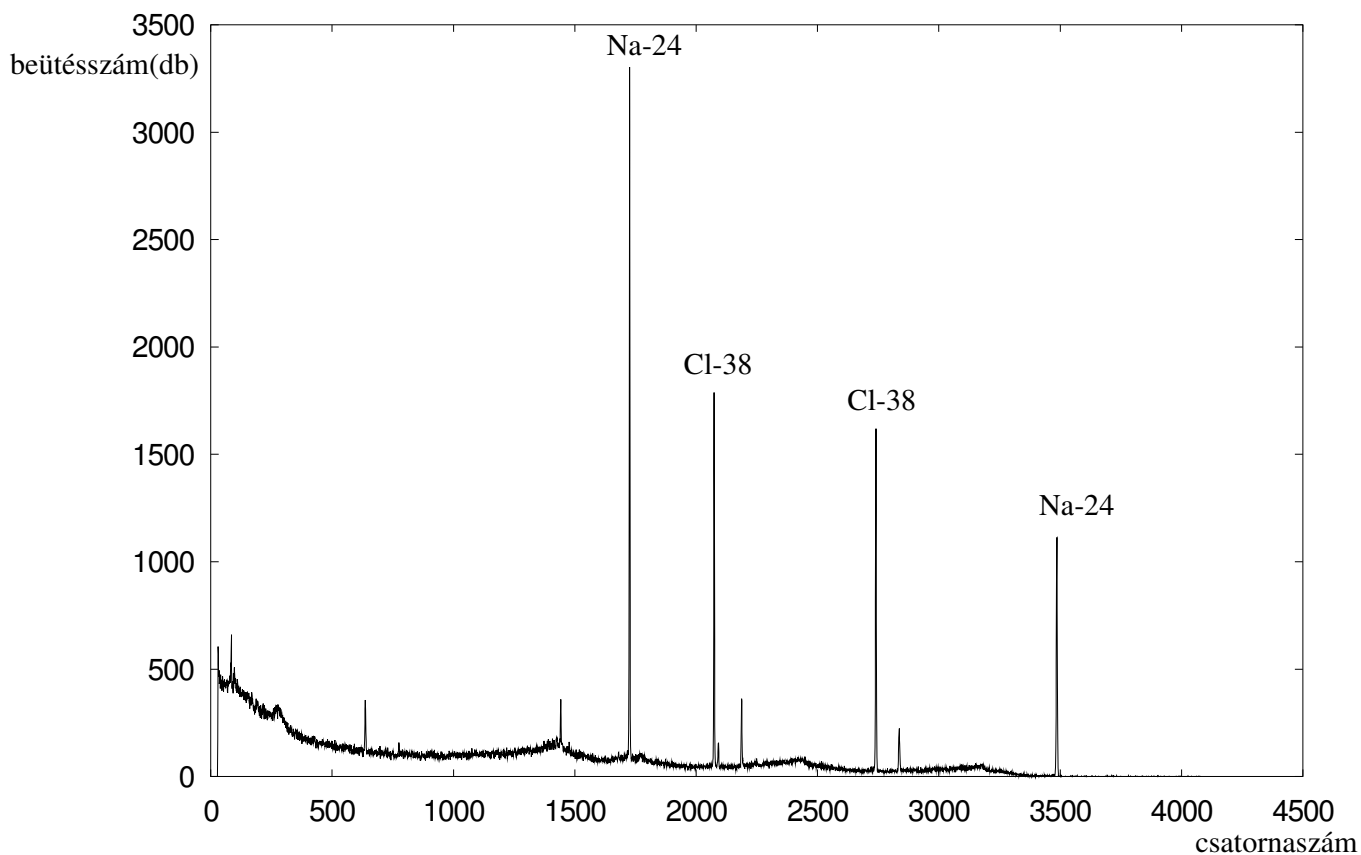
Vagyis a minta diszprózium volt, az alumínium a csomagolóanyag, amiben a reaktorban volt, azért az is felaktiválódott, de ha vártunk volna még vele 5-6 felezési időt, akkor az a három csúcs nem jelent volna meg, valamint az alumínium bomlásából származó magnézium sem. A spektrumban benne vannak még a kalibráló kobalt és cézium vonalai, amelyek hiába voltak távol elhelyezve a mérőműszertől, viszonylag nagy aktivitásuk miatt ezek is beleszóltak a spektrumba, de ezt a három csúcsot nem vettük bele a táblázatba.

3 Ezután következett a mennyiségi analízis. Mind a négy mintát 20s-ig sugározták be 10kW-on, mi pedig öt percig mértük. Az alábbi táblázatban feltüntettük az egyes mérések paramétereit, valamint az utólag meghatározott görbe alatti nettó területeket.

A 2. számú mintán kimértük a csúcsok helyeit. Itt a hozzá tartozó elméleti energiaértékek, a kibocsátó elem valamint az egyéb megjegyzések a csúcsokról láthatók:

$E_{mért}(keV)$	$E_{elm}(keV)$	elem	felezési idő/megjegyzés
2755,2	2753,6	Na-24	15h
2244,0		Na-24	1x-es kiszőkési
2168,4	2166,8	Cl-38	37,29min
1732,1		Na-24	2x-es kiszőkési
1657,3		Cl-38	1x-es kiszőkési
1643,1	1642,0	Cl-38	37,29min
1369,0	1368,4	Na-24	15h
1145,3		Cl-38	2x-es kiszőkési
511,3			Párkeltés

A 2. minta spektruma:

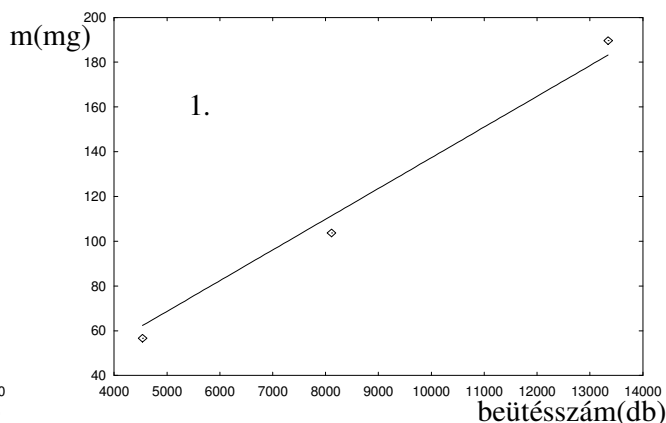
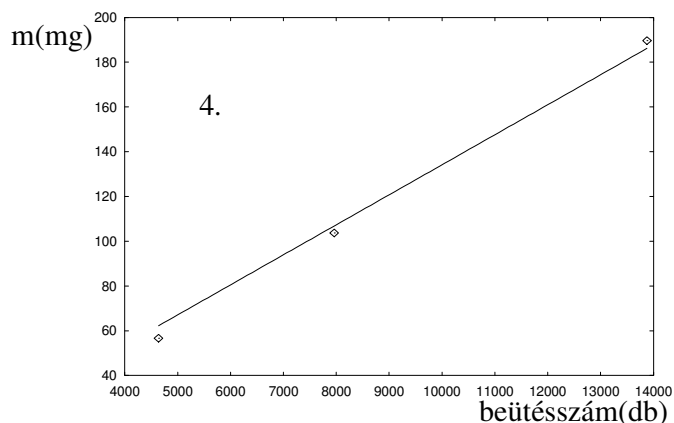
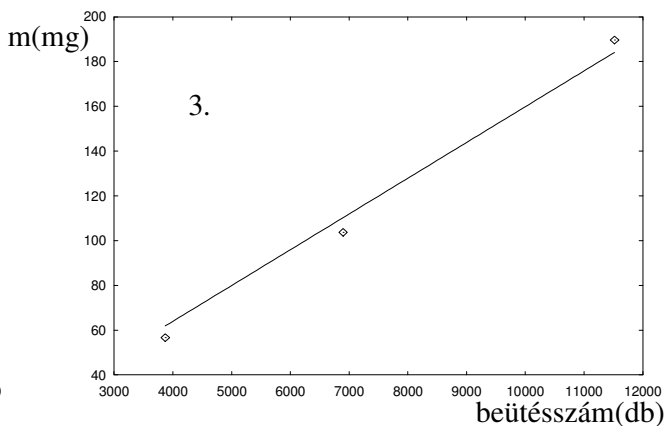
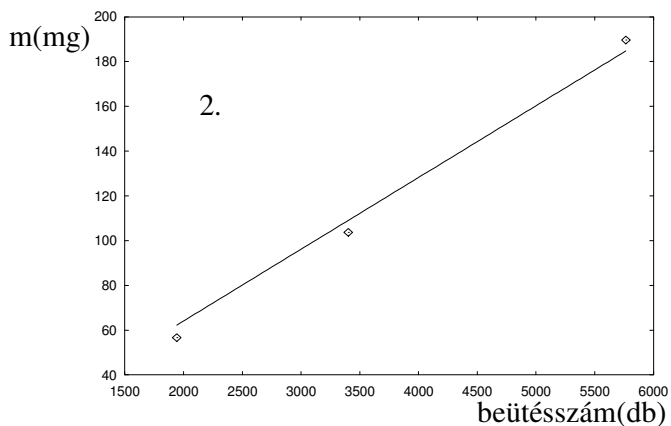


sorszám	a besugárzás befejezése	mérés kezdete	tömeg(mg)	$T_{Na-24\ 2755}$	$T_{Na-24\ 1368}$	$T_{Cl-38\ 2167}$	$T_{Cl-38\ 1642}$
2	9:17	9:58	189,60	5586±73	11160±79	6476±77	6228±76
3	9:18	10:06	103,64	3279±56	6648±78	3262±55	3324±56
4	9:18	10:15	56,59	1859±40	3705±59	1607±37	1573±37
1	9:17	10:23	?	3068±54	6314±77	2361±46	2270±45

A mért beütésszámtételeket szorozni kellett egy $2^{\frac{T}{T_{1/2}}}$ korrekciós faktoral az eltérő hűtési idők miatt, ahol $T_{1/2}$ az adott izotóp felezési ideje, T pedig a besugárzástól a mérés kezdetéig eltelt idő:

sorszám	tömeg(mg)	T_{Na-24} 2755 korr	T_{Na-24} 1368 korr	T_{Cl-38} 2167 korr	T_{Cl-38} 1642 korr
2	189,60	5770±80	11500±80	13877±200	13300±200
3	103,64	3400±60	6900±80	7961±100	8100±100
4	56,59	1940±40	3870±60	4636±100	4500±100
1	?	3240±60	6670±80	8836±200	8500±200

A minták tömegét a beütésszámok függvényében ábrázolva és azokra az a*x egyenest illesztve:



Az a paraméter értéke az egyes egyenesek alapján (mg/beütés egységekben):

0,0320±0,0009
0,0160±0,0005
0,0134±0,0003
0,0137±0,0005

Az ismeretlen tömegű minta beütésszámai (T_{ism}):

3240±60
6670±80
8800±200
8500±200

$a \cdot T_{ism}$ (mg):

104±5
107±5
118±5
116±7

Ebből átlagolva megkapjuk az ismeretlen tömegű minta tömegét:
(111±5)mg

Ha a beütésszámot és a tömeget arányároknak tekintjük, azaz elhagyunk mindenféle korrekciót, és így próbáljuk megbecsülni a tömeget, akkor ≈109mg-ot kapunk, ami jól illeszkedik a pontosabban számolt értékhez.