

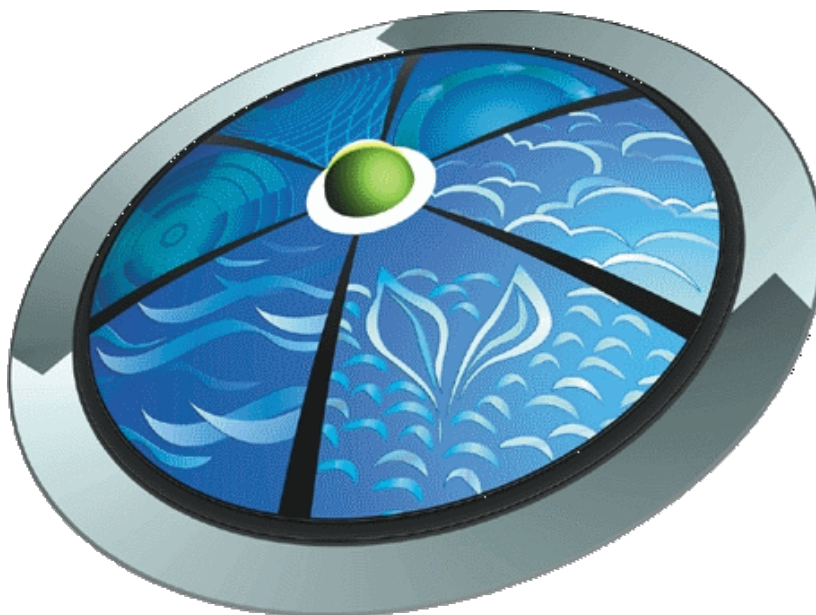
Az anyag a TÁMOP-
4.1.2.A/1-11/1-2011-0089
téma keretében készült a
Pannon Egyetemen.



SZÉCHENYI TERV

Környezetmérnöki Tudástár

Sorozat szerkesztő: Dr. Domokos Endre



XXVIII. kötet

Nukleáris mérési technológia környezetmérnököknek

Szerkesztő: Dr. Somlai János

Pannon Egyetem – Környezetmérnöki Intézet

Az anyag a TÁMOP-
4.1.2.A/1-11/1-2011-0089
téma keretében készült a
Pannon Egyetemen.



ÚJ SZÉCHENYI TERV

Környezetmérnöki Tudástár
Sorozat szerkesztő: Dr. Domokos Endre

XXVIII. kötet

Nukleáris mérési technológia környezetmérnököknek

Szerkesztő:
Dr. Somlai János

Szerzők:
Somlai János
Kovács Tibor
Szeiler Gábor

Lektorálta:
Varga Beáta

ISBN: 978-615-5044-95-3

2013
Veszprém
Pannon Egyetem – Környezetmérnöki Intézet

Környezetmérnöki Tudástár

eddig megjelent kötetei

01. Környezetföldtan
02. Környezetgazdálkodás
03. Talajvédelem, talajtan
04. Egészségvédelem
05. Környezeti analitika
06. Környezetvédelmi műszaki technológiák, technológiai rendszerek modellezése, ipari technológiák és szennyezéseik
07. Környezettan
08. Földünk állapota
09. Környezeti kémia
10. Vízgazdálkodás-szennyvíztisztítás
11. Levegőtisztaság-védelem
12. Hulladékgazdálkodás
13. Zaj- és rezgésvédelem
14. Sugárvédelem
15. Természet- és tájvédelem
16. Környezetinformatika
17. Környezetállapot-értékelés, Magyarország környezeti állapota, monitorozás
18. Környezetmenedzsment rendszerek
19. Hulladékgazdálkodás II.
20. Környezetmenedzsment és a környezetjog
21. Környezetvédelmi energetika
22. Transzportfolyamatok a környezetvédelemben
23. Környezetinformatika II.
24. Talajtan és talajökológia
25. Környezetvédelmi monitoring
26. Ivóvíztisztítás és víztisztaság-védelem
27. Levegőtisztaság-védelem és klímakutatás
28. Nukleáris mérési technológia környezetmérnököknek
29. Biztonságtudomány
30. Környezetállapot értékelés
31. Sugárvédelem II.
32. Szennyvíztisztítás korszerű módszerei
33. Környezetmérnökök katasztrófavédelmi feladatai
34. Környezetvédelmi analitika
35. Környezeti auditálás

Felhasználási feltételek:

Az anyag a Creative Commons „Nevezd meg!-Ne add el!-Így add tovább!” 2.5 Magyarország Licenc feltételeinek megfelelően szabadon felhasználható.



Nevezd meg! — A szerző vagy a jogosult által meghatározott módon fel kell tüntetned a műhöz kapcsolódó információkat (pl. a szerző nevét vagy álnevét, a Mű címét).



Ne add el! — Ezt a művet nem használhatod fel kereskedelmi célokra.



Így add tovább! — Ha megváltoztatod, átalakítod, feldolgozod ezt a művet, az így létrejött alkotást csak a jelenlegivel megegyező licenc alatt terjesztheted.

További felhasználás esetén feltétlenül hivatkozni kell arra, hogy
"Az anyag a TÁMOP-4.1.2.A/1-11/1-2011-0089 téma
keretében készült a Pannon Egyetemen."

Részletes információk a következő címen találhatóak:

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/2.5/hu/>

Tartalomjegyzék

Ábrajegyzék.....	10
1. Jegyzőkönyv készítés alapismeretei	11
1.1. Fejléc	11
1.2. Elméleti rész.....	11
1.3. Mérés feladat.....	11
1.4. Mérés leírása	11
1.5. Mért adatok.....	11
1.6. Számítások.....	12
1.7. Adatok értékelése	12
1.8. Felhasznált irodalom	12
2. Radioaktív sugárzás detektálása GM detektorral.....	13
2.1. A mérés célja.....	13
2.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	13
2.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	13
2.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	14
2.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	14
2.6. A mérés receptszerű leírása	15
2.7. Számítás	15
2.8. Kimutatási határ meghatározása	16
2.9. Kérdések.....	16
3. Mérések statisztikája.....	17
3.1. A mérés célja.....	17
3.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	17
3.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	17
3.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	17
3.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	17
3.6. A mérés receptszerű leírása	17
3.7. Számítások.....	17
3.8. Kimutatási határ meghatározása	18
3.9. Kérdések.....	18
4. Abszolút béta aktivitás meghatározása	19
4.1. A mérés célja.....	19
4.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	19
4.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	21

4.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	21
4.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	21
4.6.	A mérés receptszerű leírása	21
4.7.	Számítások.....	21
4.8.	Kimutatási határ meghatározása	22
4.9.	Kérdések.....	22
5.	<i>Gamma-spektrometria szcintillációs detektorral.....</i>	23
5.1.	A mérés elve, célja	23
5.2.	A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	23
5.3.	A mintavétel és a mintaelőkészítés	23
5.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	23
5.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	23
5.6.	A mérés receptszerű leírása	24
5.7.	Számítás	25
5.8.	Kimutatási határ meghatározása	25
5.9.	Kérdések.....	25
6.	<i>Gamma-sugárzás abszorpciója</i>	26
6.1.	A mérés elve, célja	26
6.2.	A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	26
6.3.	A mintavétel és a mintaelőkészítés	26
6.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	26
6.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	26
6.6.	A mérés receptszerű leírása	26
6.7.	Számítás	27
6.8.	Kimutatási határ meghatározása	27
6.9.	Kérdések.....	27
7.	<i>Gamma-spektrometria félvezető detektorral.....</i>	28
7.1.	A mérés elve	28
7.2.	A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	28
7.3.	A mintavétel és a mintaelőkészítés	28
7.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	28
7.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	28
7.6.	A mérés receptszerű leírása	30
7.7.	Számítások.....	31
7.8.	Kimutatási határ meghatározása	32
7.9.	Kérdések.....	33

8. ^3H (trícium) meghatározása LSC mérőberendezés segítségével.....	34
8.1. A mérés elve	34
8.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	34
8.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	34
8.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	34
8.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	34
8.6. A mérés receptszerű leírása	36
8.7. Számítás	37
8.8. Kimutatási határ meghatározása	38
8.9. Kérdések.....	39
9. ^{14}C meghatározása LSC mérőberendezés segítségével.....	40
9.1. A mérés elve	40
9.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	40
9.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	40
9.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	41
9.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	41
9.6. A mérés receptszerű leírása	41
9.7. Számítás	42
9.8. Kimutatási határ meghatározása	43
9.9. Kérdések.....	44
10. Stroncium izotóp meghatározása folyadékszintillációs berendezéssel	45
10.1. A mérés elve	45
10.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	45
10.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	45
10.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	46
10.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	47
10.6. A mérés receptszerű leírása	47
10.7. Számítás	47
10.8. Kimutatási határ meghatározása	49
10.9. Kérdések.....	49
11. ^{226}Ra meghatározása mikrolecsapásos forráskészítési eljárással, félvezető (PIPS) detektoros alfa-spektrométerrel	50
11.1. A mérés elve	50
11.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások.....	50
11.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés (23. ábra).....	50
11.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	52

11.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	52
11.6.	A mérés receptszerű leírása	54
11.7.	Számítás	55
11.8.	Kimutatási határ meghatározása	55
11.9.	Kérdések	56
12.	<i>Uránizotópok meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával....</i>	57
12.1.	A mérés elve	57
12.2.	A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	57
12.3.	A mintavétel és a mintaelőkészítés	57
12.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	59
12.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	59
12.6.	A mérés receptszerű leírása	60
12.7.	Számítás	60
12.8.	Kimutatási határ meghatározása	61
12.9.	Kérdések	61
13.	<i>Plutónium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával</i>	62
13.1.	A mérés elve	62
13.2.	A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	62
13.3.	A mintavétel és a mintaelőkészítés	62
13.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	64
13.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	64
13.6.	A mérés receptszerű leírása	64
13.7.	Számítás	65
13.8.	Kimutatási határ meghatározása	65
13.9.	Kérdések	66
14.	<i>Amerícium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával</i>	67
14.1.	A mérés elve	67
14.2.	A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	67
14.3.	A mintavétel és a minta-előkészítés	67
14.4.	Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	69
14.5.	A mérésnél használt eszközök ismertetése	69
14.6.	A mérés receptszerű leírása	69
14.7.	Számítás	70
14.8.	Kimutatási határ meghatározása	70

14.9. Kérdések	70
<i>A mérések során vizsgált izotópok legfontosabb bomlási típusai</i>	71
<i>Felhasznált és ajánlott irodalom:</i>	72

Ábrajegyzék

1. ábra Javasolt fejléc	11
2. ábra Végablakos GM-cső	13
3. ábra Hiteles, zárt sugárforrások	14
4. ábra Végablakos GM-cső kapcsolása	14
5. ábra Mérési elrendezés	15
6. ábra GM cső jellemző karakterisztikája	16
7. ábra NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej szerkezete	23
8. ábra NaI(Tl) szcintillációs spektrométer rendszer	24
9. ábra A ^{54}Mn gamma-spektruma NaI(Tl) szcintillációs detektorral, valamint az ^{54}Mn bomlási sémája	24
10. ábra Impulzusszám természetes alapú logaritmus az abszorbens vastagságának függvényében	27
11. ábra Félvezető detektoros gamma-spektrométer rendszer árnyékolással	29
12. ábra Félvezető detektor szerkezeti felépítése	29
13. ábra Egy tipikus félvezető detektoros spektrum	30
14. ábra Gamma-spektrum	31
15. ábra Alacsony diffúziójú folyadékszintillációs küvette	35
16. ábra Rézoszlopos oxigénmentesítő egység	35
17. ábra Desztilláló berendezés	36
18. ábra LSC berendezés	36
19. ábra Tipikus LSC spektrum	37
20. ábra Sr-spec gyanta	46
21. ábra ETHOS mikrohullámú roncsoló	47
22. ábra PIPS detektorok	50
23. ábra A minta-előkészítés lépéseinek folyamatábrája	51
24. ábra A készített alfa-forrás	51
25. ábra A szűrőrendszer	52
26. ábra PIPS detektor és alfa-kamra	53
27. ábra Félvezető detektoros alfa-kamrák	53
28. ábra Vákuumrendszer szivattyúja	54
29. ábra A mérés folyamatábrája	54
30. ábra Urán specifikus elválasztása	58
31. ábra Az elektrodepozíciós berendezés sematikus ábrája	58
32. ábra Alfa-forrás	59
33. ábra Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék	60
34. ábra Az elektrodepozíciós módszerrel készített uránforrás mérésével nyert spektrum	60
35. ábra A Pu elválasztás elvi sémája	63
36. ábra Tipikus alfa-spektrum	65

1. Jegyzőkönyv készítés alapismeretei

A jegyzőkönyvek alapján lehet bizonyítani az elvégzett munkát, annak eredményét, minőségét, ez alapján lehet a kísérleteket megismételni, ellenőrizni a mérések, a módszerek helyességét.

A jegyzőkönyveknek tartalmazni kell a mérés rövid leírását, a mérési adatokat, a számítások módját, eredményeket, következtetéseket. Minden adatot rögzíteni kell.

A jegyzőkönyv fő részei:

- Fejléc
- Elméleti összefoglaló
- Mérés leírása
- Mért adatok
- Számítások
- Adatok értékelése
- Felhasznált irodalom

1.1. Fejléc

A fejlécnek tartalmazni kell a mérés címét, a mérés dátumát, a mérést végző személy (személyek) nevét, neptun kódját, a mérésvezető nevét (**1. ábra**).

Hallgató neve	Mérés címe	Dátum
Neptun kód		Mérésvezető
Hallg. csop. pl: mérnöki kar, mechatronika SZ	Laboratóriumi gyakorlat neve	

1. ábra Javasolt fejléc

1.2. Elméleti rész

Röviden az elvégzendő feladat, mérés elve (fontosabb elvek, összefüggések, kiértékeléshez szükséges számítások).

1.3. Mérési feladat

Ismertetni kell az adott gyakorlaton kiadott mérési feladatot.

1.4. Mérés leírása

A mérés menetének pontos leírása olyan részletességgel, hogy ezek alapján a mérés megismételhető legyen. Meg kell adni a felhasznált mérőeszközök adatait, beállítását, a kísérlet során felhasznált anyagokat, vegyszereket, a mérés körülményeit (pl. hőmérséklet, mérési idő stb.), azaz minden olyan adatot, ami a mérési eredményeket befolyásolhatja.

1.5. Mért adatok

A mérési eredmények rögzítésére külön munkalapot is használhatunk, melyre az adatokat tintával kell feljegyezni. Javítás esetén a áthúzással kell az adatokat törölni. Lezárás után külön aláírással kell ellátni a dokumentumot.

1.6. Számítások

Le kell írni a számításnál használt összefüggéseket, a behelyettesített mérési adatokat, majd adjuk meg a számítási eredményeket a mértékegységgel és a mérési bizonytalansággal együtt. Több azonos számítási menet esetén csak egy példa esetén elegendő a számítás bemutatása, és az eredményeket táblázatban kell összefoglalni. A táblázat fejlécének tartalmaznia kell a címeket, mértékegységeket.

Kerekítésnél használjuk a kerekítés szabályait.

Amennyiben két adatsor között összefüggés van diagramon is ábrázoljuk (a diagram jegyzőkönyv esetén nem helyettesíti a táblázatban megadott pontos eredményeket). Diagramok készítésénél törekedni kell arra, hogy kellő méretű legyen, a számok, tengelyfeliratok, mértékegységek szintén jól olvashatók legyenek. A felrajzolt pontokra illesszünk egyenest vagy görbét. Az ábrát számozással kell ellátni, illetve jelölni, emellett el kell nevezni. A szövegben történjen utalás az ábrára.

1.7. Adatok értékelése

Az irodalmi ismeretek, adatok alapján minél szélesebb körűen értékeljük a kapott eredményeket. Itt részletezzük az esetleges hibalehetőségeket, tapasztalatokat.

1.8. Felhasznált irodalom

Itt adjuk meg azokat az irodalmi hivatkozásokat, amelyek alapján készült a jegyzőkönyv, illetve amelyek alapján a hallgató felkészült, illetve értékelést végzett.

2. Radioaktív sugárzás detektálása GM detektorral

2.1. A mérés célja

Bemutatja a GM-cső karakterisztikáját, és az intenzitás változását a sugárforrás és a detektor közti távolság függvényében.

2.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A GM-csőves mérések csak egyszerű számlálásra, detektálásra alkalmasak, mivel az általuk szolgáltatott jelek nem függenek a sugárzás fajtájától, energiájától. Olcsó mérőeszközök, alfa-, béta-sugárzás detektálására végablakos (2. ábra), gamma-sugárzás detektálására fém burkolatos csöveket használnak általában. GM-csővek hátránya, hogy nagy intenzitás esetén állandósul a kisülés és nem képes jelet szolgáltatni.



2. ábra Végablakos GM-cső

2.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

2.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

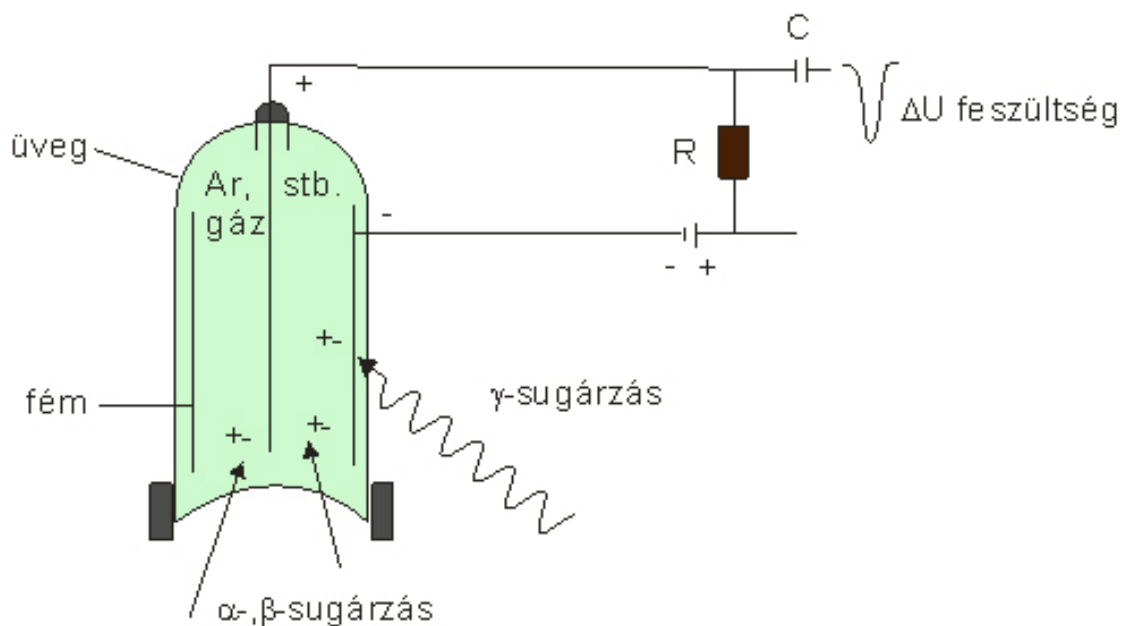
Hiteles, zárt sugárforrások (3. ábra).



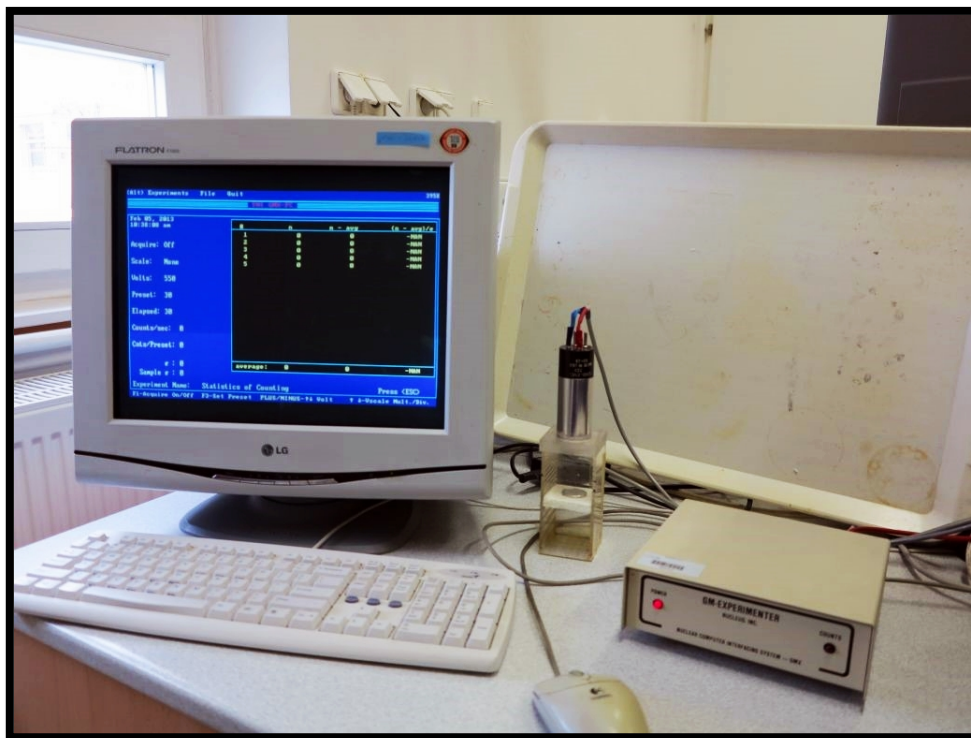
3. ábra Hiteles, zárt sugárforrások

2.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

GMX interfész, számítógép, végablakos GM-cső (4. ábra és 5. ábra)



4. ábra Végablakos GM-cső kapcsolása



5. ábra Mérési elrendezés

2.6. A mérés receptszerű leírása

Kapcsoljuk össze a GM-csövet a számítógép vezérelt GMX berendezéssel. Kapcsoljuk be a számítógépet, és indítsuk el a GMX (GMX.exe) szoftvert.

a. GM-cső karakterisztikájának felvétele

Válasszuk ki a GM cső karakterisztika menüpontot (Geiger plateau experiment). Állítsuk be a vertikális skálát 320 értékre (fel-le nyíllal folyamatosan változtatható).

Állítsuk be az F3 gombbal a mérési időt 60 s-ra. Állítsuk be a kezdő feszültséget (+/- gombokkal 300 V), F1 gombbal indítsuk el a mérést. A készülék automatikusan 25 V lépésként növeli a GM-csőre adott feszültséget. F1 gomb ismételt megnyomásával állítjuk le a mérést. F7 gombbal elmentjük a mért értékeket.

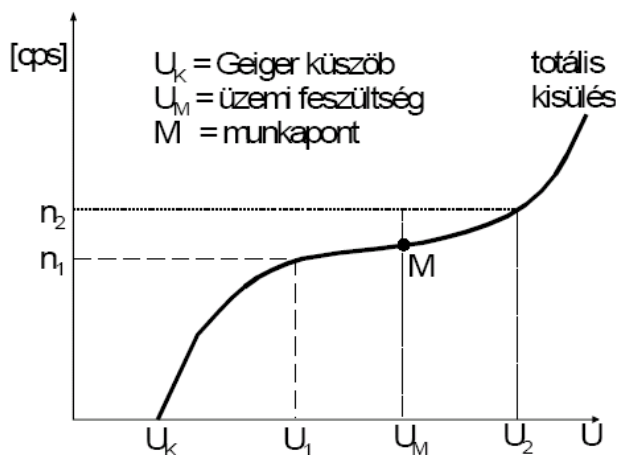
b. Az intenzitás változása a távolság függvényében

Válasszuk ki az „Inverse square law experiment” menüt. Állítsuk be a vertikális skálát (későbbiekben a fel-le nyíllal változtatható). Mérési időnek 60 s értéket állítsunk be. Állítsuk be az előzőekben meghatározott munkapontot. Különböző távolságba helyezve a sugárforrást F1 gomb megnyomásával indítjuk a mérést. Három párhuzamos mérést végezzünk minden ponton.

2.7. Számítás

a. Ábrázoljuk a mért értékeket a feszültség függvényében.

A könyök felett 70 V távolságban vegyük fel a munkapontot és a következő összefüggés alapján határozzuk meg a GM-cső meredekségét (6. ábra).



6. ábra GM cső jellemző karakterisztikája

Hagyományosan a GM cső meredekségeként a következőt adják meg: 100 V-ra eső impulzusszám változás az alsó impulzusszámmra vonatkoztatva:

$$m = \frac{n_2 - n_1}{n_1} \cdot 100\%$$

ahol:

n_1 : az U_1

n_2 : az $U_1 + 100$ V feszültségnél mért intenzitás

b. Számítsuk ki a párhuzamos mérések átlagát.

Ábrázoljuk a mért átlagértékek négyzetgyökét a detektor – sugárforrás távolságának $1/d$ függvényében. Határozzuk meg az összefüggést.

2.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

2.9. Kérdések

1. Hogyan számoljuk ki a GM-cső meredekségét?

Meredekség 100 V-ra eső impulzusszám változás az alsó impulzusszámmra vonatkoztatva

$$m = \frac{n_2 - n_1}{n_1} \cdot 100\%$$

ahol:

n_1 : az U_1

n_2 : az $U_1 + 100$ V feszültségnél mért intenzitás

2. Milyen GM-csőket használnak az alfa, béta, illetve gamma-sugárzás detektálásánál?

Alfa-, béta-sugárzás detektálására végeblakos, gamma-sugárzás detektálására fém burkolatos csöveket használnak általában.

3. Mi a GM-cső hátránya?

GM-csővek hátránya, hogy nagy intenzitás esetén állandósul a kisülés és nem képes jelet szolgáltatni.

3. Mérések statisztikája

3.1. A mérés célja

A bomlás statisztikus folyamat. Nem tudjuk mikor, melyik atommag bomlik el. Nagyszámú mérések esetén vizsgáljuk a statisztikai eloszlást.

3.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Minden mérésre vonatkozó statisztikus eloszlást vizsgálunk.

3.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

3.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Hiteles, zárt sugárforrások (3. ábra).

3.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

GM cső, GMX készülék, számítógép (5. ábra).

3.6. A mérés receptszerű leírása

Kapcsoljuk össze a GM-csövet a számítógép vezérelt GMX berendezéssel. Kapcsoljuk be a számítógépet, és indítsuk el a GMX szoftvert.

Válasszuk ki a „Statistics of counting experiment” üzemmódot. Állítsuk be a mérési időt, majd a GM-cső munkapontjának megfelelő feszültséget. Helyezzük be a sugárforrást a detektor alá úgy, hogy 30 s alatt legalább 2000 impulzust mérjünk.

a. Állítsuk be a mérési időt 10 s, 100 s, illetve 200 s értékre és mindegyik esetben végezzünk 5-5 párhuzamos mérést.

b. Állítsuk be a mérési időt 30 s-ra és végezzünk el 50 párhuzamos mérést.

3.7. Számítások

a. Határozzuk meg mindhárom esetben az átlagértéket és a Poisson eloszlásra jellemző szórást:

$$s = \sqrt{N}$$

ahol:

s: a Poisson eloszlásra jellemző szórás

N: a párhuzamos mérések átlagértéke

b. Készítsünk egy táblázatot.

Számítsuk ki az 50 mérés átlagát ($N_{\text{átlag}}$), majd az s értéket, illetve a táblázatban feltüntetett egyéb értékeket. Az $N - N_{\text{átlag}}$ természetesen lehet pozitív vagy negatív érték.

sorszám	N	s	$N - N_{\text{átlag}}$	$N - N_{\text{átlag}}/s$

Vizsgáljuk meg, hogy hány % esik az $N_{\text{átlag}} \pm s$ érték közé. Az értékek 68 %-ának, azaz 36 értéknek ebbe a tartományba kellene esnie. Rajzoljuk meg az eloszlást a s függvényében. A mérési eredmények 68 %-a az $N_{\text{átlag}} \pm s$ érték, illetve 95%-a az $N_{\text{átlag}} \pm 2s$ közé kell esnie. Ebben az esetben normál eloszlásról beszélünk.

3.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

3.9. Kérdések

1. *Hogyan határozzuk meg a szórást?*

$$s = \sqrt{N}$$

2. *Mikor beszélünk normál eloszlásról?*

Amikor a mérési eredmények 68 %-a az $N_{\text{átlag}} \pm s$ érték, illetve 95%-a az $N_{\text{átlag}} \pm 2s$ közé esik.

4. Abszolút béta aktivitás meghatározása

4.1. A mérés célja

A mért intenzitás alapján az aktivitás meghatározása.

4.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Ha kiszámítjuk, hogy egy ismert tömegű radioaktív preparátumban percenként hány bomlás megy végbe és megmérjük ugyanehhez a preparátumhoz tartozó jelgyakoriságot imp/percben, azt tapasztaljuk, hogy a két érték nem lesz azonos. Az abszolút aktivitás mérésénél tehát több faktort kell figyelembe venni. A jelgyakoriság és az aktivitás között a következő összefüggés áll fenn:

$$\bar{n} = 6 \cdot 10^4 \cdot f_{\tau} \cdot f_{\eta} \cdot f_t \cdot f_{eff} \cdot f_{\phi} \cdot f_v \cdot f_a \cdot f_m \cdot A$$

ahol

$\bar{n}$: a háttér-értékkel korrigált jelgyakoriság (imp/perc)

A: a preparátum tényleges aktivitása (kBq)

f_{τ} : a feloldási idő korrekciós faktora

η : a geometriai faktor

f_t : a bomláskorrekciós faktor

f_{eff} : az érzékenységi faktor

f_{ϕ} : az önabszorpció faktor

f_v : a visszaszóródási faktor

f_a : az abszorpció faktor

f_m : az álszámlálások korrekciós faktora

A feloldási idő korrekciós faktora (f_{τ})

Különösen nagy jelgyakoriság esetén tekintetbe kell venni a feloldási időt, mert minél sűrűbben érkeznek a részecskék a GM-csőbe, annál inkább fennáll a valószínűsége annak, hogy két részecske egymás után a feloldási időn belül érkezik. A feloldási idő ismeretében e faktort kiszámítjuk és értékét behelyettesítjük a fenti összefüggésbe; kis bomlásebesség esetén a feloldási idő korrekciós faktorát 1-nek vehetjük.

Geometriai faktor (η)

A preparátumból a részecskék a teljes 4π térszögbe indulnak ki, a számlálócsőbe viszont csak egy meghatározott vizont csak egy meghatározott Ω térszög alatt kilépő részecskék érkeznek be. Ez azt jelenti, hogy a készülékünk a kibocsátott részecskék számának csak $\Omega/4\pi$ hányadát fogja megszámolni.

Ha a geometriai viszonyok jól definiáltak és pontosan ismertek, az η geometriai faktor elvileg kiszámítható. A számítás azonban bonyolult és sok bizonytalanságot rejt magában (különösen, ha a sugárforrás nem tekinthető pontszerűnek), ezért meghatározását kísérleti úton kell elvégezni.

A geometriai faktor értéke a távolság négyzetével csökken, ezért a számlálás hatásfokának növelésére a sugárforrást a számlálócsőhöz közel célszerű elhelyezni és biztosítani kell a mérendő preparátumok jól definiált geometriai elhelyezését.

A geometriai faktor értéke néhány %-ot általában nem haladja meg. Jobb számlálási hatásfokot csak úgy lehet elérni, ha a sugárforrást a számlálócső belsejében helyezzük el. A geometriai faktor ismert aktivitású preparátum segítségével kísérletileg határozható meg.

Bomlásreakciós faktor (f_i)

Rövid felezési idejű preparátumok mérésénél a mérési idő alatt bekövetkező aktivitáscsökkenésre is figyelemmel kell lenni. Korrekciót abban az esetben kell alkalmaznunk, ha a mérési idő meghaladja a felezési idő 1%-át.

Érzékenységi faktor (f_{eff})

A végablakos számlálócső érzékenysége a béta-részecskékkel szemben 100%-os, ami azt jelenti, hogy minden részecskét, amely bekerül a cső hasznos térfogatába, detektálni fog. Ha a cső nem öregedett el, karakterisztikája (a plató hossza és emelkedése) megfelelő, akkor az érzékenységi faktort 1-nek vehetjük: különben az f_{eff} értéke 1-nél kisebb szám.

Önabszorpciós faktor (f_o)

Véges vastagságú radioaktív mintákban az alsóbb rétegekben elhelyezkedő magokból származó részecskéknek a készítmény bizonyos vastagságú rétegén kell áthaladniuk. Eközben a részecskék egy hányada elnyelődik és így nem jut el a számlálócső érzékeny térfogatába. Ez a radioaktív készítmények aktivitásának látszólagos csökkenését okozza. Ha mintánkat elég vékony rétegben készítjük, akkor az önabszorpciós faktort 1-nek vehetjük. Jelen mérésünkben a faktor értéke gyakorlatilag 1-gyel egyenlő, mert az ^{234m}Pa -nak kemény béta-sugárzása van.

Visszaszóródási faktor (f_v)

A GM-cső és preparátum közé eső levegőrétegben, valamint az alkalmazott abszorbensen a részecskék szóródnak. Ezen túlmenően figyelembe kell venni azoknak a részecskéknek hatását is, amelyek ugyan a preparátumtartó irányába lépnek ki, azonban magában a preparátumban, vagy preparátumtartó anyagában többszörös szóródás következtében a detektor irányába térítődnek el (visszaszóródnak) és ezáltal növelik a jelgyakoriságot. A visszaszóródás jelentősen, esetenként 50%-nál is nagyobb mértékben növelheti a számlálócsőbe érkező részecskék számát. Az f_v értéke tehát 1-nél nagyobb; jelen mérésünkben értékét 1,05-nek vehetjük.

Abszorpciós faktor (f_a)

A számlálócső felé haladó béta-részecskék egy részét a preparátum és az ablak közötti levegőréteg, továbbá az ablak anyaga, valamint a preparátum fölé helyezett alumíniumlemez abszorbeálja.

Az f_a abszorpciós faktort a következő összefüggéssel számíthatjuk:

$$f_a = e^{-\frac{x}{d_{1/2}}}$$

ahol

x: a preparátum és a cső közötti levegőréteg, továbbá az ablak és az alumínium abszorbens együttes vastagsága mg/cm^2 -ben,
 $d_{1/2}$: pedig az adott sugárzásra vonatkozó felezési rétegvastagság, ugyancsak mg/cm^2 -ben.

Álszámlálások korrekciós faktora (f_m)

A GM-cső anódszálán lévő egyenletlenségek, szemcsék, továbbá a töltőgáz kémiai szennyezései álszámlálásokhoz vezethetnek, vagyis készülékünk akkor is jelezhet impulzust, amikor nem érkezik be ionizáló részecske. Az álszámlálások miatt bevezetendő faktor értéke 1-nél nagyobb szám. Ha a cső az előbbieken felsorolt hibáktól mentes, f_m értékét 1-nek vehetjük.

4.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi procedúrára. A mintaelőkészítés a **4.6 pontban** a standardnál alkalmazottak szerint történik porok esetén.

4.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

UO₂ minta.

4.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

GM cső, GMX készülék, számítógép (5. ábra).

4.6. A mérés receptszerű leírása

Készítsünk kb. 1 kBq aktivitású uránstandardet, számítsuk ki, hogy ehhez hány mg U₃O₈ szükséges, ha 1 mg U₃O₈-ban 628 bomlás megy végbe percenként. Mérjük be egy alumínium tálkába a szükséges anyagot, majd rögzítsük acetone és filmragasztó keverékével (1 ml acetone + 1 csepp filmragasztó), majd infralámpa alatt szárazra pároljuk. Helyezzük a preparátumot a GM-cső alá 6 különböző távolságra (lépcsőfokra). Az első mérés során ne használjunk abszorber lemezt, vizsgálva a gyengítés nélküli komplex sugárzást. Ez után minden esetben helyezzünk rá egy 0,2 mm vastagságú alumínium lemezt, hogy a lágy béta-sugárzást elnyeljük és a GM-csőbe csak a ²³⁸U bomlási sorából a ^{234m}Pa kemény béta-sugárzása jusson ($E_{\beta\max} = 2269(4)$ keV, 97,599(24)%). Határozzuk meg a számlálási sebességet a különböző távolságú polcokra helyezett sugárforrás esetén a következő módon:

Kapcsoljuk össze a GM-csövet a számítógép vezérelt GMX berendezéssel. Kapcsoljuk be a számítógépet, és indítsuk el a GMX szoftvert. Válasszuk ki a „Scaler” menüt. Mérési időnek 60 s értéket állítsunk be. Állítsuk be a GM-cső munkapontját laborvezetőtől kapott információ alapján, a párhuzamos mérések számát, majd F1 gomb megnyomásával végezzünk 3 párhuzamos mérést és átlagoljuk.

4.7. Számítások

Az egyes korrekciós faktorok sok esetben, így itt is a feloldási idő korrekciós faktor, a bomláskorrekciós faktor, az érzékenységi faktor, az önabszorpciós faktor és az álszámlálások korrekciós faktora közelítőleg 1.

Így az aktivitás a következő összefüggéssel írható le:

$$A = \frac{\bar{n}}{6 \cdot 10^4 \cdot f_v \cdot f_a \cdot \eta}$$

ahol

$\bar{n}$: a háttér-értékkel korrigált jelgyakoriság (imp/perc)

A: a preparátum tényleges aktivitása (kBq)

η : a geometriai faktor

f_v : a visszaszóródási faktor

f_a : az abszorpciós faktor

A ^{234m}Pa esetén $d_{1/2}=130$ mg/cm², az x értékének kiszámolásánál 1 cm levegő 1,3 mg/cm² rétegvastagságnak felel meg, az alumínium sűrűsége pedig 2,7 mg/cm³.

4.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása mérési feladatnak nem része.

4.9. Kérdések

1. Miért kell alumínium lemezt helyezni a preparátum fölé?

Hogy a lágy béta-sugárzást elnyelessük és a GM-csőbe csak a ^{234m}Pa kemény béta-sugárzása jusson.

2. Miért nem egyezik meg a mért intenzitás az aktivitással?

A mérések során különböző tényezők (geometriai, önabszorpció, abszorpció, detektálási határfok, stb.) miatt a mért intenzitás nem egyezik az aktivitással.

5. Gamma-spektrometria szcintillációs detektorral

5.1. A mérés elve, célja

A radioizotópok jelentős része a bomlás során gamma fotonokat is kibocsát. Ezek energiája, bomlási valószínűsége (azaz az adott energiájú gamma foton hozama) az adott radionuklidra jellemző. Így a gamma-energiák meghatározásával a radioizotóp fajtája meghatározható. Az adott energiához tartozó csúcs alatti terület arányos a mennyiséggel, így megfelelő kalibrációval a minta aktivitása is meghatározható.

A mérés célja a szcintillációs spektrumban megjelenő csúcsok értelmezése.

5.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A szcintillációs detektorok viszonylag rossz energiefelbontása (^{137}Cs 661,6 keV csúcsára 7-10 %) miatt csak néhány, energiában kellően eltérő sugárzást kibocsátó radionuklid mérhető ezzel a technikával.

5.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

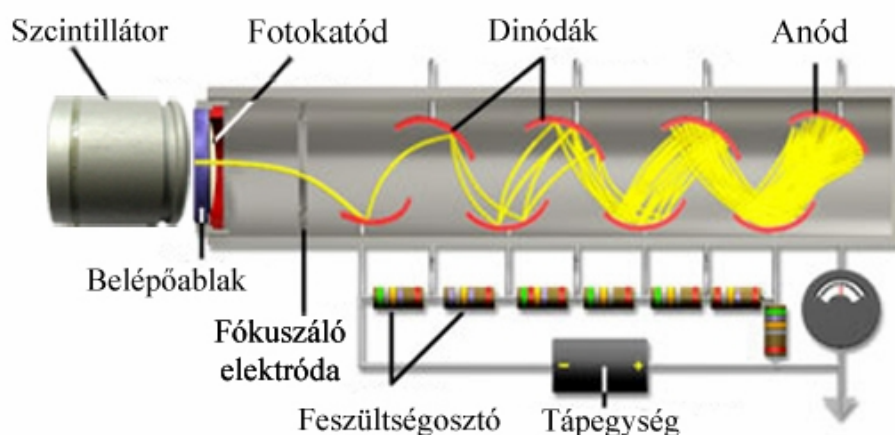
A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

5.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

A mérés során zárt, ^{241}Am , ^{137}Cs , ^{60}Co és/vagy ^{54}Mn hiteles etalonokat használunk (3. ábra).

5.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

NaI(Tl) szcintillációs spektrométer, azaz szcintillációs nagyfeszültségű tápegység, erősítő, 250 – 1024 csatornás analízátor, valamint NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej (7. ábra és 8. ábra).



7. ábra NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej szerkezete



8. ábra NaI(Tl) szcintillációs spektrométer rendszer

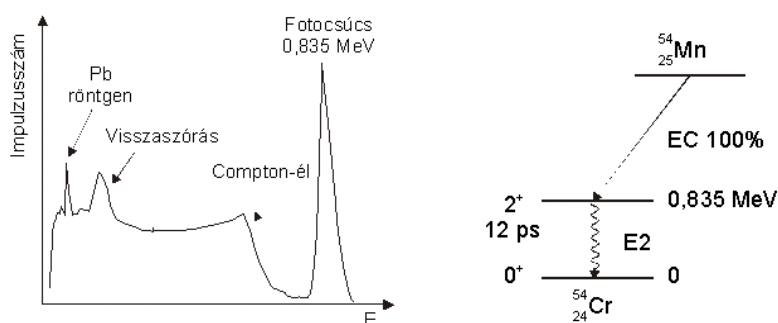
5.6. A mérés receptszerű leírása

Állítsuk össze a gamma-spektrometriai mérőrendszert a laborvezető segítségével. Helyezzük a ^{137}Cs sugárforrást a NaI(Tl) detektor fölé. Állítsuk be az adott detektorhoz tartozó nagyfeszültség értéket (laborvezető adja meg). Indítsuk el a számítógépen a PCAE szoftvert. F1 gombbal indítsuk el a mérést. Az erősítést úgy állítsuk be, hogy a fotocsúcs helye a mérési tartomány felénél lejjebb legyen. F1 gomb ismételt megnyomásával állítsuk le a mérést, jegyezzük le az eredményt, majd F2 gombbal töröljük a memóriát.

F1 gombbal indítsuk el a mérést mindaddig, amíg a csúcs a 2048-as felbontású spektrum tartományának közel feléig ér. Cseréljük ki a forrást egy ^{22}Na (vagy ^{60}Co) sugárforrásra és ismét indítsuk el a mérést. Amint a legnagyobb csúcs eléri a tartomány felét, F1 gomb megnyomásával állítsuk le a mérést.

Jelöljük ki a csúcsokat, azaz a kurzort állítsuk a csúcs elejére és nyomjuk meg az F9 gombot, ezután állítsuk a kurzort a csúcs végére és nyomjuk meg az F10 gombot. A kalibráció funkciót kiválasztva kalibráljuk a rendszert.

Cseréljük ki a sugárforrást ^{54}Mn vagy ^{60}Co radioizotópra. Vegyük fel a spektrumát (9. ábra), jelöljük ki a csúcsokat.



9. ábra A ^{54}Mn gamma-spektruma NaI(Tl) szcintillációs detektorral, valamint az ^{54}Mn bomlási sémája

5.7. Számítás

Határozzuk meg a fotocsúcsok felbontását (a félértékszélesség a fotocsúcs félmagasságában vett szélesség):

Felbontás = Félértékszélesség / Fotocsúcs helye * 100

Határozzuk meg a fotocsúcs, Compton él, visszaszóródási csúcs, és az ólom karakterisztikus csúcs helyét.

A visszaszóródásnak legnagyobb valószínűsége az ólomárnyékoláson létrejövő 180°-os Compton szóródásnak van. Közelítőleg a következő összefüggéssel határozható meg.

$$E_{\gamma'} = \frac{E_{\gamma}}{E_{\gamma}(1 - \cos \vartheta) / mc^2 + 1}$$

ahol:

E_{γ} : a foton energiája (keV)

$E_{\gamma'}$: a szórt foton energiája (keV)

m : az elektron nyugalmi tömege (kg)

c : a fénysebesség (m/s)

ϑ : a szórás szöge (180°)

Behelyettesítve:

$$E_{\gamma'} = \frac{E_{\gamma}}{1 + 3,91 \cdot E_{\gamma}}$$

Azaz a ^{137}Cs esetén 184 keV értéknél.

Az ólom karakterisztikus röntgen sugárzása $K_{\alpha} = 74,96$ keV.

Ábrázoljuk a felbontás energia szerinti változását.

5.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása mérési feladatnak nem része.

5.9. Kérdések

1. Mi a bomlási valószínűség

Az adott energiájú gamma foton hozama, azaz 100 atommag bomlása esetén hány adott energiájú gamma foton keletkezik.

2. Mi a szcintillációs detektorok hátránya?

A viszonylag rossz felbontás.

3. Hogyan számoljuk ki a felbontást?

Felbontás = Félértékszélesség / Fotocsúcs helye * 100

6. Gamma-sugárzás abszorpciója

6.1. A mérés elve, célja

A gamma-sugárzás különböző anyagokon áthaladva az anyaggal kölcsönhatásba lép, így intenzitása csökken. A mérés célja, hogy különböző energiájú sugárzások különböző minőségű anyagokban történő elnyelődését meghatározzuk.

6.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A sugárzások elleni védelemnél alapvető, hogy ismerjük az adott sugárzás esetén különböző anyagokban való elnyelődését. Kiterjedt sugárforrások, szóródások miatt az összefüggések bonyolultak.

6.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára pontforrások mérése esetén. Általában a mérendő anyagot a szokásosan alkalmazott mintatartó edénybe kell bemérni, ideális esetben a mérendő anyag és a kalibráló térfogati forrás sűrűsége megegyezik és azonos geometriában mérhető.

6.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

A mérés során zárt, ^{60}Co és/vagy ^{137}Cs hiteles sugárforrásokat használunk (3. ábra).

6.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

NaI(Tl) szcintillációs spektrométer, azaz szcintillációs nagyfeszültségű tápegység, erősítő, 250 – 1024 csatornás analízator, valamint NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej (7. ábra és 8. ábra).

Különböző vastagságú ólomlemezek, rézlemezek, alumíniumlemezek.

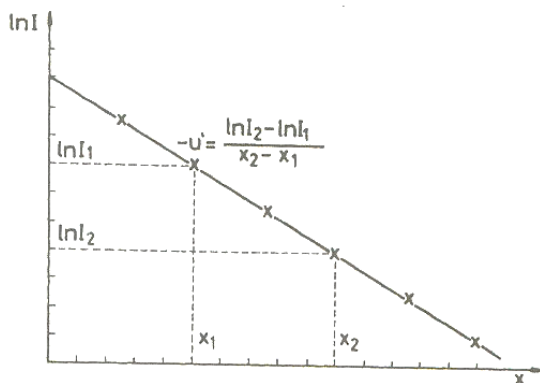
6.6. A mérés receptszerű leírása

Állítsuk össze a gamma-spektrometriai mérőrendszert a laborvezető irányításával. Helyezzünk egy ^{137}Cs sugárforrást kb. 10 cm távolságban a NaI(Tl) detektor fölé. Állítsuk be az adott detektorhoz tartozó nagyfeszültség értéket (laborvezető adja meg). Indítsuk el a számítógépen a PCAE, analízator szoftvert a PCAE exe gombbal. F1 gombbal indítsuk el a mérést. Az erősítést úgy állítsuk be, hogy a ^{137}Cs fotocsúcs helye a mérési tartomány felénél lejjebb legyen. F1 gomb ismételt megnyomásával állítsuk le a mérést. Jelöljük ki a fotocsúcsot, azaz a kurzort állítsuk a csúcs elejére és nyomjuk meg az F9 gombot. Állítsuk a kurzort a csúcs végére és nyomjuk meg az F10 gombot. Jegyezzük le az eredményt. Ezután F2 gombbal töröljük a memóriát. F3 gomb megnyomása után állítsuk be a mérési időt (élő idő) 100 s-ra. F1 gombbal indítsuk el a mérést, majd a mérési idő leteltével jegyezzük fel a csúcs alatti területet. Három párhuzamos mérést végezzünk. Helyezzünk a sugárforrás és a detektor közé különböző vastagságú ólomlemezt (lemezeket), és mindegyik esetben ismételjük meg a mérést. Addig végezzük a méréssorozatot, míg az intenzitás a tizedére nem csökken. A lemezek vastagságát úgy válasszuk meg, hogy 6-8 mérési pontunk legyen. Ismételjük meg a mérési sorozatot rézlemez, vaslemez és alumíniumlemezzel is. Távolítsuk el a sugárforrást, és mérjük meg a

háttér értékét is. Cseréljük ki a sugárforrást ^{60}Co radioizotóppal, és ismételjük meg az előbbiekben ismertetett méréssorozatot.

6.7. Számítás

Ábrázoljuk az impulzusszám természetes alapú logaritmusát az abszorbens vastagságának függvényében (10. ábra).



10. ábra Impulzusszám természetes alapú logaritmusa az abszorbens vastagságának függvényében

Határozzuk meg az egyes források és abszorbensek esetén az abszorpciós koefficiens.

$$\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\mu \cdot x$$

ahol:

- I: a mért intenzitás az x réteg esetén
- I_0 : az intenzitás abszorber nélkül
- x: az abszorber rétegvastagsága (cm)
- μ : az abszorpciós koefficiens (1/cm)

6.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

6.9. Kérdések

1. Hogyan számítjuk ki az abszorpciós koefficiens?

$$\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\mu \cdot x$$

ahol:

- I: a mért intenzitás az x réteg esetén
- I_0 : az intenzitás abszorber nélkül
- x: az abszorber rétegvastagsága (cm)
- μ : az abszorpciós koefficiens (1/cm)

2. Milyen szcintillációs detektort használunk a gammasugárzás abszorpciójának mérésénél? NaI(Tl) detektort.

7. Gamma-spektrometria félvezető detektorral

7.1. A mérés elve

A radioizotópok egy része a bomlás során gamma-fotonokat is kibocsát. Ezek energiája, bomlási valószínűsége (azaz az adott energiájú gamma foton hozama) az adott radionuklidra jellemző. Így a gamma-energiák meghatározásával a radioizotóp fajtája meghatározható. Az adott energiához tartozó csúcsok alatti terület arányos a mennyiséggel, így megfelelő kalibrációval a minta aktivitása is meghatározható. A félvezető detektorok energiafelbontása kb. 2 keV a ^{60}Co izotóp 1332,5 keV csúcsára vonatkozólag, így a radionuklidok szelektíven mérhetők.

7.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Gamma-sugárzók minőségének és mennyiségének szelektív meghatározására alkalmas módszer.

Cseppfolyós nitrogénnel kell hűteni a detektort.

7.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára pontforrások mérése esetén. Általában a mérendő anyagot a szokásosan alkalmazott mintatartó edénybe kell bemérni, ideális esetben a mérendő anyag és a kalibráló térfogati forrás sűrűsége megegyezik és azonos geometriában mérhető.

7.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

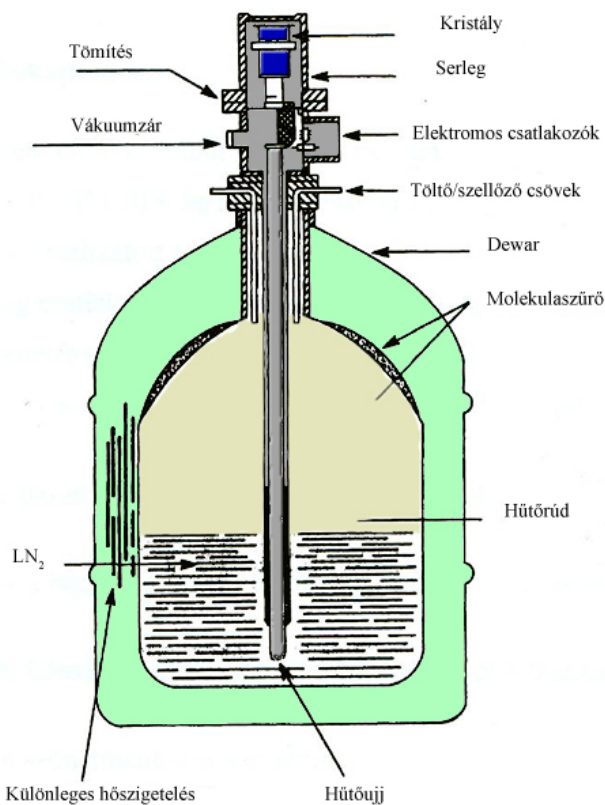
A mérés során zárt, ^{241}Am , ^{137}Cs , ^{60}Co és/vagy ^{54}Mn hiteles etalonokat használunk (**3. ábra**).

7.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

HPGe detektoros spektrométer, azaz nagyfeszültségű tápegység, erősítő, 4K-16K (általában 8K) csatornás analizátor, valamint HPGe detektor (**11. ábra** és **12. ábra**).

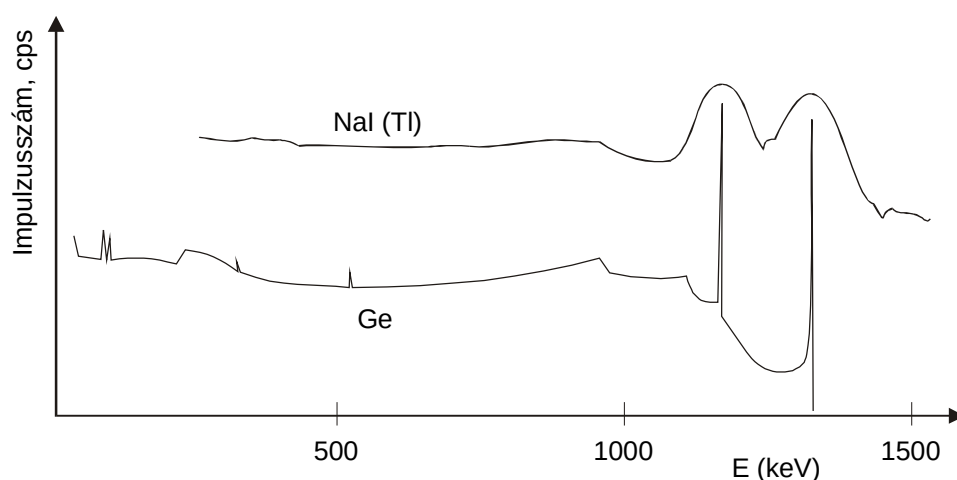


11. ábra Félvezető detektoros gamma-spektrométer rendszer árnyékolással



12. ábra Félvezető detektor szerkezeti felépítése

Egy tipikus szcintillációs és félvezető detektoros spektrum a **13. ábra** látható.

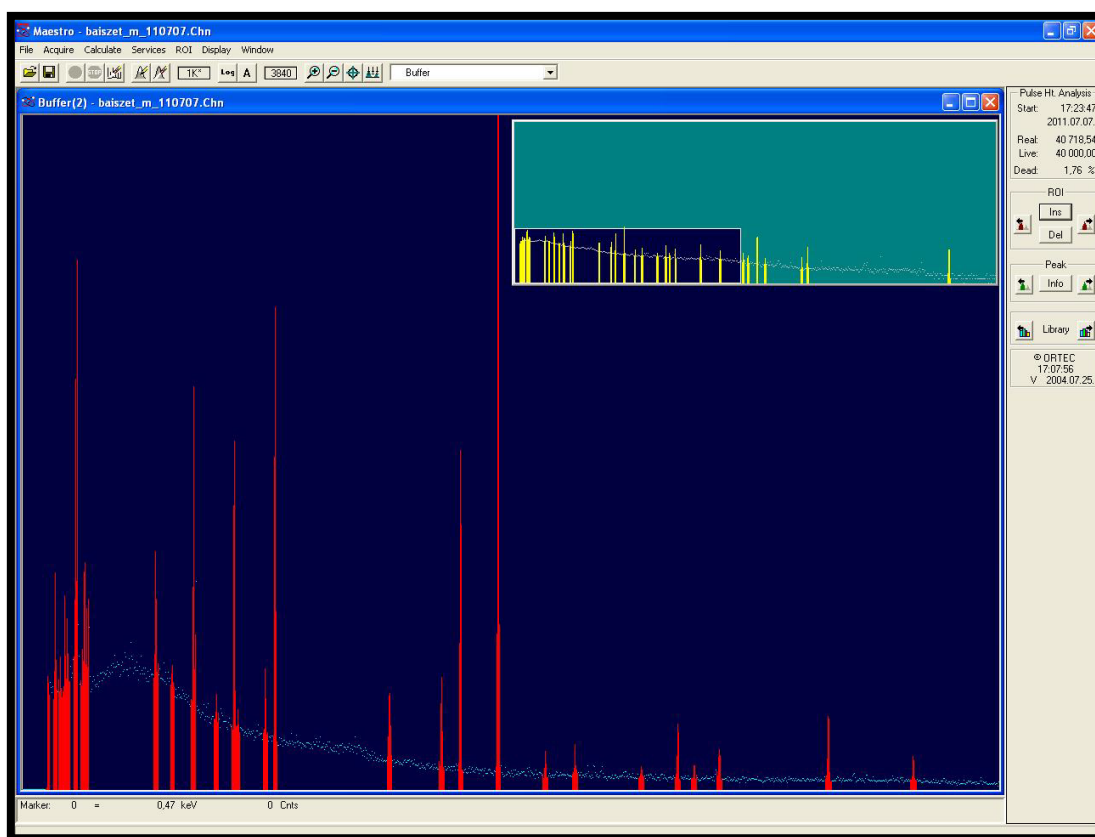


13. ábra Egy tipikus félvezető detektoros spektrum

7.6. A mérés receptszerű leírása

Állítsuk össze a gamma-spektrometriai mérőrendszert, majd állítsuk be az adott detektorhoz tartozó nagyfeszültség értéket a laborvezető irányításával. Indítsuk el a számítógépen a PCAMR analízátor szoftvert. F1 gombbal indítsuk el a mérést. Helyezzük a ^{60}Co sugárforrást a detektor fölé olyan távolságba, hogy a holtidő $< 10\%$ legyen (ezt a továbbiakban is tartsuk be). Az erősítést úgy állítsuk be, hogy a kobalt második csúcsa (1332,5 keV) a mérési tartomány utolsó negyedében legyen. F1 gomb ismételt megnyomásával állítsuk le a mérést, jegyezzük le az eredményt, majd F2 gombbal töröljük a memóriát.

F1 gomb megnyomásával indítsuk el a mérést. Közben ^{241}Am , ^{137}Cs , $^{60}\text{Co}/^{54}\text{Mn}$ sugárforrásokat helyezzünk a detektor fölé. Annyi ideig végezzük az egyes izotópokkal a mérést, amíg a fotocsúcsok maximális értéke el nem éri az 1024-es felbontású spektrum tetejét (a vertikális skála a fel-le nyilakkal változtatható). F1 gombbal állítsuk le a mérést, majd a kurzor segítségével jelöljük ki a fotocsúcsokat (azaz a kurzort állítsuk a csúcs elejére és nyomjuk meg az F9 gombot, majd állítsuk a kurzort a csúcs végére és nyomjuk meg az F10 gombot, a pontosabb kijelölés érdekében F4 gomb megnyomásával a tartomány mérete változtatható). A csúcskijelölést a szoftverrel is elvégeztethetjük (*Calc* menüpontban *peak search* gombok aktiválásával). Ezt követően végezzük el az energia kalibrációt (*Calc* menüpontban *calibrate* gombok aktiválásával, azaz a szoftver előírásainak megfelelően beírjuk az energia mértékegységét, majd sorban a kurzort a csúcsokra állítva, beírjuk az ismert energiákat).



14. ábra Gamma-spektrum

A kalibrált rendszerrel végezzük el a következő méréseket:

A detektorhoz adott távolságban lévő mintatartóra (mindig azonos geometriában) helyezük el egyesével ismert aktivitású ^{241}Am , ^{137}Cs , $^{60}\text{Co}/^{54}\text{Mn}$ sugárforrásokat és mindegyikkel 100 s élőidő beállításával (F3 gomb megnyomásával az élőidő sorába írjuk be a megfelelő időt) vegyük fel a spektrumot. Jegyezzük fel a fotocsúcshoz tartozó nettó csúcsterületet és a félértékszélességet, illetve felbontást (*calc* menüpont *peak report*, *ega* gombok megnyomásával a képernyőn megjeleníthetjük). Ugyan erre a helyre helyezzük a laborvezető által kiadott ismeretlen sugárforrást és ennek is vegyük fel a spektrumát. Jelöljük ki az ismeretlen radioizotóphoz tartozó fotocsúcsot (fotocsúcsokat) és olvassuk le a fotocsúcsokhoz tartozó energiákat, félértékszélességet, felbontást.

Azonos körülmények között vegyük fel egy ismeretlen aktivitású ^{137}Cs sugárforrás spektrumát, határozzuk meg a csúcsterületet.

7.7. Számítások

Táblázatból a fotocsúcsok alapján határozzuk meg az ismeretlen sugárforrás fajtáját.

Ábrázoljuk az ^{241}Am , ^{137}Cs , $^{60}\text{Co}/^{54}\text{Mn}$ valamint az ismeretlen minta esetén kapott felbontást a fotocsúcs energiák függvényében.

Az ismeretlen (már beazonosított) minta és a ^{241}Am , ^{137}Cs , ^{60}Co minták aktivitásának, illetve az egyes energiájú sugárzások hozamának ismeretében rajzoljuk fel az energia-hatásfok görbét. Az E_i energiára vonatkozó hatásfok – az értelmezése alapján – a következőképpen írható fel:

$$\eta_{Ei} = \frac{I_{Ei}}{A_{Ei} \cdot \eta_k}$$

ahol:

I_{Ei} : az E_i energiájú gamma-sugárzás mért intenzitása (imp/s, cps)

A_{Ei} : az E_i energiájú gamma-sugárzást kibocsátó radioizotóp aktivitása (Bq)

η_k : pedig az E_i energiájú gamma-sugárzás hozama (egy magbomlás eredményeként milyen valószínűséggel keletkezik a mért energiájú gamma foton)

A különböző, E_i energiájú sugárzás esetén kapott η_{Ei} -értékeket ábrázoljuk az energia függvényében, és megkapjuk az energia-hatásfok görbét.

Relatív és abszolút módszerrel is határozzuk meg az ismeretlen aktivitású ^{137}Cs sugárforrás aktivitását.

Relatív módszer:

Az ismeretlen aktivitású ^{137}Cs sugárforrás a következő módon számítható:

$$A_m = \frac{I_m}{I_{etalon}} \cdot A_{etalon}$$

ahol:

A_m : az ismeretlen aktivitású ^{137}Cs sugárforrás aktivitása (Bq)

I_{etalon} : az ismert aktivitású ^{137}Cs izotóptól származó, azonos időre vonatkoztatott, háttérrel korrigált impulzusszám (cps; cpm)

I_m : az ismeretlen aktivitású ^{137}Cs izotóptól származó, azonos időre vonatkoztatott, háttérrel korrigált impulzusszám (cps; cpm)

A_{etalon} : az ismert aktivitású ^{137}Cs sugárforrás aktivitása (Bq)

Aktivitás meghatározása hatásfokfüggvény alapján

Az ismeretlen aktivitású ^{137}Cs sugárforrás aktivitását az előbbieken elkészített energia-hatásfok görbe felhasználásával határozzuk meg.

Mivel a mérési geometria azonos, az aktivitás a következőképpen számolható:

$$A_a = \frac{I_a}{\eta_{Ei} \cdot \eta_k}$$

ahol

A_a : az ismeretlen aktivitású, itt a ^{137}Cs sugárforrás aktivitása (Bq)

I_a : az ismeretlen aktivitású forrástól mért intenzitás (cps, cpm)

η_{Ei} : az E_i energiájú, itt a ^{137}Cs sugárforrás 661,6 keV energiájú sugárzásának a detektálási hatásfoka

η_k : "a" nuklid E_i energiájú gamma-sugárzásának, itt a ^{137}Cs sugárforrás 661,6 keV energiájú sugárzásának a hozama (cps/Bq)

Ennek a módszernek az előnye, hogy a kalibráló görbe felvételénél használt radioizotópokon kívül, bármely energiájú radioizotóp esetén is használható szemben a relatív módszerrel.

7.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

7.9. Kérdések

1. Gamma-spektrometriánál hogyan határozható meg a radioizotópok fajtája?

A gamma-energiák meghatározásával a radioizotóp fajtája meghatározható.

2. Mivel arányos az adott radioizotóp csúcsához tartozó terület?

Az adott energiához tartozó csúcsok alatti terület arányos a mennyiséggel, azaz az adott radioizotóp aktivitásával.

3. Közelítőleg mekkora a HPGe félvezető detektorok energia felbontása?

A félvezető detektorok energiafelbontása kb. 2 keV ^{60}Co izotóp 1332,5 keV csúcsára vonatkozólag.

4. Hogyan számolható ki egy adott E_i energiára vonatkozó hatásfok?

Az E_i energiára vonatkozó hatásfok – az értelmezése alapján – a következőképpen írható fel:

$$\eta_{Ei} = \frac{I_{Ei}}{A_{Ei} \cdot \eta_k}$$

ahol:

I_{Ei} : az E_i energiájú gamma-sugárzás mért intenzitása (imp/s, cps)

A_{Ei} : az E_i energiájú gamma-sugárzást kibocsátó radioizotóp aktivitása (Bq)

η_k : pedig az E_i energiájú gamma-sugárzás hozama (egy magbomlás eredményeként milyen valószínűséggel keletkezik a mért energiájú gamma foton)

5. Hogyan számoljuk ki egy adott radionuklid aktivitását relatív módszerrel?

Az ismeretlen aktivitású ^{137}Cs sugárforrás a következő módon számítható:

$$A_a = \frac{I_a}{\eta_{Ei} \cdot \eta_k}$$

ahol

A_a : az ismeretlen aktivitású, itt a ^{137}Cs sugárforrás aktivitása (Bq)

I_a : az ismeretlen aktivitású forrástól mért intenzitás (cps, cpm)

η_{Ei} : az E_i energiájú, itt a ^{137}Cs sugárforrás 661,6 keV energiájú sugárzásának a detektálási hatásfoka

η_k : "a" nuklid E_i energiájú gamma-sugárzásának, itt a ^{137}Cs sugárforrás 661,6 keV energiájú sugárzásának a hozama (cps/Bq)

8. ^3H (trícium) meghatározása LSC mérőberendezés segítségével

8.1. A mérés elve

Kozmikus sugárzás hatására a levegő nitrogénjéből folyamatosan keletkezik trícium - ^{14}N (n, ^3H) ^{12}C . A környezetben található trícium többnyire oxigénhez kötődve, víz formájában van jelen és csupán kisebb hányada kötődik szerves vegyületekhez. A két előfordulási forma közötti kicserélődés kismértékű. Ennek megfelelően biológiai körforgásban is a vízmolekula részeként vesz részt.

A vízmintákat kétszeri desztillálással tisztítjuk, majd 600°C-on elemi réz tölteten nitrogén (argon) gáz segítségével eltávolítjuk az oldott oxigént. A vizsgálatához 0,5-1 l víz szükséges.

8.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A felszíni vizek trícium tartalma általában e módszer kimutatási tartományba esik, de a felszín alatti vizeké nem határozható meg kellő biztonsággal dúsítás nélkül.

A vízben oldott ásványi anyagok és az oxigén zavaró hatással van a folyadékszintillációs mérésre, ezért kell desztillálni a vizet és a desztillátumot felhasználni a méréshez.

8.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

Az elődesztilláláshoz csiszolt nyakú talpas lombikba 80-100 ml vízmintát mérünk be, hozzáadunk 2-3 db üveggyöngyöt, majd átdestilláljuk egy másik talpas lombikba. Ezután ezt a talpas lombikot csatlakoztatjuk a desztilláló feltéthez, majd a benne lévő, egyszer már desztillált vízmintát oxigénmentesített (speciális rézoxid oszlopon átvezetett) argongáz öblítés (20 buborék/perc) mellett ismét ledestilláljuk.

Amennyiben nem rögtön mérjük, az így kapott oxigénmentes desztillátumot, a mérés megkezdéséig műanyag mintatartó edényben lezárva hűtőszekrényben tároljuk.

A folyadékszintillációs méréshez egy 20 ml-es alacsony diffúziójú polipropilén küvetta (a trícium kis mérete miatt képes kidiffundálni a mintatartóból, ezért célszerű az alacsony diffúziójú küvetta alkalmazása) 10 ml nagy vízfelvevő képességű szintillációs koktélt, majd 10 ml mintát mérünk. Az elegyet jól összerázzuk, egy órán át sötétben tároljuk, majd a folyadékszintillációs készülékbe helyezve elindítjuk a mérést.

8.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Nitrogén, vagy argon gáz (kereskedelemben szokásos 4.6 tisztaságú).

Nagy vízfelvevő képességű folyadékszintillációs koktél (Ultima Gold LLT).

8.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

1000 ml-es csiszolt nyakú talpas lombik, 100 ml-es mérőhenger, 100 ml-es műanyag mintatartó edény, csiszolatos hőmérő, 20 ml-es alacsony diffúziójú folyadékszintillációs küvetta (15. ábra).



15. ábra Alacsony diffúziójú folyadékszintillációs küvette

Rézoszlopos oxigénmentesítő egység (16. ábra), desztilláló berendezés, desztilláló feltét megfelelő csiszolattal (17. ábra), elektromos melegítő, gyorsmérleg (0,01 g pontosságú), automata pipetta 5-10 ml térfogattal.



16. ábra Rézoszlopos oxigénmentesítő egység



17. ábra Desztilláló berendezés

Folyadékszintillációs mérőrendszer (TRICARB 3170 TR/SL verzió a Canberra-Packard-tól) (18. ábra).



18. ábra LSC berendezés

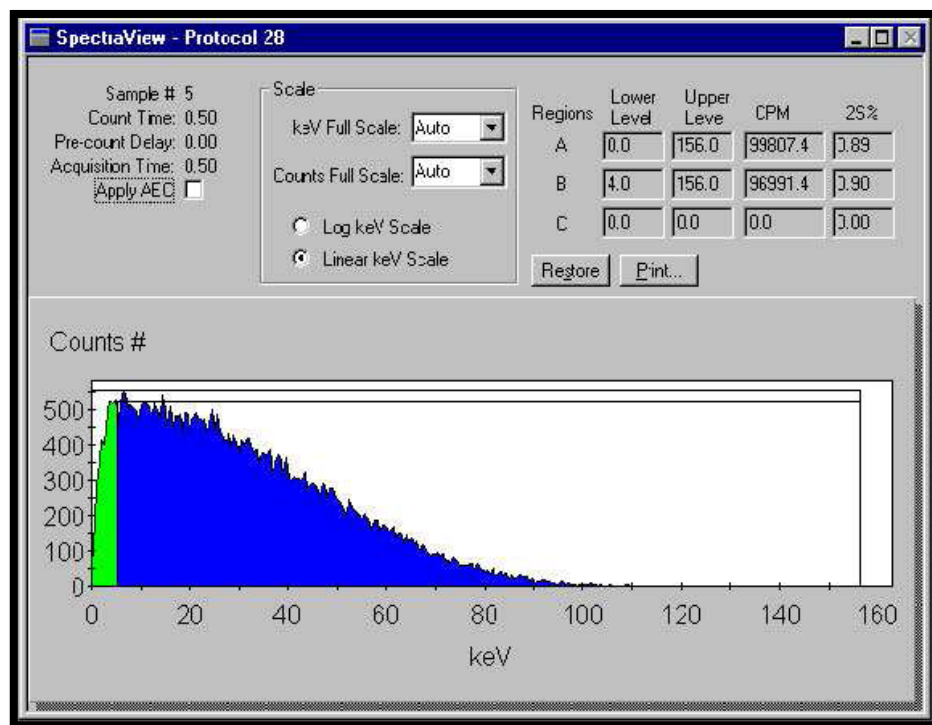
8.6. A mérés receptszerű leírása

A trícium méréshez háttér mintaként alacsony tríciumtartalmú, „öreg” vizet használunk. A vízmintából 10 ml-t és a kiválasztott nagy vízfelvevő képességű koktélból 10 ml-t alacsony diffúziójú küvettába mérünk és legalább egy órát sötétben tartjuk. Ajánlott mérési idő 400-800 perc, praktikusán ugyanannyi, mint a minták mérése (19. ábra).

A hatásfok kalibráció mintegy 2 Bq/ml aktivitáskoncentrációjú tríciummal jelzett háttérmintával történik. Az ajánlott mérési idő 400 perc.

A mérés indítása a tríciumra definiált, beépített protokollal történik, ami a többi kis energiájú béta izotóp méréséhez is alkalmas.

A minták ajánlott mérési ideje 400-800 perc, amennyiben a mérési kapacitás engedi, három ciklusban indítsuk a mérést. A mérendő minta sorozat mellé célszerű odatenni a háttér mintát is.



19. ábra Tipikus LSC spektrum

8.7. Számítás

A hatásfok értéke:

$$\eta_{sz} = \frac{\frac{C_{kalibráló}}{60} - \frac{C_{háttér}}{60}}{A}$$

ahol:

η_{sz} : számlálási hatásfok

$C_{kalibráló}$: percenkénti beütésszám a kalibráló küvetta mérésekor (cpm)

$C_{háttér}$: percenkénti beütésszám a háttér mérésekor (cpm)

A : a kalibráló küvetta tét trícium aktivitása (Bq)

Az eredmény megadása az előkészített oldatra:

Nettó beütésszám megadása:

$$C_i = C_{minta} - C_{háttér}$$

ahol:

C_{minta} : percenkénti beütésszám a minta mérésekor (cpm)

$C_{háttér}$: percenkénti beütésszám a háttér mérésekor (cpm)

A trícium aktivitáskoncentrációja az előkészített oldatban:

$$A_1 = \frac{c_1}{60 \cdot \eta_{sz} \cdot V} \cdot 1000$$

ahol:

A_1 : aktivitáskoncentráció a mért vízmintában (Bq/l)

c_1 : mért nettó beütésszám percenként a vízmintában (cpm)

V : bemért víz térfogata (l)

η_{sz} : trícium meghatározás hatásfoka

Mérési bizonytalanság megadása:

A mérés kombinált standard bizonytalansága a következőképp számítandó a hibaterjedés törvényének figyelembe vételével:

$$U = A \cdot \sqrt{u_{mérés}^2 + u_{háttér}^2 + u_{\eta_{sz}}^2}$$

ahol:

A : aktivitáskoncentráció, Bq/l eredeti anyag,

U : kombinált standard bizonytalanság,

$u_{mérés}$: minta folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága

$u_{háttér}$: háttér folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága

$u_{\eta_{sz}}$: hatásfok folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága

Az eredmény megadása:

$$A \pm U \text{ Bq/l vagy } A(U) \text{ Bq/l}$$

8.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_{D1} = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_{h1}}$$

ahol:

L_{D1} : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)

N_{h1} : nettó beütésszám percenként a vízminta esetén (cpm),

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható.

Amely az alábbi képlet alapján számítható ki:

$$C_{\min} = \frac{2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_{h1} \cdot T}}{V \cdot \eta_{sz} \cdot T} \cdot 1000$$

ahol:

V : a bemért minta mennyisége (l)

T : a mérési idő (s)

η_{sz} : trícium meghatározás hatásfoka

8.9. Kérdések

1. Miből keletkezik a légtérben a trícium?

Kozmikus sugárzás hatására a levegő nitrogénjéből folyamatosan keletkezik trícium - $^{14}\text{N} (n, ^3\text{H}) ^{12}\text{C}$.

2. Általában milyen formában van a légtérben a trícium?

A környezetben található trícium többnyire oxigénhez kötődve, víz formájában van jelen és csupán kisebb hányada kötődik szerves vegyületekhez.

3. Miért kell a vízmintát a mérés előtt desztillálni?

A vízben oldott ásványi anyagok és az oxigén zavaró hatással van a folyadékszintillációs mérésre, a méréshez a desztillátumot kell felhasználni.

9. ^{14}C meghatározása LSC mérőberendezés segítségével

9.1. A mérés elve

A kozmikus sugárzás hatására a levegő nitrogénjéből ^{14}C izotóp keletkezhet – ^{14}N (n, p) ^{14}C – ami részt vesz a széndioxid körforgásban. A növényminták ^{14}C -tartalmának meghatározáshoz a szén és annak radioaktív izotópját, a ^{14}C -et szén-dioxidként a vizes, illetve szerves mátrix mellől, kvantitatív módon kinyerjük. A kvantitatív kinyeréshez a mintákat oxigén-levegő-, illetve oxigén-áramban, szabályozott körülmények között 700°C -on elégetjük, a termikus bomlást szenvedett melléktermékek teljes oxidációjának biztosítására az égéstermékeket 750°C -ra felfűtött CuO-katalizátoron vezetjük át, végül a keletkezett szén-dioxidot lúgos közegben elnyeletjük. A vizsgálathoz kb. 100-120 g 1-2 cm-es darabokra aprított minta szükséges

9.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Szilárd minták radiokarbon meghatározása.

A módszer a környezetben jelenleg található ^{14}C koncentrációjának meghatározására, valamint eredet-meghatározásra alkalmas. Kormeghatározásra viszont nem elég érzékeny és ezzel összefüggésben a bizonytalansága sem kielégítő.

9.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A ^{14}C -tartalom meghatározásához az előzetesen lemért mintatartó csónakba kb. 20 g eredeti anyagnak megfelelő mennyiségű, aprított és 105°C -on szárított mintát mérünk be. Ha a bemérést jóval az égetés megkezdése előtt végezzük el, a bemért mintát Parafilm-mel lezárva kell az égetés megkezdéséig tartani.

Lemérünk 3 db elnyeletőt, megjelöljük (H1, C1, C2), majd bemérjük a megfelelő mennyiségű reagenst és ismét lemérjük, ajánlott reagens-mennyiség:

H1 20 ml 0,1 M HCl
C1 70 ml Carbosorb E,
C2 50 ml Carbosorb E.

Az égetőcsőhöz csatlakoztatjuk az elnyeletőket a következő sorrendben: H1, C1-C2. A C2 jelű elnyeletőhöz csatlakoztatjuk a molekulaszitával töltött gáztisztítót. A csiszolatokat nem szabad zsírozni, de az égetőcső-H1 csatlakozáshoz a teflon tömítés ajánlott.

A mintatartó edényt az égetőcsőbe helyezzük úgy, hogy kb. a kemence égetőrészének közepén legyen.

A készülék kezelési utasításának megfelelően elvégezzük a minta programozott égetését. Az égetési programnak olyannak kell lennie, hogy a minta ne lobbanjon lángra az égetés során. Vivőgáz áramlási sebessége $150\text{ cm}^3/\text{perc}$, katalizátort ellátó oxigén áramlási sebessége $80\text{ cm}^3/\text{perc}$.

Ajánlott égetési program:

Emeljük az égetőkemence hőmérsékletét 350°C -ra 2 óra alatt.

Tartsuk a kemence hőmérsékletét 350°C -on 30 percig.

Emeljük a kemence hőmérsékletét 700°C -ra 30 perc alatt, közben a vivőgázt sűrített levegőről oxigénre cseréljük, amint a kemence hőmérséklete elérte a 600°C -ot.

Tartsuk a kemence hőmérsékletét 700°C-on 60 percig.
Állítsuk le az égetőkemence és katalizátor fűtését és hagyjuk lehűlni.

Az égetés után az összeszereléssel fordított sorrendben levesszük az elnyeletőket, lemérjük a tömegüket, majd tartalmukat külön-külön mintatartó edénybe töltjük.

A rendszer teljes lehűlése után az égetőcsőből kivesszük a mintatartó csónakot és lemérjük.

Az edényzet tisztításakor a C1, C2 elnyeletőket kétszer ioncserélt vízzel, egyszer 6 M sósav-oldattal, kétszer ioncserélt vízzel és végül acetonnal átöblítjük és szárító szekrényben megszáritjuk.

A folyadékszintillációs méréshez egy 20 ml-es küvettába a Carbosorbban elnyeletett mintából 10 ml-t kiveszünk és hozzátesszük a vele jól elegyedő PermafluorE koktélt. Mind a C1, mind a C2 elnyeletőből készítünk egy-egy folyadékszintillációs spektrométerben lemérendő mintát. A ^{14}C tartalmat a kettő együttes aktivitása adja meg (rendszerint a második elnyeletőben az összmennyiség kevesebb, mint 5%-a van). Egy órányi sötétben tartás után a mérés indítható.

9.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

Sósav, HCl 37% a.r.,

Carbo-sorb E (PerkinElmer),

Ioncserélt víz,

Aceton, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ a.r.,

6 M sósav-oldat: 500 ml 37% HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

Sűrített levegő,

Oxigén, min. 99,5%,

Jégkocka,

Izzítókemence.

PermafluorE, Carbosorb-bal elegyedő folyadékszintillációs koktél.

9.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Molekulaszita 0,1 nm, pellet ~3,2 mm (regenerálható 250°C-350°C között), szűrőpapír (Whatman 12 cm, keményített, hamumentes), Parafilm M, automata pipetta min. 5 ml térfogattal, 100 ml-es szerves és lúg álló műanyag mintatartó edény, 20 ml-es alacsony diffúziójú folyadékszintillációs küvetta (15. ábra)

Gyorsmérleg, programozható égetőrendszer, csőkemence, szárítószekrény. folyadékszintillációs mérőrendszer (TRICARB 3170 TR/SL verzió a Canberra-Packard-tól) (18. ábra).

9.6. A mérés receptszerű leírása

A ^{14}C méréshez háttér mintaként használható a 10 ml CarbosorbE és 10 ml PermafluorE elegye, illetve szűrőpapír égetésével nyert vak minta. Ajánlott mérési idő 200-600 perc, praktikusán ugyanannyi, mint a minták mérése.

A hatásfok kalibráció mintegy 5 Bq aktivitású ^{14}C izotóppal jelzett háttérmintával történik. Az ajánlott mérési idő 400 perc.

A mérés indítása a ^{14}C mérésére definiált, beépített protokollal történik, ami a többi nagyobb energiájú béta izotóp méréséhez is alkalmas.

A minták ajánlott mérési ideje 200-600 perc, amennyiben a mérési kapacitás engedi három ciklusban indítsuk a mérést. A mérendő minta sorozat mellé célszerű odatenni a háttér mintát is.

9.7. Számítás

A hatásfok értéke:

$$\eta_{sz} = \frac{\frac{C_{kalibráló}}{60} - \frac{C_{háttér}}{60}}{A}$$

ahol:

η_{sz} : számlálási hatásfok

$C_{kalibráló}$: percenkénti beütésszám a kalibráló követta mérésekor (cpm)

$C_{háttér}$: percenkénti beütésszám a háttér mérésekor (cpm)

A : a kalibráló követta tette trícium aktivitása (Bq)

Az eredmény megadása az előkészített oldatra:

Nettó beütésszám megadása:

$$C_i = C_{minta} - C_{háttér}$$

ahol:

C_{minta} : percenkénti beütésszám a minta mérésekor (cpm)

$C_{háttér}$: percenkénti beütésszám a háttér mérésekor (cpm)

A ^{14}C aktivitáskoncentrációja az előkészített oldatban:

$$A_1 = \frac{C_1}{60 \cdot \eta_{sz} \cdot m} \cdot 1000$$

$$A_2 = \frac{C_2}{60 \cdot \eta_{sz} \cdot m} \cdot 1000$$

ahol:

A_1 : aktivitáskoncentráció az első elnyeletőben (Bq/l)

A_2 : aktivitáskoncentráció, a második elnyeletőben (Bq/l)

C_1 : nettó beütésszám percenként az első elnyeletőből kivett mintában (cpm)

C_2 : nettó beütésszám percenként a második elnyeletőből kivett mintában (cpm)

m : bemért oldat tömege (kg)

ε : hatásfok

^{14}C aktivitáskoncentráció meghatározása eredeti anyagra

$$a = \frac{(A_1 \cdot M_1) + (A_2 \cdot M_2)}{M_{be} \cdot \eta_{ki}}$$

ahol:

a : aktivitáskoncentráció (Bq/kg)

M_1 : az első elnyelető tömege (g)
 M_2 : a második elnyelető tömege (g)
 η_{ki} : kitermelés hányada,
 M_{be} : bemért minta tömege (kg)

A hamutartalom számítása:

$$h = \frac{m_{hamu}}{m_{bemert}}$$

ahol:

h : a minta hamutartalma (g/g)
 m_{bemert} : a bemért nyers minta tömege (g)
 m_{hamu} : az égetés során nyert hamu tömege (g)

Mérési bizonytalanság megadása:

A mérés kombinált standard bizonytalansága a következőképp számítandó a hibaterjedés törvényének figyelembe vételével:

$$U = A \cdot \sqrt{u_{mérés}^2 + u_{hátter}^2 + u_{\varepsilon}^2 + u_k^2}$$

ahol:

A : aktivitáskoncentráció (Bq/kg)
 U : kombinált standard bizonytalanság,
 $u_{mérés}$: minta folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága
 $u_{hátter}$: háttér folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága
 $u_{\eta sz}$: hatásfok folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága
 $u_{\eta ki}$: k tényező relatív bizonytalansága – mintából kinyert víz

9.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_{D1} = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_{h1}}$$

$$L_{D2} = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_{h2}}$$

ahol:

L_{D1-2} : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)
 N_{h1} : nettó beütésszám percenként az első elnyeletőből kivett mintában (cpm)
 N_{h2} : nettó beütésszám percenként a második elnyeletőből kivett mintában (cpm)

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható.

Amely az alábbi képlet alapján számítható ki:

$$A_{KH1} = \frac{L_{D1}}{60 \cdot \eta_{sz} \cdot m} \cdot 1000$$

$$A_{KH2} = \frac{L_{D2}}{60 \cdot \eta_{sz} \cdot m} \cdot 1000$$

$$KH = \frac{(A_{KH1} \cdot M_1) + (A_{KH2} \cdot M_2)}{M_{be} \cdot k}$$

ahol:

A_{KH1} : minimálisan detektálható aktivitás az első elnyeletőben (Bq/l)

A_{KH2} : minimálisan detektálható aktivitás a második elnyeletőben (Bq/l)

m : bemért oldat tömege (kg)

M_1 : az első elnyelető tömege (g)

M_2 : a második elnyelető tömege (g)

η_{sz} : ^{14}C meghatározás hatásfoka

M_{be} : bemért minta tömege (kg)

KH : kimutathatósági határ (Bq/l)

9.9. Kérdések

1. *Hogyan keletkezik a ^{14}C izotóp a természetben?*

A kozmikus sugárzás hatására a levegő nitrogénjéből ^{14}C izotóp keletkezhet a ^{14}N (n, p) ^{14}C reakció alapján.

2. *Milyen közegben nyeletjük el a széndioxidot?*

A keletkezett szén-dioxidot lúgos közegben nyeletjük el.

10. Stroncium izotóp meghatározása folyadékszintillációs berendezéssel

10.1. A mérés elve

Tisztán béta-bomló izotópok legkönnyebben a folyadékszintillációs mérőberendezéssel (LSC) mérhetők.

A stroncium izotópok kémiai módszerrel, Sr-spec gyanta segítségével, választhatók el a minta egyéb komponenseitől. A ^{90}Sr elemzése elvégezhető leányelemén, a ^{90}Y -on keresztül.

10.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A mérés alkalmas talaj, üledék, iszap és aeroszolszűrők stroncium-90 koncentrációjának meghatározására. A méréshez szükséges ismerni a természetes Sr koncentrációt, és amennyiben a minta Sr koncentrációja meghaladja a 20 mg/10g-ot, nem szükséges Sr hordozó hozzáadása. A mérést egyéb izotópok jelenléte zavarhatja ezért Sr-spec gyantával történő szelektív ioncserés elválasztást alkalmazunk.

10.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mintát 105 °C-on tömegállandóságig szárítjuk, majd 0,5 grammot bemérünk ETHOS mikrohullámú roncsoló teflon tartályába és hozzáadunk ismert mennyiségű Sr hordozót valamint 15 ml 65 %-os HNO_3 , 8 ml 37 %-os HCl és 1,5 ml 40%-os HF -ot és az alábbi protokoll alapján feltárjuk

- 1. lépés: 8 perc alatt a rendszer felmelegítése 160 °C-ra
- 2. lépés: 5 perc alatt a rendszer felmelegítése 210 °C-ra
- 3. lépés: 20 percig tartja a rendszer a 210 °C-ot
- 4. lépés: 10 perc alatt lehűl a rendszer annyira, hogy kinyitható a készülék

A kapott oldatot szárazra pároljuk 15-20 ml 8 M-os HNO_3 -val a csapadékot feloldjuk (ha oldhatatlan csapadék marad, 0,45 μm pórusátmérőjű cellulóz membránon átszűrjük az oldatot), majd az alábbiak alapján elvégezzük a stroncium specifikus elválasztást.

Előzetesen Sr-típusú koronaéterből oszlopot készítünk (belső átmérő: 10 mm, oszlophossz: kb. 100 mm). Az oszlopokat 100 ml 3 M HNO_3 -al kondicionáljuk. A mintaoldatokat szabályozott térfogatárammal (kb. 1 csepp/s) az oszlopokra töltjük. Az oszlopokat 100 ml 3 M HNO_3 -val mossuk a legtöbb zavaró alkáliföldfém eltávolítása céljából. A Sr-ot 30 ml desztillált vízzel eluáljuk.

Sr-forrás készítése csapadékképzéssel:

300 mg oxálsavat a Sr-tartalmú oldathoz adunk. Melegítés és keverés közben kb. 3 ml 25 % NH_3 oldatot adunk hozzá (pH = 9-10) a stroncium-oxalát csapadék leválasztására. A csapadékot előzetesen lemért tömegű szűrőpapíron átszűrjük. Gravimetriás módszerrel meghatározzuk a Sr kémiai kinyerését. A csapadékos szűrőpapírt a folyadékszintillációs üvegcsébe helyezzük, és az oxalát csapadékot pontosan 1 ml 1 M HNO_3 -ban feloldjuk. Az így nyert oldatot 15 ml Insta Scint-Gel Plus szcintillációs koktéllal összekeverjük. A ^{90}Sr izotópot folyadékszintillációs technikával határozzuk meg, két energiaablakos módszerrel, alacsony háttérű számlálási módban.

LSC kalibrációja ^{90}Sr aktivitáskoncentrációjának meghatározásához:

A stroncium η_{sz} számlálási hatásfokának és a ^{90}Y A f(Sr) régióbeli mennyiségének meghatározásához ^{90}Sr - ^{90}Y hitelesített standard oldatából ismert mennyiségű mintát veszünk. A radioaktív oldathoz 10 ml 1 mg/ml Sr-tartalmú 3 M HNO_3 hordozót adunk.

Kövessük a következő lépéseket:

A mintaoldatokat szabályozott térfogatárammal (kb. 1 csepp/s) az oszlopra töltjük. Az oszlopokat 100 ml 3 M HNO_3 -val mossuk a legtöbb zavaró alkáliföldfém eltávolítása céljából. A Sr-ot 30 ml desztillált vízzel eluáljuk. Az Y-frakció első 70 ml-ét elkülönítve gyűjtjük (3 M HNO_3 elúció és mosás). A 40 ml 3 M HNO_3 mosóoldatot kiöntjük.

Kövessük a következő lépéseket a Sr-frakció esetén:

300 mg oxálsavat a Sr-tartalmú oldathoz adunk. Melegítés és keverés közben kb. 3 ml 25 % NH_3 oldatot adunk hozzá (pH = 9-10) a stroncium-oxalát csapadék leválasztására. A csapadékot előzetesen lemért tömegű szűrőpapíron átszűrjük. Gravimetriás módszerrel meghatározzuk a Sr kémiai kinyerését. A csapadékos szűrőpapírt a folyadékszintillációs üvegcsébe helyezzük, és az oxalát csapadékot pontosan 1 ml 1 M HNO_3 -ban feloldjuk. Az így nyert oldatot 15 ml Insta Scint-Gel Plus szcintillációs koktéllal összekeverjük. A Sr-90 izotópot folyadékszintillációs technikával határozzuk meg, két energiaablakos módszerrel, alacsony szintű számlálási módban.

10.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

40 %-os HF oldat, 25% NH_3 oldat, 37 %-os HCl oldat, 65 %-os HNO_3 , 98 %-os, H_2SO_4

Nagy tisztaságú, úgynevezett ultratiszta víz

8 M HNO_3 : 556 ml 65 %-os HNO_3 + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

1 M HNO_3 : 69 ml 65 %-os HNO_3 + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

3 M HNO_3 : 207 ml 65 %-os HNO_3 + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

Stroncium hordozó oldat, 10 mg/g

Sr-specifikus gyanta (Eichrom Industries) (20. ábra)

Instant Scin-Gel PlusTM, Packard

Oxálsav: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

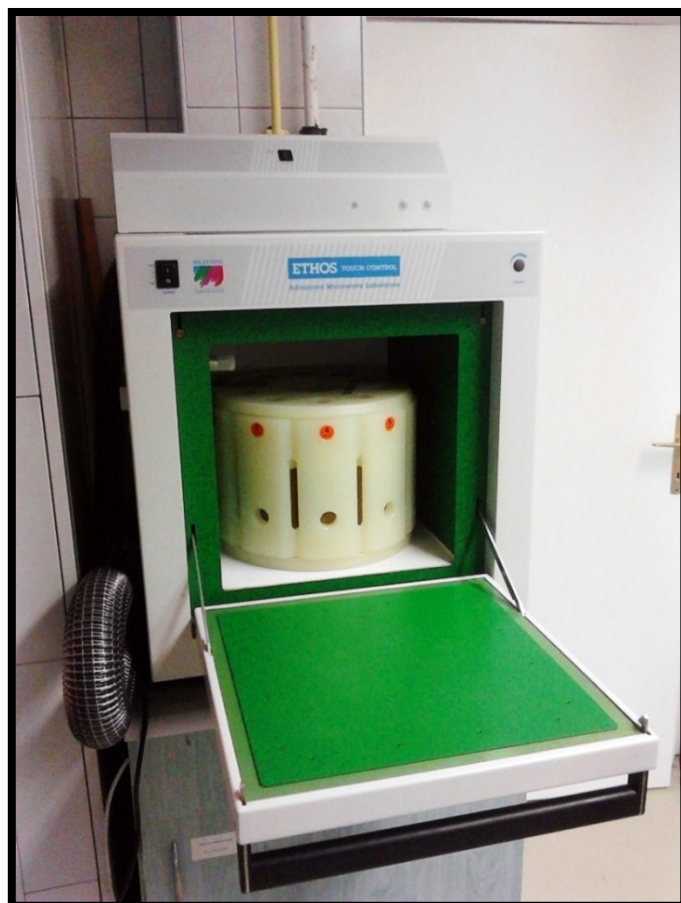


20. ábra Sr-spec gyanta

10.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, Ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (21. ábra), analitikai mérleg, mágnes keverős fűtőlap.

Folyadékszintillációs mérőrendszer (TRICARB 3170 TR/SL verzió a Canberra-Packard-tól) (18. ábra).



21. ábra ETHOS mikrohullámú roncsoló

10.6. A mérés receptszerű leírása

A kész forrásokat alacsony háttérű folyadékszintillációs mérőberendezésbe tesszük. A készülékhez tartozó szoftvert elindítjuk, a megfelelő protokollt a hozzá tartozó zászló (flag) segítségével indítjuk, a mérést 400 percig végezzük. A mérés automatikus leáll, a protokoll automatikusan mentésre és nyomtatásra kerül. A protokollból kiolvassuk az intenzitás értékeket, majd a többi paraméter ismeretében Sr izotóp koncentrációt számolunk.

10.7. Számítás

A ^{90}Sr aktivitáskoncentráció meghatározását két energia ablak módszer használatával végezzük. Ez a módszer lehetővé teszi a ^{90}Sr meghatározását anélkül, hogy beálljon az egyensúly a $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ között. Az első, A energia ablak magába foglalja az összes ^{90}Sr spektrumot és az alacsony energia tartományú ^{90}Y spektrumot. A B ablak magába foglalja a magas energia tartományú ^{90}Y spektrumot. A ^{90}Sr aktivitását úgy határozzuk meg, hogy kivonjuk a ^{90}Y hozzájárulását az első energiaablakban kapott impulzusokból:

$$A_{(Sr)} = \frac{N_A - N_Y(A)}{\eta_{sz}(A) \cdot \eta_{r(Sr)} \cdot m \cdot T_{(s)}}$$

$$N_Y(A) = N_Y(B) \cdot \eta_{f(Y)}$$

$$N_{(A)} = N_{(G)} - N_{(rb)} \cdot \frac{T_{(s)}}{T_{(rb)}}$$

ahol:

$A_{(Sr)}$: ^{90}Sr aktivitás koncentrációja (Bq/kg)

N_A : teljes nettó beütés, háttérrel korrigálva, reagens nélkül

$N_Y(A)$: ^{90}Y nettó beütése az A ablak spektrumában

$\eta_{sz}(A)$: Sr hatásfoka A-ban

$\eta_{r(Sr)}$: Sr kémiai hasznosítási tényezője

$\eta_{f(Y)}$: a számlálási sebesség aránya A ablakbeli ^{90}Y -tól B ablak számlálási arányáig. Ez a tényező a ^{90}Y spektrumból nyerhető.

m : minta tömege kg (száraz)

$N_{(G)}$: A bruttó beütése

$T_{(s)}$: minta spektrum élő ideje (sec)

$T_{(rb)}$: reagens háttér spektrumának élőideje (sec)

$N_{(rb)}$: nettó beütés az ablakban a reagens háttér spektrumától

^{90}Y spektrumból a beütési sebesség arányának számítása A-tól B-ig (f). A faktornak függetlennek kell lennie a minta Y aktivitásától:

$$\eta_{f(Sr)} = \frac{N_{Y(A)}}{N_{Y(B)}}$$

A ^{90}Sr spektrumból számoljuk ki a nettó beütési sebességet a ^{90}Sr -nak az A régióban ^{90}Y növekedéssel korrigálva:

$$N_{Sr}(A) = N(A) - N_Y(A) = N(A) - N_Y(B) \cdot \eta_{f(Sr)}$$

majd a ^{90}Sr számlálási hatásfokának számítása:

$$\eta_{sz}(A) = \frac{N_{(A)} - N_Y(A)}{A_{(Sr)} \cdot \eta_{r(Sr)} \cdot T_{(s)}}$$

$N_{(A)}$: teljes nettó beütés A-ban háttérrel korrigálva

$N_Y(A)$: ^{90}Y nettó beütése A ablakban

$\eta_{sz}(A)$: Sr hatásfok az A ablakban

$\eta_{r(Sr)}$: Sr kémiai visszanyerése

$\eta_{f(Sr)}$: beütési ráta aránya Y-tól A ablaktól B-ig az ^{90}Y spektrumban

$A_{(Sr)}$: ^{90}Sr ismert hozzáadott aktivitás (hitelesített sztenderd oldatból) (Bq)

$T_{(s)}$: a kalibrációs minta spektrumának élő ideje (sec)

10.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_D = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_h}$$

ahol:

L_D : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)

N_h : a háttér beütésszám (beütés)

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható.

Amely az alábbi képlet alapján számítható ki:

$$K.H. = \frac{2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{I_h}}{t \cdot M \cdot \eta_{sz} \cdot \eta_r} \cdot 100$$

ahol:

K.H.: kimutathatósági határ (Bq/g)

M: felhasznált minta mennyisége (g)

N_h : háttér a vizsgálandó energia tartományban (impulzus)

t: mérési idő (s)

η_{sz} : LSC ^{90}Sr -ra vonatkozó detektálási hatásfoka

η_r : ^{90}Sr kémiai kihozatalának hatásfoka

10.9. Kérdések

1. Melyik az elterjedt mérési módszer a tisztán béta-bomló radioizotópok esetén?

A tisztán béta-bomló radioizotópok mérése elterjedten folyadékszintillációs mérőberendezéssel (LSC) történik.

2. Mivel történik a stroncium izotópok elválasztása?

A stroncium izotópok kémiai módszerrel, például Sr-spec gyanta segítségével választhatók el a minta egyéb komponenseitől.

11. ^{226}Ra meghatározása mikrocsapásos forráskészítési eljárással, félvezető (PIPS) detektoros alfa-spektrométerrel

11.1. A mérés elve

Félvezető PIPS (Passivated Implanted Planar Silicon) detektoros (22. ábra) alfa-spektrometriánál a vizsgálandó radionuklidot tartalmazó vékony felületet (a cél a monomolekuláris réteg létrehozása) hozunk létre, majd az így kialakított forrást vákuumban mérjük.



22. ábra PIPS detektorok

Az alfa-részecskék detektálásának nagy problémája a kis hatótávolság. A nagy fajlagos ionizációs képesség viszont biztosítja, hogy ha az alfa-rész bejutott a detektor érzékeny terébe, ott energiáját leadja, tehát 100 %-os valószínűséggel kölcsönhatásba lép a detektor anyagával.

11.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A felszíni, felszín alatti vizekben található, természetes eredetű rádium izotópok koncentrációjának ismerete hasznos geokémiai, hidrogeológiai ismereteket tartalmaz, mint természetes eredetű nyomjelzők alkalmazhatók.

A módszer hátránya, hogy a rádium leválásának hatásfokát ellenőrizni szükséges, így a meghatározás nyomjelző alkalmazását igényli. Általánosan használt nyomjelző a ^{133}Ba , azonban ennek alkalmazása újabb mérőeszközök alkalmazását igényli (gamma-detektor). Megemlítendő, hogy a nyomjelzőként alkalmazott bárium csak kémiaiilag hasonló a rádiumhoz, így a két elem leválásának hatásfokában eltérések adódhatnak.

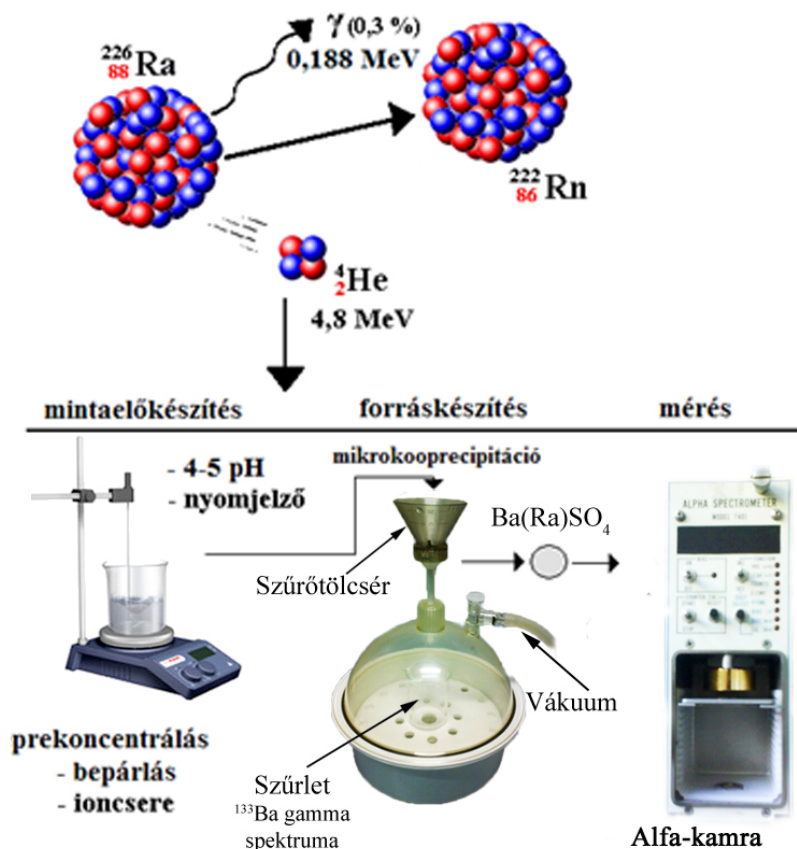
11.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés (23. ábra)

Mintaelőkészítés

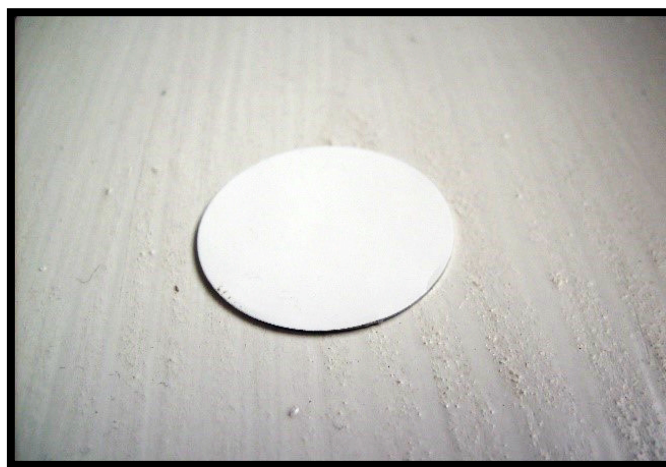
Mintaelőkészítésként (dúsítás) a bepárlást alkalmazzuk, ehhez 1000 ml vízmintához 1 ml 50 Bq ml^{-1} ^{133}Ba -at adunk, majd 50 ml-re pároljuk be. Csapadékkiválás megelőzésére a mintához előzőleg 5 ml cc. HCl-t adunk.

Forráskészítés

A betöményített minta pH-ját 10 M-os NaOH segítségével 4-5 körüli értékre állítjuk be. Ezután a mintához 3 ml 40 %-os Na₂SO₄-ot adunk, majd 100 µl 0,75 mg/ml BaCl₂-ot a megfelelő mennyiségű csapadék kiválás elősegítése érdekében, majd 2-3 csepp 96 %-os ecetsavat a pH beállítása érdekében. A pH 3-4 közötti értéke az ideális, ezt pH papírral ellenőrizzük. A mintát 1 órán keresztül mágnes keverőn intenzíven kevertetjük. A kapott enyhén opálos oldatot 0,1 µm pórusátmérőjű és 25 mm átmérőjű szűrőpapírra szűrjük, majd száradás után 25 mm átmérőjű acélkorongra ragasztjuk (24. ábra).



23. ábra A minta-előkészítés lépéseinek folyamatábrája



24. ábra A készített alfa-forrás

11.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

37 %-os HCl oldat

10 M NaOH

40 m/m%-os Na₂SO₄

0,75 mg/ml BaCl₂

96 %-os ecetsavat

Ioncserélt víz

Hiteles ¹³³Ba nyomjelző

11.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

pH papír, 0,1 µm pórusátmérőjű és 25 mm átmérőjű szűrőpapír, 25 mm átmérőjű acélkorong, vízszugár szivattyús vákuumszűrő, szűrőtölcsér (25. ábra).

NaI(Tl) szcintillációs detektor (8. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra (26. ábra), Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, vákuumrendszer Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (27. ábra és 28. ábra).



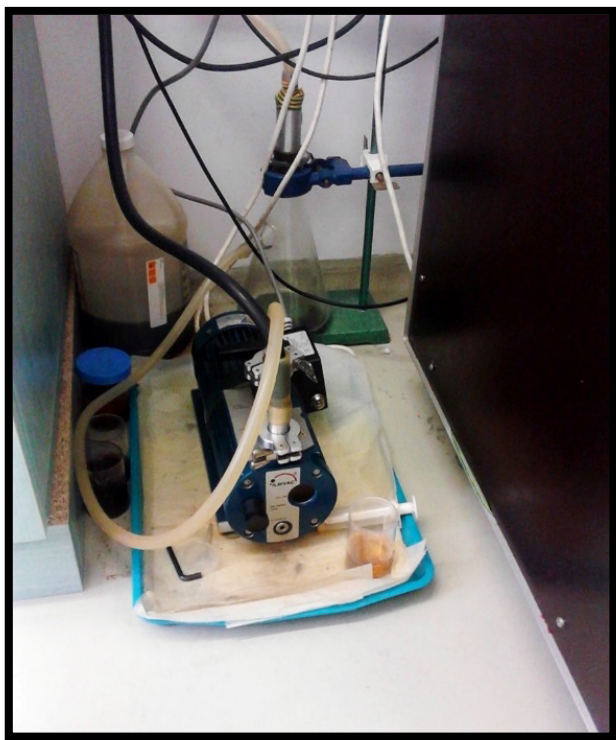
25. ábra A szűrőrendszer



26. ábra PIPS detektor és alfa-kamra



27. ábra Félvezető detektoros alfa-kamrák



28. ábra Vákuumrendszer szivattyúja

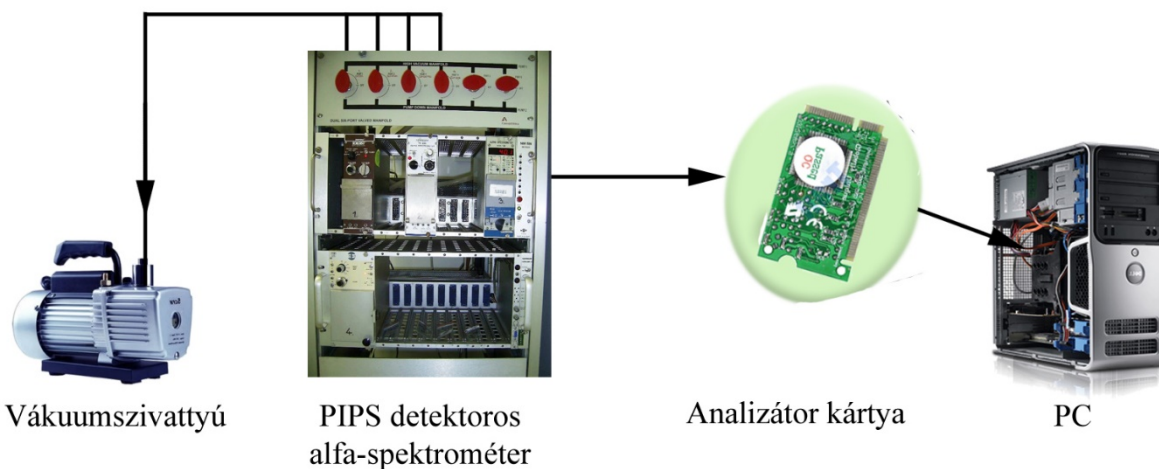
11.6. A mérés receptszerű leírása

Mérés szcintillációs detektorral

A forrást NaI(Tl) szcintillációs detektorral 1000 s-ig mérjük a mintában levő ^{133}Ba -tól származó beütésszám meghatározásának céljából. Ezután egy előre elkészített, az oldathoz a mintaelőkészítés elején adott mennyiséggel egyező mennyiségű ^{133}Ba -ot tartalmazó, a mintával hasonló geometriájú forrást is mérünk, a kettő arányából a forráskészítés hatásfoka meghatározható.

Mérés alfa-spektrométerrel (29. ábra)

A korongot ezután 80.000 s-ig félvezető PIPS detektoros alfa-spektrométerrel mérjük.



29. ábra A mérés folyamatábrája

11.7. Számítás

Az eredmények számításánál a következő összefüggést alkalmazzuk:

$$A_{226\text{Ra}} = \frac{B - H}{\frac{\eta_{sz}}{100} \cdot \frac{\eta_Y}{100}} \cdot 1000$$

ahol:

$A_{226\text{Ra}}$: a vizsgált vízmintában a ^{226}Ra aktivitáskoncentrációja (Bq/l)

B: bruttó beütésszám (cps)

H: mért háttér (cps)

η_Y : ^{133}Ba (Ra) kihozatal (%)

η_{sz} : számlálási hatásfok (%)

V: minta térfogata (l)

Mérési bizonytalanság:

Relatív hiba:

A következő összefüggés alapján számolható:

$$u_r = \pm \frac{\sqrt{I + 2 \cdot I_h}}{I} \cdot 100$$

ahol:

u_r : relatív hiba (%)

I: mért impulzus (impulzus)

I_h : háttér impulzus (impulzus)

Mérései bizonytalanság a következő összefüggés alapján számolható:

$$u = \pm \frac{\sqrt{I + I_h}}{I - I_h} \cdot 100$$

ahol:

u: mérési bizonytalanság (%)

I: mért impulzus (impulzus)

I_h : háttér impulzus (impulzus)

Az így kapott %-os értéket 100-al elosztva és a mért impulzussal megszorozva kapható meg a mérési bizonytalanság impulzusban.

11.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_D = 2,7 + 14,6 \cdot \sqrt[5]{N_h}$$

ahol:

L_D : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)

N_h : a háttér beütésszám (beütés)

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható. A méréseknél 95 %-os megbízhatósági szinten kimutathatósági határt (80 000 sec mérési idő) a következő egyenlet alapján határoztuk meg:

$$K.H. = \frac{2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{I_h}}{\eta_d \cdot t \cdot M}$$

ahol:

K.H.: kimutathatósági határ (Bq/l)

M: felhasznált minta mennyisége (l)

η_d : detektor hatásfoka

I_h : háttér a vizsgálandó energia tartományban (impulzus)

t: mérési idő (s)

11.9. Kérdések

1. Miért nehéz mérni az alfa-sugárzást?

Az alfa-részecskék detektálásának nagy problémája a kis hatótávolság.

2. Mi a mikrokooprecipitációs forráskészítési eljárás hátránya a ^{226}Ra mérése esetén?

A módszer hátránya, hogy a rádium leválásának hatásfoka bizonytalan, így a meghatározás nyomjelző alkalmazását igényli.

3. Milyen izotópot használnak nyomjelzőként a ^{226}Ra mérése esetén?

A ^{226}Ra mérése esetén általánosan használt nyomjelző a ^{133}Ba radioizotóp.

12. Uránizotópok meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával

12.1. A mérés elve

A megfelelően vékony (ideális esetben monomolekuláris réteget alkotó) tisztán csak a vizsgálandó alfa-sugárzó radionuklidot tartalmazó minta vákuumban speciális PIPS félvezető detektorral mérhető és az aktivitása meghatározható.

12.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Környezeti minták urán izotópjainak izotópspecifikus meghatározására alkalmas mérési módszer. A mérést zavarja a túl vastag minta (forrás) amelyben az alfa részecske jelentős önabszorpcót szenvedhet. Ezt elektrodepozíciós forráskészítési módszerrel küszöböljük ki, amely megfelelően vékony források kialakítására alkalmas.

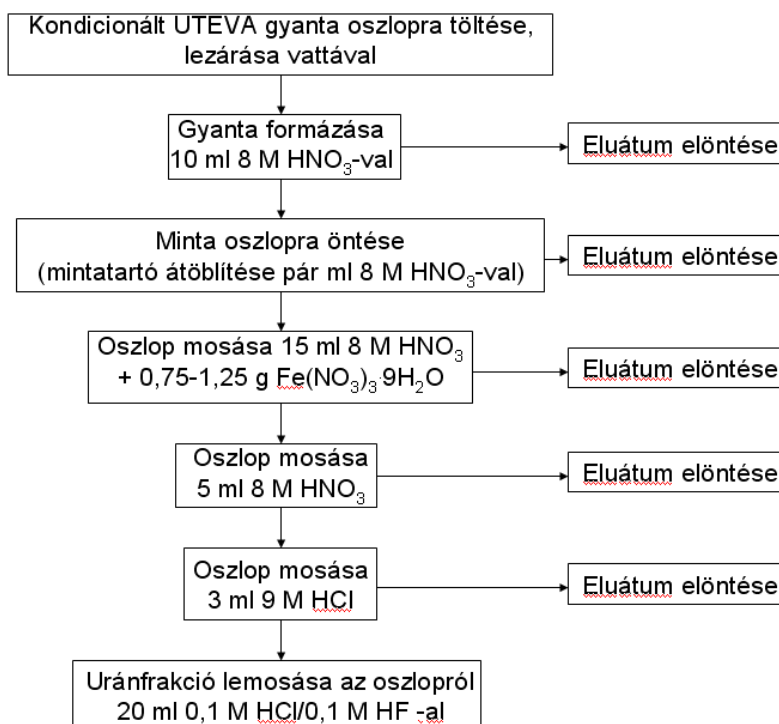
A mérést az egyéb alfa-sugárzó izotópok jelenléte zavarhatja ezért UTEVA gyantával történő szelektív ioncserés elválasztást alkalmazunk.

12.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mintát 105 °C-on tömegállandóságig szárítjuk, majd 0,5 grammot bemérünk ETHOS mikrohullámú roncsoló teflon tartályába és hozzáadunk ismert mennyiségű ^{232}U nyomjelzőt (0,1 ml 362,93 mBq/ml-es ^{232}U oldat) valamint 15 ml 65 %-os HNO_3 , 8 ml 37 %-os HCl és 1,5 ml 40%-os HF -ot és az alábbi protokoll alapján feltárjuk

- 1. lépés: 8 perc alatt a rendszer felmelegítése 160 °C-ra
- 2. lépés: 5 perc alatt a rendszer felmelegítése 210 °C-ra
- 3. lépés: 20 percig tartja a rendszer a 210 °C-ot
- 4. lépés: 10 perc alatt lehűl a rendszer annyira, hogy kinyitható a készülék

A kapott oldatot szárazra pároljuk 15-20 ml 8 M-os HNO_3 -val a csapadékot feloldjuk (ha oldhatatlan csapadék marad, 0,45 μm pórusátmérőjű cellulóz membránon átszűrjük az oldatot), hozzáadunk 0,5 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ -t majd az alábbi **30. ábra** alapján elvégezzük az urán specifikus elválasztást.

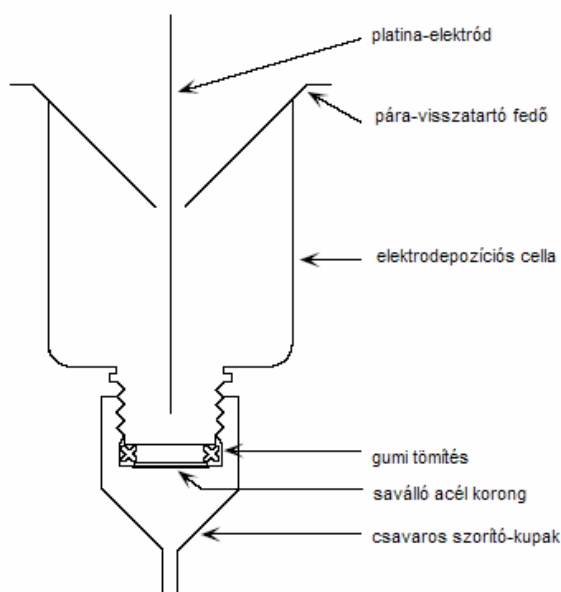


30. ábra Urán specifikus elválasztása

A forráskészítés során elektrodepozíciós eljárást alkalmazunk.

Az elektrodepozíciós eljárás során az eluált mintához 1 ml 70 %-os NaHSO₄-et adunk, majd szárazra pároljuk. A csapadékot 15 ml 0,75 M-os H₂SO₄-al vesszük fel, majd ezt az oldatot is szárazra pároljuk amennyire lehetséges.

Az ideális pH beállítása céljából a 10 ml 0,75 M-os H₂SO₄ oldathoz 5 csepp 0,1 %-os timol-kék indikátort adunk, majd tömény NH₄OH cseppenkénti adagolásával beállítjuk a 2,3 (±0,1) pH értéket. Ennél a pH értéknél jellemző színreakció tapasztalható: a timol-kék által lilára festett oldat színe lazac-rózsaszínbe (salmon-pink) csap át. Miután a pH beállítása megtörtént, az oldatot az elektrodepozíciós készülékbe (31. ábra) töltjük.



31. ábra Az elektrodepozíciós berendezés sematikus ábrája

Az elektrodepozíciós készülék összeállítása az alábbiak szerint történik:

Egy 25 ml térfogatú egyszer használatos polietilén szcintillációs edény alját eltávolítjuk. Híg HCl oldat és alkohol segítségével megtisztítunk egy 1 cm átmérőjű saválló acélkorongot. A szcintillációs edény aljába csavarmenettel ellátott kupak és tömítések segítségével rögzítjük az 1 cm átmérőjű saválló acélkorongot úgy, hogy az elektromos kontaktusban legyen a kupak aljában található acélkoronggal (negatív pólus). A tartályba töltjük a beállított pH-jú urántartalmú oldatot. Az oldatba merítjük a depozíciós készülék forgó platinaelektrodját (pozitív pólus) úgy, hogy a korong felszínével párhuzamosan, attól 0,5-1 cm távolságra helyezkedjen el. Az edényt befedjük egy teflonból készült koronggal, ez visszavezeti az elektrodepozíció során keletkező gőzt az edénybe.

A készülék összeállítása és az oldattal való feltöltés után következhet az elektrodepozíció. A depozíciós készüléken 1 amperes áramerősséggel 1 órán keresztül végezzük a leválasztást. Az áramerősséget folyamatosan ellenőrizzük.

Az egy órás leválasztási idő eltelte előtt 2 perccel a mintához 1,5 ml cc. NH_4OH oldatot adunk a levált urán-oxid réteg fixálása érdekében. Ezután a berendezést kikapcsoljuk, szétszedjük, a korongot ultratiszta (MilliPore) vízzel, majd alkohollal mossuk. Ezután elektromos fűtőlapon $150\text{ }^\circ\text{C}$ -on 5-15 perc alatt szárítjuk, fixáljuk a felületet (**32. ábra**).



32. ábra Alfa-forrás

12.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

40 %-os HF oldat, 25% NH_3 oldat, 37 %-os HCl oldat, 65 %-os HNO_3 , 98 %-os, H_2SO_4

8 M HNO_3 : 556 ml 65 %-os HNO_3 + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

9 M HCl: 768 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

0,1 M HCl: 8,5 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

0,75 M H_2SO_4 : 41 ml 98 %-os, H_2SO_4 + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

Az alábbi vegyszerek 100 ml-es mérőlombikba készülnek:

8 M HNO_3 + 0,75 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$: 5 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ + 8 M HNO_3 -al jelre tölteni

0,1 M HCl + 0,1 M HF: 8,5 ml 40 %-os HF + 0,1 M HCl-el jelre tölteni

70 %-os NaHSO_4 : 80 ml desztillált víz + 20 ml 98 %-os, H_2SO_4 + 46,2 g Na_2SO_4

Hiteles ^{232}U nyomjelző, UTEVA urán specifikus ioncserélő gyanta (Eichrom Ltd).

12.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (**21. ábra**), analitikai mérleg, mágneskeverős fűtőlap.

Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék (**33. ábra**).

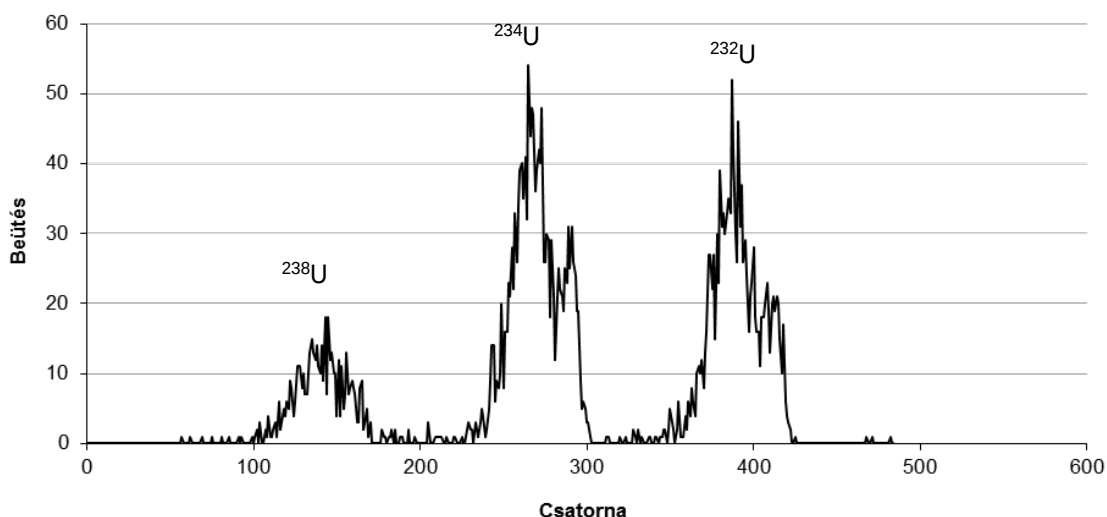
ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra, Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (25. ábra és 26. ábra).



33. ábra Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék

12.6. A mérés receptszerű leírása

A kész forrásokat alacsony háttérű félvezető PIPS detektoros ORTEC alfa-kamrában tesszük, az előzetes bekalibrált geometriába (felülről a második tálca). Az EMCA 2000 szoftvert elindítjuk, a vákuumszivattyút bekapcsoljuk. A vákuumelosztón keresztül kivákuumozzuk a kamrát és elindítjuk a START gombbal a mérést, 80 000 sec-ig végezzük. A mérés automatikus leáll, a spektrumban azonosítjuk az egyes urán izotópokat majd a csúcs alatti területekből számoljuk az aktivitáskoncentrációt (34. ábra).



34. ábra Az elektrodepozíciós módszerrel készített uránforrás mérésével nyert spektrum

12.7. Számítás

Urán izotópok aktivitáskoncentrációjának megadása

A számítás belső standard módszerrel történik (^{232}U belső standard) csúcs alatti területéhez (intenzitásához) viszonyítjuk a többi urán csúcs területét.

A bemért bepárlási maradék összes aktivitáskoncentrációját a következő módon számolhatjuk ki:

$$A = \frac{I_M - I_H}{I_{^{232}\text{U}} - I_H} \cdot A_{^{232}\text{U}}$$

ahol:

A: a minta adott urán nuklid aktivitáskoncentrációja (Bq/g)

$I_{^{232}\text{U}}$: belső standardtól származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

I_M : a mintától származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

I_H : a háttértől származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

$A_{^{232}\text{U}}$: a hozzáadott belső standard aktivitása (Bq/g)

12.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_D = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_h}$$

ahol:

L_D : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)

N_h : a háttér beütésszám (beütés)

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható.

Amely az alábbi képlet alapján számítható ki:

$$K.H. = \frac{2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{I_h}}{t \cdot V} \cdot 100$$

ahol:

K.H.: kimutathatósági határ ($\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$)

V: felhasznált minta mennyisége (l)

N_h : háttér a vizsgálandó energia tartományban (impulzus)

t: mérési idő (s)

12.9. Kérdések

1. *Hogyan készíthető vékony forrás urán mérése esetén?*

Urán izotópok mérésénél elektrodepozíciós forráskészítést használnak.

2. *Milyen módszerrel választható el az urán a zavaró alfa-sugárzó radioizotópoktól?*

Szelektív ioncserés elválasztási módszerrel küszöböljük ki egyéb alfa-sugárzók zavaró hatását.

3. *Milyen módszerrel lehet mennyiségi meghatározást végezni?*

Belső standard alkalmazásával (^{232}U belső standard).

13. Plutónium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával

13.1. A mérés elve

A megfelelően vékony tisztán csak a vizsgálandó alfa-sugárzó radionuklidot tartalmazó minta vákuumban speciális PIPS félvezető detektorral mérhető és az aktivitása meghatározható.

13.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

A nukleáris ipar (hadiipar) megjelenésével együtt a plutónium radioizotópok is megjelentek környezetünkben. Így szükségessé váltak a környezeti minták, plutónium izotópok meghatározására alkalmas mérési módszerek.

A mérést zavarja a túl vastag minta (forrás) (önabszorpcó), ezt elektrodepozíciós forráskészítési módszerrel küszöböljük ki, amely megfelelően vékony források kialakítására alkalmas.

A mérést az egyéb alfa-sugárzó izotópok jelenléte zavarhatja ezért TEVA gyantával történő szelektív ioncserés elválasztást alkalmazunk.

13.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mintát 105 °C-on tömegállandóságig szárítjuk, majd 0,5 grammot bemérünk ETHOS mikrohullámú roncsoló teflon tartályába és hozzáadunk ismert mennyiségű ^{242}Pu nyomjelzőt valamint 15 ml 65 %-os HNO_3 , 8 ml 37 %-os HCl és 1,5 ml 40%-os HF -ot és az alábbi protokoll alapján feltárjuk

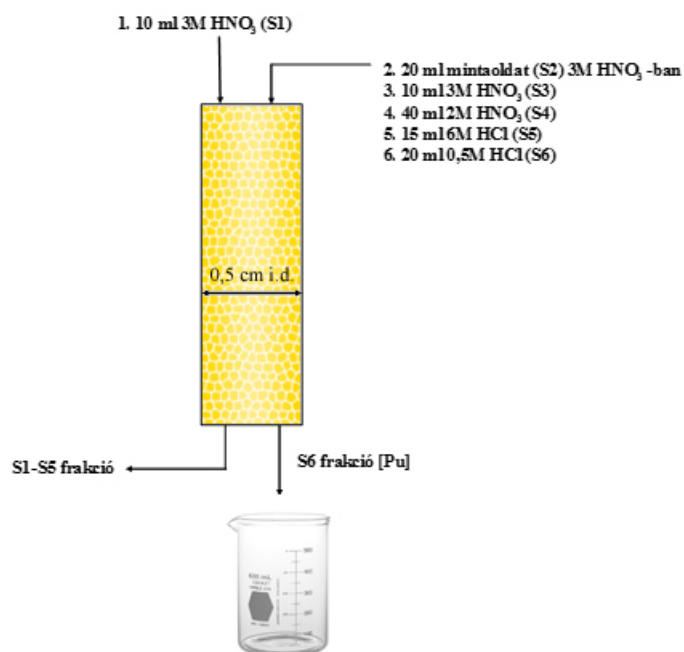
- 1. lépés: 8 perc alatt a rendszer felmelegítése 160 °C-ra
- 2. lépés: 5 perc alatt a rendszer felmelegítése 210 °C-ra
- 3. lépés: 20 percig tartja a rendszer a 210 °C-ot
- 4. lépés: 10 perc alatt lehűl a rendszer annyira, hogy kinyitható a készülék

A kapott oldatot szárazra pároljuk 15-20 ml 8 M-os HNO_3 -val a csapadékot feloldjuk (ha oldhatatlan csapadék marad, 0,45 μm pórusátmérőjű cellulóz membránon átszűrjük az oldatot), hozzáadunk 0,5 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ -t majd az alábbiak alapján elvégezzük a plutónium specifikus elválasztást.

A megfelelő minőségű alfaforrás készítéséhez a plutónium elválasztása TEVA oszlopon történik.

Az oszlopot 10 ml 3 M-os HNO_3 -al kondicionáljuk. Az előzetesen bepárolt mintát 10 ml 3 M-os HNO_3 oldattal vesszük fel. Ehhez a plutónium oxidációfokának megfelelő beállítása végett 0,1 g Mohr sót – $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ –, illetve 0,1 g NaNO_2 -et adunk. Az így kapott oldatot rátöltjük az előzetesen kondicionált TEVA oszlopra. Ezt követően az oszlopot az alábbi oldatokkal mossuk: 10 ml 3 M-os HNO_3 , majd 40 ml 2 M-os HNO_3 . A salétromsavas kezelés után 15 ml 6 M-os HCl -ot töltünk a gyantára. A plutóniumot 20 ml 0,5 M-os HCl segítségével mossuk le az oszlopról, melyet tiszta főzőpohárban gyűjtünk.

A plutónium elválasztás elvi sémája a **35. ábrán** látható.



35. ábra A Pu elválasztás elvi sémája

Az elektrodepozíciós forráskészítés a következők szerint történik. Az oldatok szárazra párolása után 1 ml 70%-os NaHSO_4 -ot és 10 ml 0,75 M-os H_2SO_4 -at mérünk be a főzőpoharakba, majd szárazra pároljuk őket. A bepárlási maradékot 10 ml 0,75 M-os H_2SO_4 -val felvesszük, és ismét szárazra pároljuk.

Az így kapott bepárlási maradékot 10 ml 0,75 M-os H_2SO_4 oldattal vesszük fel, majd lehűtjük. Az ideális pH beállítása céljából a 10 ml 0,75 M-os H_2SO_4 oldathoz 5 csepp 0,1 %-os timol-kék indikátort adunk, majd tömény NH_4OH cseppenkénti adagolásával beállítjuk a 2,3 ($\pm 0,1$) pH értéket. Ennél a pH értéknél jellemző színreakció tapasztalható: a timol-kék által lilára festett oldat színe lazac-rózsaszínbe (salmon-pink) csap át. Miután a pH beállítása megtörtént, az oldatot az elektrodepozíciós készülékbe (**31. ábra**) töltjük.

Az elektrodepozíciós készülék összeállítása az alábbiak szerint történik:

Egy 25 ml térfogatú egyszer használatos polietilén szcintillációs edény alját eltávolítjuk. Híg HCl oldat és alkohol segítségével megtisztítunk egy 1 cm átmérőjű saválló acélkorongot. A szcintillációs edény aljába csavarmenettel ellátott kupak és tömítések segítségével rögzítjük az 1 cm átmérőjű saválló acélkorongot úgy, hogy az elektromos kontaktusban legyen a kupak aljában található acélkoronggal (negatív pólus). A tartályba töltjük a beállított pH-jú plutóniumtartalmú oldatot. Az oldatba merítjük a depozíciós készülék forgó platinaelektrodját (pozitív pólus) úgy, hogy a korong felszínével párhuzamosan, attól 0,5-1 cm távolságra helyezkedjen el. Az edényt befedjük egy teflonból készült koronggal, ez visszavezeti az elektrodepozíció során keletkező gőzt az edénybe.

A készülék összeállítása és az oldattal való feltöltés után következhet az elektrodepozíció. A depozíciós készüléken 1 amperes áramerősséggel 1 órán keresztül végezzük a leválasztást. Az áramerősséget folyamatosan ellenőrizzük.

Az egy órás leválasztási idő eltelte előtt 2 perccel a mintához 1,5 ml cc. NH_4OH oldatot adunk a levált plutónium-oxid réteg fixálása érdekében. Ezután a berendezést kikapcsoljuk, szétszedjük, a korongot ultratiszta (MilliPore) vízzel, majd alkohollal mossuk. Ezután elektromos rezsón 150 °C-on 5-15 perc alatt szárítjuk, fixáljuk a felületet.

13.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

40 %-os HF oldat, 25% NH₃ oldat, 37 %-os HCl oldat, 65 %-os HNO₃, 98 %-os, H₂SO₄

10:1 hígítású ammónia (ultratiszta vízzel)

0,3 M ammónium-szulfát puffer, kénsavval 1,6-ra beállított pH-val

0,3 M ammónium-szulfát (ultratiszta vízzel)

Ammónium-nitrát és ammónia oldat keveréke (1 g ammónium-nitrát 100 ml 25 %-os ammóniaoldatban)

Etanol, 25 %-os ammóniaoldattal a pH-t 8-ra kell beállítani

Indikátor-keverék (mindből 0,04% etanolban): metakrezol-lila, krezol-vörös, és egy csepp 25 %-os ammónia oldat

nagytisztaságú víz

8 M HNO₃: 556 ml 65 %-os HNO₃ + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

3 M HNO₃: 207 ml 65 %-os HNO₃ + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

2M HNO₃: 138 ml 65 %-os HNO₃ + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

6 M HCl: 500 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

0.5 M HCl: 42,5 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

Az alábbi vegyszerek 100 ml-es mérőlombikba készülnek:

8 M HNO₃ + 0,75 g Fe(NO₃)₃·9H₂O: 5 g Fe(NO₃)₃·9H₂O purum + 8 M HNO₃-al jelre tölteni

0,1 M HCl + 0,1 M HF: 8,5 ml 40 %-os HF + 0,1 M HCl-el jelre tölteni

70 %-os NaHSO₄: 80 ml desztillált víz + 20 ml 98 %-os, H₂SO₄ + 46,2 g Na₂SO₄

Hiteles ²⁴²Pu nyomjelző, TEVA specifikus ioncserélő gyanta (Eichrom Ltd).

13.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

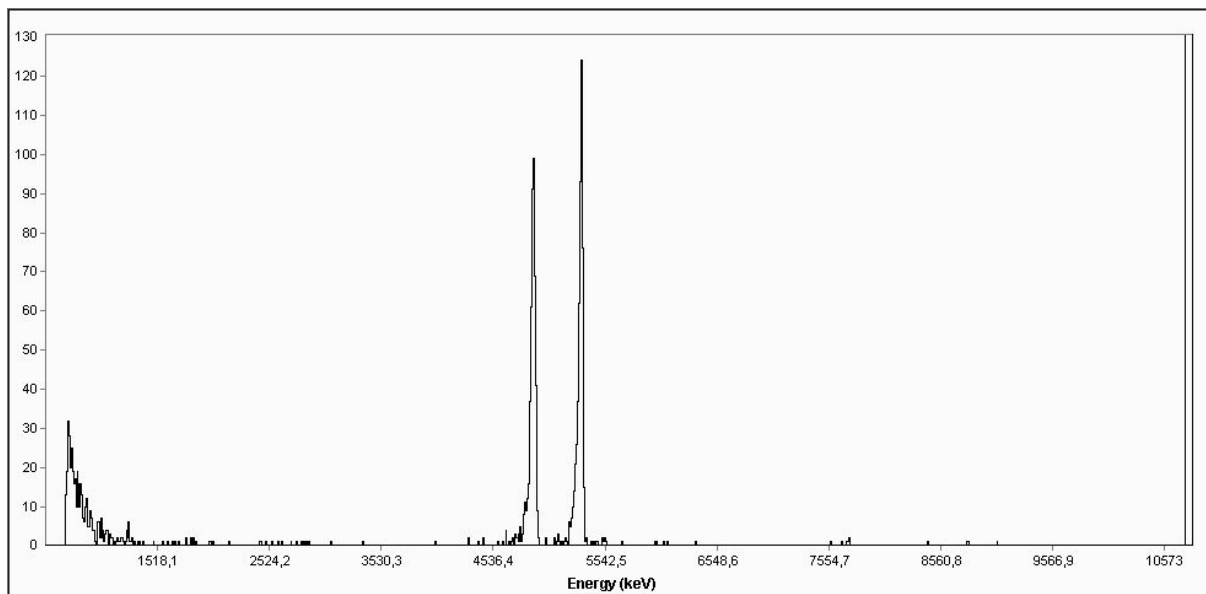
Teflon, üveg főzőpoharak, Ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (21. ábra), analitikai mérleg, mágneskeverős fűtőlap.

Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék (34. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra, Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (25. ábra és 26. ábra).

13.6. A mérés receptszerű leírása

A kész forrásukat alacsony háttérű félvezető PIPS detektoros ORTEC alfa kamrában tesszük, az előzetes bekalibrált geometriába (felülről a második tálca). Az EMCA 2000 szoftvert elindítjuk, a vákuumszivattyút bekapcsoljuk. A vákuumelosztón keresztül kivákuumozzuk a kamrát és elindítjuk a START gombbal a mérést, 80 000 sec-ig végezzük. A mérés automatikus leáll, a spektrumban azonosítjuk az egyes plutónium izotópokat, majd a csúcs alatti területekből számolunk (36. ábra).



36. ábra Tipikus alfa-spektrum

13.7. Számítás

Plutónium izotóp aktivitáskoncentrációjának megadása: A számítás belső standard módszerrel történik (^{242}Pu belső standard) csúcs alatti területéhez (intenzitásához) viszonyítjuk a plutónium csúcs területét.

A bemért bepárlási maradék összes aktivitáskoncentrációját a következő módon számolhatjuk ki:

$$A = \frac{I_M - I_H}{I_{^{242}\text{Pu}} - I_H} \cdot A_{^{242}\text{Pu}}$$

ahol:

A : a minta plutónium aktivitáskoncentrációja (Bq/g)

$I_{^{242}\text{Pu}}$: belső standardtól származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

I_M : a mintától származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

I_H : a háttértől származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

$I_{^{242}\text{Pu}}$: a hozzáadott belső standard aktivitása (Bq/g)

13.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_D = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_h}$$

ahol:

L_D : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)

N_h : a háttér beütésszám (beütés)

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható.

Amely az alábbi képlet alapján számítható ki:

$$K.H. = \frac{2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{I_h}}{t \cdot M} \cdot 100$$

ahol:

K.H.: kimutathatósági határ (Bq/g)

M: felhasznált minta mennyisége (g)

N_h : háttér a vizsgálandó energia tartományban (impulzus)

t: mérési idő (s)

13.9. Kérdések

1. Mikor jelentek meg környezetünkben a plutónium radioizotópok?

A nukleáris ipar (hadiipar) megjelenésével együtt a plutónium radioizotópok is megjelentek környezetünkben.

2. Mi zavarja a mérést, hogyan küszöböljük ki?

A mérést zavarja a túl vastag minta (forrás) (önabszorpcó). Ezt elektrodepozíciós forráskészítési módszerrel küszöböljük ki, amely megfelelően vékony források kialakítására alkalmas.

14. Amerícium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával

14.1. A mérés elve

A megfelelően vékony tisztán csak a vizsgálandó alfa-sugárzó radionuklidot tartalmazó minta vákuumban speciális PIPS félvezető detektorral mérhető és az aktivitása meghatározható.

14.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Környezeti minták ^{241}Am meghatározására alkalmas mérési módszer.

A mérést zavarja a túl vastag minta (forrás) amely jelentős önabszorpcót szenved, ezt az elektrodepozíciós forráskészítési módszerrel küszöböljük ki, amely megfelelően vékony források kialakítására alkalmas.

A mérést az egyéb alfa-sugárzó izotópok jelenléte zavarhatja ezért UTEVA és TRU-spec gyantával történő szelektív ioncserés elválasztást alkalmazunk.

14.3. A mintavétel és a minta-előkészítés

A mintát $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on tömegállandóságig szárítjuk, majd $0,5\text{ g}$ grammot bemérünk ETHOS mikrohullámú roncsoló teflon tartályába és hozzáadunk ismert mennyiségű ^{243}Am nyomjelzőt valamint $15\text{ ml } 65\text{ }\%$ -os HNO_3 , $8\text{ ml } 37\text{ }\%$ -os HCl és $1,5\text{ ml } 40\text{ }\%$ -os HF -ot és az alábbi protokoll alapján feltárjuk

- 1. lépés: 8 perc alatt a rendszer felmelegítése $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ra
- 2. lépés: 5 perc alatt a rendszer felmelegítése $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ra
- 3. lépés: 20 percig tartja a rendszer a $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ot
- 4. lépés: 10 perc alatt lehűl a rendszer annyira, hogy kinyitható a készülék

A kapott oldatot szárazra pároljuk $15\text{--}20\text{ ml } 8\text{ M}$ -os HNO_3 -val a csapadékot feloldjuk (ha oldhatatlan csapadék marad, $0,45\text{ }\mu\text{m}$ pórusátmérőjű cellulóz membránon átszűrjük az oldatot), hozzáadunk $0,5\text{ g } \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ -t majd az alábbiak alapján elvégezzük az amerícium specifikus elválasztást.

A kondicionált UTEVA oszlopra rátöltjük a $20\text{ ml } \text{Fe}^{3+} / 8\text{ M } \text{HNO}_3$ -ban oldott hideg mintát, a lecsepegő folyadékot üveg főzőpohárban fogjuk fel, a keverőmágnezt előre beletesszük. A kiinduló mintát tartalmazó főzőpoharat $10\text{ ml } \text{Fe}^{3+} / 8\text{ M } \text{HNO}_3$ -mal mossuk, és az oszlopra öntjük, ezt is az amerícium frakciót tartalmazó főzőpohárban fogjuk fel. Az oldat lecsepegése után a főzőpoharat félretesszük, és az oszlop tisztításához másik főzőpoharat teszünk alá. Az oszlopot $5\text{ ml } 8\text{ M}$ salétromsavval, majd $2\text{ ml } 9\text{ M}$ sósavval mossuk. A lecsepegő folyadékot hulladékba öntjük. Az amerícium frakciót fűthető mágneses keverőn folyamatosan kevertetve, nem teljesen szárazra bepároljuk, majd $2 \times 5\text{ ml } 65\text{ }\%$ -os salétromsavat hozzáadva ismét bepároljuk. Vigyázzunk, hogy ne égjen le!

Ha mégis leégne, és a vas salétromsavban oldhatatlan oxidként válna ki, 2 ml cc. HCl segítségével visszaoldható, de ekkor újra be kell $3 \times 2\text{ ml}$ salétromsavval párolni.

A maradékot $20\text{ ml } 1\text{ M}$ salétromsavval részletekben, lassan melegítve feloldjuk.

Az Am frakció további tisztítása TRU-spec oszlopon történik, amihez a zavaró Fe^{3+} tartalmat el kell távolítani belőle. Ehhez először kalcium-oxalátos elválasztást végzünk: az Fe^{3+} rosszul, a transzuránok jól kötődnek a keletkező csapadék felületén. Ez után a maradék Fe^{3+} -t Fe^{2+} -vé redukáljuk aszkorbinsav segítségével.

Az Am frakciót tartalmazó oldatot desztillált vízzel ~100 ml-re hígítjuk, 0,25 g CaCl_2 -t, valamint 2,5 g kristályos oxálsavat adunk hozzá. Az oldatot kevertetjük és enyhén melegítjük, miközben pH-ját tömény ammónium-hidroxid segítségével 3-ra állítjuk be. Fél órát várunk, amíg a csapadék tökéletesen leválik, és az oldat kihűl. A csapadékot 25 mm-es HTTP szűrőpapírra szűrjük vákuum segítségével, desztillált vízzel mossuk. Az oxalát csapadékot 3-5 ml koncentrált salétromsavval főzőpohárba mossuk be, majd 3 x 3 ml tömény salétromsavas bepárlással elroncsoljuk. 10 ml 1 M salétromsavban oldjuk az ameríciumot tartalmazó maradékot. Az oldathoz hozzáadunk 100 mg aszkorbinsavat, és kb. 30 perc eltelte után, rodanid-próbát végzünk: üvegbottal óraüvegre kiveszünk egy csepp mintát, és ehhez üvegbottal hozzáadunk egy csepp rodanid oldatot, ha a minta elpirosodik, további aszkorbinsav hozzáadása szükséges.

A TRU-spec oszlop előkészítése: 3 mm belső átmérőjű műanyag kolonnába 34 mm – előzetesen néhány órán keresztül desztillált vízbe áztatott – TRU-spec gyantát töltünk, amit 15 ml 1 M salétromsavval formázunk a terhelés előtt.

A 10 ml Am frakció feltöltését követően az oszlopot 2 x 2 ml 1 M salétromsavval, majd 4 ml 9 M sósavval mossuk, ezt hulladékba öntjük; 15 ml 4 M sósavval eluálódik az Am frakció, ezt üvegpohárba gyűjtjük. Az oszlopot az elúciót követően 20 ml desztillált vízzel mossuk, majd tároláshoz lezárjuk. Az így konzervált TRU-spec oszlop többször újra felhasználható, ha a terhelés előtt salétromsavval kondicionáljuk.

Amerícium forrás készítése:

Az ameríciumot tartalmazó oldatot 1 ml 5 % NaHSO_4 jelenlétében bepároljuk, a szerves anyagokat 3 x 3 ml tömény salétromsavval elroncsoljuk. A bepárlási maradékot 10 ml 0,75 M H_2SO_4 oldattal felvesszük.

Az oldat pH-ját 2,2 körüli értékre állítjuk be (timolkék indikátor segítségével). A pH beállítása ammónia oldattal történik, a timolkék lilából lazac-rózsaszínbe megy át a 2,2 körüli pH elérésekor

A forráskészítés során elektrodepozíciós eljárást alkalmazunk.

Helyezzünk a leválasztó cellába egy elektropolírozott, vagy egy gyárilag polírozott saválló korongot (katód), melyet használat előtt gondosan zsírtalanítunk (alkohol, aceton). Fogjuk be a mozgó platinaelektrodát a berendezés tokmányába, miután a műanyag pára visszavezető fedőt a helyére „fűztük”. Csavarjuk a leválasztó edényt a fix elektródában kialakított helyére.

Az előzőekben leírtak alapján elkészített oldatot öntsük a leválasztó cellába, az üres edényt öblítsük ki kevés pufferoldattal, ezt is töltsük a leválasztó cellába! Ügyeljünk, hogy a leválasztó cellában a minta térfogata 10-12 ml –nél ne legyen több! Csúsztassuk helyére a Peltier-elven működő hűtőt, majd csatlakoztassuk a berendezés megfelelő kábeléhez! Az állványon csúsztatva engedjük a mozgó elektródát a folyadékba, a két elektróda közötti távolságot 13 mm-re állítsuk be az állványon található mm beosztás segítségével, a pára visszatartó fedelet illesszük a helyére!

Miután csatlakoztattuk a 220 V-os hálózathoz, kapcsoljuk be a berendezést a hátul található főkapcsolóval! A működési mód választó gombot kapcsoljuk elektrodepozíció állásba (ELECTRODEPOSITION), a zöld jelzőfény megjelenik. Kapcsoljuk be a platinaelektrodát forgató motort (ROTATION)!

Egy órán keresztül folytassuk a leválasztást, az áramerősséget 1,2 A értéken tartva (időnként ellenőrizni és szükség esetén korrigálni kell)!

Egy perccel a leválasztás vége előtt adjuk 8 ml ammóniaoldatot az oldathoz a levált felület fixálása érdekében, majd még egy percig folytassuk a leválasztást! Kapcsoljuk ki a forgatómotort és az elektrodepozíciót (STOP állás)! Emeljük ki az elektródát az oldatból, majd távolítsuk el óvatosan a hűtőt (a hűtőbordák jelentős mértékben felmelegednek)! Csavarjuk ki

a leválasztó edényt a fix elektródából, öntsük ki az oldatot a leválasztó edényből, majd az edényt háromszor öblítsük ki óvatosan az oldattal, hogy eltávolítsuk a hidroxid/oxid maradványokat! Szereljük szét az edényt, majd a korongot öblítsük le etanol oldattal, ezután szárítsuk meg a korongot (10 percig 200-250 °C-os rezsón) ezzel fixálva a felületet, illetve eltávolítva a nedvességet a felületről. Az így elkészített korong félvezető detektoros alfa-spektrométerben mérhető (a korongot minél előbb meg kell mérni, a tárolás szennyeződés mentes helyen történjen (pl.: fedeles Petri-csésze)).

14.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

40 %-os HF oldat, 25% NH₃ oldat, 37 %-os HCl oldat, 65 %-os HNO₃, 98 %-os, H₂SO₄

10:1 hígítású ammónia (ultratiszta vízzel)

0,3 M ammónium-szulfát puffer, kénsavval 1,6-ra beállított pH-val

0,3 M ammónium-szulfát (ultratiszta vízzel)

Ammónium-nitrát és ammónia oldat keveréke (1 g ammónium-nitrát 100 ml 25 %-os ammóniaoldatban)

Etanol, 25 %-os ammóniaoldattal a pH-t 8-ra kell beállítani

Indikátor-keverék (mindből 0,04% etanolban): metakrezol-lila, krezol-vörös, és egy csepp 25 %-os ammónia oldat

Millipore víz

8 M HNO₃: 556 ml 65 %-os HNO₃ + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

9 M HCl: 768 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

4 M HCl: 340 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

1 M HCl: 85 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

0,1 M HCl: 8,5 ml 37 %-os HCl + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

0,75 M H₂SO₄: 42 ml 98 %-os, H₂SO₄ + desztillált vízzel 1000 ml-re jelre tölteni

Az alábbi vegyszerek 100 ml-es mérőlombikba készülnek:

8 M HNO₃ + 0,75 g Fe(NO₃)₃·9H₂O: 5 g Fe(NO₃)₃·9H₂O purum + 8 M HNO₃-al jelre tölteni

0,1 M HCl + 0,1 M HF: 8,5 ml 40 %-os HF + 0,1 M HCl-el jelre tölteni

70 %-os NaHSO₄: 80 ml desztillált víz + 20 ml 98 %-os, H₂SO₄ + 46,2 g Na₂SO₄

Hiteles ²⁴³Am nyomjelző, UTEVA és TRU-Spec specifikus ioncserélő gyanta (Eichrom Ltd).

14.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, Ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (21. ábra), analitikai mérleg, mágneskeverős fűtőlap.

Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék (34. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra, Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (25. ábra és 26. ábra).

14.6. A mérés receptszerű leírása

A kész forrásukat alacsony háttérű félvezető PIPS detektoros ORTEC alfa kamrában tesszük, az előzetes bekalibrált geometriába (felülről a második tálca). Az EMCA 2000 szoftvert elindítjuk, a vákuumszivattyút bekapcsoljuk. A vákuumelosztón keresztül kivákuumozzuk a kamrát és elindítjuk a START gombbal a mérést, 80 000 sec-ig végezzük. A mérés automatikus

leáll, a spektrumban azonosítjuk az egyes amerícium izotópokat majd a csúcs alatti területekből számolunk.

14.7. Számítás

A számítás belső standard módszerrel történik (^{243}Am belső standard) csúcs alatti területéhez (intenzitásához) viszonyítjuk a többi urán csúcs területét.

A bemért bepárlási maradék összes aktivitáskoncentrációját a következő módon számolhatjuk ki:

$$A = \frac{I_M - I_H}{I_{^{243}\text{Am}} - I_H} \cdot A_{^{243}\text{Am}}$$

ahol:

A: a minta amerícium-241 aktivitáskoncentrációja (Bq/g)

$I_{^{243}\text{Am}}$: belső standardtól származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

I_M : a mintától származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

I_H : a háttértől származó tömegegységre vonatkozó impulzusszám (cps; cpm)

$I_{^{243}\text{Am}}$: a hozzáadott belső standard aktivitása (Bq/g)

14.8. Kimutatási határ meghatározása

A méréseknél a minimálisan detektálható beütésszám a következő egyenlet alapján számítható:

$$L_D = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_h}$$

ahol:

L_D : a minimálisan detektálható beütésszám (detection limit) (beütés)

N_h : a háttér beütésszám (beütés)

A kimutatási határ így definíciószerűen azt a koncentrációt jelenti, amely a legkisebb kimutatható beütésszámból számítható.

Amely az alábbi képlet alapján számítható ki:

$$K.H. = \frac{2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{I_h}}{t \cdot M} \cdot 100$$

ahol:

K.H.: kimutathatósági határ (Bq/g)

M: felhasznált minta mennyisége (g)

N_h : háttér a vizsgálandó energia tartományban (impulzus)

t: mérési idő (s)

14.9. Kérdések

1. Milyen módszerrel készíthetünk amerícium forrást?

Forráskészítésre az elektrodepozíciós eljárást használhatjuk.

2. Miért alkalmas a PIPS detektoros alfa-spektrometriánál egyetlen jelző izotóp a hatásfok megállapítására?

Mert a PIPS detektorok hatásfoka a mérési tartományon belül nem függ az energiától.

A mérések során vizsgált izotópok legfontosabb bomlási típusai

A hozzájuk tartozó energia és valószínűség értékekkel (10 %-nál nagyobb valószínűségű bomlási energiákat feltüntetve)

Radionuklid	Bomlás típusa	Energia (keV)	Valószínűség
^3H	béta ⁻	max: 18,564 (3), átlag: 5,68 (1)	100
^{14}C	béta ⁻	max: 156,476 (4), átlag: 49,16 (1)	100
^{54}Mn	gamma	834,854 (5)	99,9997 (3)
^{60}Co	gamma	1173,240 (3) 1332,508 (4)	99,85 (3) 99,9988 (2)
^{90}Sr	béta ⁻	max: 545,9 (14), átlag: 196 (1)	100
^{90}Y	béta ⁻	max: 2279,8 (17), átlag: 926,7 (8)	99,983 (6)
^{133}Ba	gamma	53,1622 (6) 80,9979 (11) 302,8512 (5) 356,0134 (7)	15,0 (4) 90,1 (16) 19,15 (14) 63,64 (20)
^{137}Cs	gamma	661,659 (3)	94,36 (20)
^{226}Ra	alfa	4870,62 (25)	94,038 (40)
^{232}U	alfa	5355,87 (9) 5413,63 (9)	30,6 (6) 69,1 (6)
$^{234\text{m}}\text{Pa}$	béta ⁻	max: 2268 (4), átlag: 820,5 (17)	97,599 (24)
^{234}U	alfa	4804,5 (7) 4857,6 (7)	28,42 (2) 71,37 (2)
^{238}U	alfa	4220,2 (29) 4269,7 (29)	22,33 (50) 77,54 (50)
^{240}Pu	alfa	5210,54 (15) 5255,75 (15)	27,16 (19) 72,74 (18)
^{241}Am	gamma	26,34460 (24) 43,420 (3) 59,5407 (1)	21 (5) 12,1 (16) 77,6 (25)
	alfa	5534,86 (12) 5578,28 (12)	13,23 (10) 84,45 (10)
^{242}Pu	alfa	4939,6 (10) 4984,5 (10)	23,44 (17) 76,53 (17)
^{243}Am	alfa	5320,9 (10) 5363,6 (10)	11,46 (5) 86,74 (5)

Forrás: http://www.nucleide.org/DDEP_WG/DDEPdata.htm

Felhasznált és ajánlott irodalom:

Elméleti háttér:

B. Kanyár, Cs. Béres, J. Somlai, S. A. Szabó: Radioökológia és környezeti sugárvédelem. Veszprémi Egyetemi Kiadó, Veszprém, 2000.

Z. Németh: Radiokémiai és izotóptechnikai alapismeretek. Veszprémi Egyetemi Kiadó, Veszprém, 1996.

L. Gy. Nagy: Radiokémia és Izotóptechnika. Tankönyvkiadó, Budapest, 1989.

D. Bódizs: Atommag sugárzások méréstechnikái. Typotex Kft. Budapest, 2006.

N. Vajda, C. K. Kim: Determination of radiostrontium isotopes: A review of analytical methodology. Applied Radiation and Isotopes, 68, 2306-2326, 2010.

Kimutatási határ és mérési bizonytalanság meghatározása:

L. A. Currie: Limits for Qualitative Detection and Quantitative Determination: Application to Radiochemistry. Analytical Chemistry, 40, 586-593, 1968.

ISO 11929:2010: Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation -- Fundamentals and application

JCGM 100:2008: Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement

Adatbázis:

<http://www.nucleide.org/>

<http://nucleonica.com/>