

Nukleáris mérési technológia környezetmérnököknek

Dr. Somlai, János

Nukleáris mérési technológia környezetmérnököknek

Dr. Somlai, János

Tartalom

1. Jegyzőkönyv készítés alapismeretei	1
1. 1.1. Fejléc	1
2. 1.2. Elméleti rész	1
3. 1.3. Mérési feladat	1
4. 1.4. Mérés leírása	1
5. 1.5. Mért adatok	1
6. 1.6. Számítások	2
7. 1.7. Adatok értékelése	2
8. 1.8. Felhasznált irodalom	2
9. Letölthető tartalom	2
2. Radioaktív sugárzás detektálása GM detektorral	3
1. 2.1. A mérés célja	3
2. 2.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	3
3. 2.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	3
4. 2.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	4
5. 2.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	4
6. 2.6. A mérés receptszerű leírása	5
7. 2.7. Számítás	5
8. 2.8. Kimutatási határ meghatározása	6
9. 2.9. Kérdések	6
3. Mérések statisztikája	8
1. 3.1. A mérés célja	8
2. 3.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	8
3. 3.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	8
4. 3.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	8
5. 3.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	8
6. 3.6. A mérés receptszerű leírása	8
7. 3.7. Számítások	8
8. 3.8. Kimutatási határ meghatározása	9
9. 3.9. Kérdések	9
4. Abszolút béta aktivitás meghatározása	10
1. 4.1. A mérés célja	10
2. 4.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	10
3. 4.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	12
4. 4.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	12
5. 4.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	12
6. 4.6. A mérés receptszerű leírása	12
7. 4.7. Számítások	12
8. 4.8. Kimutatási határ meghatározása	13
9. 4.9. Kérdések	13
5. Gamma-spektrometria szcintillációs detektorral	14
1. 5.1. A mérés elve, célja	14
2. 5.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	14
3. 5.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	14
4. 5.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	14
5. 5.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	14
6. 5.6. A mérés receptszerű leírása	15
7. 5.7. Számítás	16
8. 5.8. Kimutatási határ meghatározása	17
9. 5.9. Kérdések	17
6. Gamma-sugárzás abszorpciója	18
1. 6.1. A mérés elve, célja	18
2. 6.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	18
3. 6.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	18
4. 6.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	18
5. 6.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	18

6. 6.6. A mérés receptszerű leírása	18
7. 6.7. Számítás	18
8. 6.8. Kimutatási határ meghatározása	19
9. 6.9. Kérdések	19
7. Gamma-spektrometria félvezető detektorral	21
1. 7.1. A mérés elve	21
2. 7.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	21
3. 7.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	21
4. 7.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	21
5. 7.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	21
6. 7.6. A mérés receptszerű leírása	24
7. 7.7. Számítások	25
8. 7.8. Kimutatási határ meghatározása	27
9. 7.9. Kérdések	27
8. ³ H (trícium) meghatározása LSC mérőberendezés segítségével	29
1. 8.1. A mérés elve	29
2. 8.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	29
3. 8.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	29
4. 8.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	29
5. 8.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	29
6. 8.6. A mérés receptszerű leírása	33
7. 8.7. Számítás	33
8. 8.8. Kimutatási határ meghatározása	35
9. 8.9. Kérdések	36
9. ¹⁴ C meghatározása LSC mérőberendezés segítségével	37
1. 9.1. A mérés elve	37
2. 9.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	37
3. 9.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	37
4. 9.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	38
5. 9.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	38
6. 9.6. A mérés receptszerű leírása	38
7. 9.7. Számítás	39
8. 9.8. Kimutatási határ meghatározása	41
9. 9.9. Kérdések	42
10. Stroncium izotóp meghatározása folyadékszcintillációs berendezéssel	43
1. 10.1. A mérés elve	43
2. 10.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	43
3. 10.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	43
4. 10.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	44
5. 10.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	45
6. 10.6. A mérés receptszerű leírása	46
7. 10.7. Számítás	46
8. 10.8. Kimutatási határ meghatározása	48
9. 10.9. Kérdések	49
11. ²²⁶ Ra meghatározása mikrolecsapásos forráskészítési eljárással, félvezető (PIPS) detektoros alfa-spektrométerrel	50
1. 11.1. A mérés elve	50
2. 11.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	50
3. 11.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés (11.2. ábra)	51
4. 11.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	52
5. 11.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	52
6. 11.6. A mérés receptszerű leírása	56
7. 11.7. Számítás	57
8. 11.8. Kimutatási határ meghatározása	58
9. 11.9. Kérdések	59
12. Uránizotópok meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával	60
1. 12.1. A mérés elve	60
2. 12.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	60
3. 12.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	60
4. 12.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	63

5. 12.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	63
6. 12.6. A mérés receptszerű leírása	64
7. 12.7. Számítás	64
8. 12.8. Kimutatási határ meghatározása	65
9. 12.9. Kérdések	66
13. Plutónium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával	67
1. 13.1. A mérés elve	67
2. 13.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	67
3. 13.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés	67
4. 1.1. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	68
5. 13.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	69
6. 13.6. A mérés receptszerű leírása	69
7. 13.7. Számítás	70
8. 13.8. Kimutatási határ meghatározása	70
9. 13.9. Kérdések	71
14. Amerícium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával	72
1. 14.1. A mérés elve	72
2. 14.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások	72
3. 14.3. A mintavétel és a minta-előkészítés	72
4. 14.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége	73
5. 14.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése	74
6. 14.6. A mérés receptszerű leírása	74
7. 14.7. Számítás	74
8. 14.8. Kimutatási határ meghatározása	75
9. 14.9. Kérdések	76
15. A mérések során vizsgált izotópok legfontosabb bomlási típusai	77
16. Felhasznált és ajánlott irodalom:	79
17. Kérdések	80

Az ábrák listája

1.1. Javasolt fejléc	1
2.1. Végablakos GM-cső	3
2.2. Hiteles, zárt sugárforrások	4
2.3. Végablakos GM-cső kapcsolása	4
2.4. Mérési elrendezés	4
2.5. GM cső jellemző karakterisztikája	5
5.1. NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej szerkezete	14
5.2. NaI(Tl) szcintillációs spektrométer rendszer	14
5.3. A ⁵⁴ Mn gamma-spektruma NaI(Tl) szcintillációs detektorral, valamint az ⁵⁴ Mn bomlási sémája	15
6.1. Impulzusszám természetes alapú logaritmusa az abszorbens vastagságának függvényében	19
7.1. Félvezető detektoros gamma-spektrométer rendszer árnyékolással	21
7.2. Félvezető detektor szerkezeti felépítése	22
7.3. Egy tipikus félvezető detektoros spektrum	23
7.4. Gamma-spektrum	24
8.1. Alacsony diffúziójú folyadékszintillációs küvetta	29
8.2. Rézszlopos oxigénmentesítő egység	30
8.3. Desztilláló berendezés	31
8.4. LSC berendezés	32
8.5. Tipikus LSC spektrum	33
10.1. Sr-spec gyanta	44
10.2. ETHOS mikrohullámú roncsoló	45
11.1. PIPS detektorok	50
11.2. A minta-előkészítés lépéseinek folyamatábrája	51
11.3. A készített alfa-forrás	52
11.4. A szűrőrendszer	53
11.5. PIPS detektor és alfa-kamra	53
11.6. Félvezető detektoros alfa-kamrák	54
11.7. Vákuumrendszer szivattyúja	55
11.8. A mérés folyamatábrája	57
12.1. Urán specifikus elválasztása	60
12.2. Az elektrodepozíciós berendezés sematikus ábrája	61
12.3. Alfa-forrás	62
12.4. Electro alfa elektrodepozíciós készülék	63
12.5. Az elektrodepozíciós módszerrel készített uránforrás mérésével nyert spektrum	64
13.1. A Pu elválasztás elvi sémája	67
13.2. Tipikus alfa-spektrum	69

1. fejezet - 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. 1.1. Fejléc

A fejlécnek tartalmazni kell a mérés címét, a mérés dátumát, a mérést végző személy (személyek) nevét, neptun kódját, a mérésvezető nevét (1.1. ábra).

1.1. ábra - Javasolt fejléc

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

2. 1.2. Elméleti rész

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

3. 1.3. Mérési feladat

Ismertetni kell az adott gyakorlaton kiadott mérési feladatot.

4. 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.

5. 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.

6. 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.

7. 1.7. Adatok értékelése

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

8. 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.

9. Letölthető tartalom

A tananyag teljes értékű feldolgozásához érdemes letölteni az alábbi állományokat:

- kiegészítő animációk;
- kiegészítő képtár;
- bemutató videó 1;
- bemutató videó 2.
- bemutató videó 3.
- bemutató videó 4.

2. fejezet - Radioaktív sugárzás detektálása GM detektorral

1. 2.1. A mérés célja

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

2. 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 (2.1. ábra), gamma-sugárzás detektálására fém burkolatos csöveket használnak általában. GM-csővek hátránya, hogy nagy intenzitás esetén állandósul a kisülés és nem képes jelet szolgáltatni.

2.1. ábra - Végablakos GM-cső



3. 2.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

4. 2.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Hiteles, zárt sugárforrások (2.2. ábra).

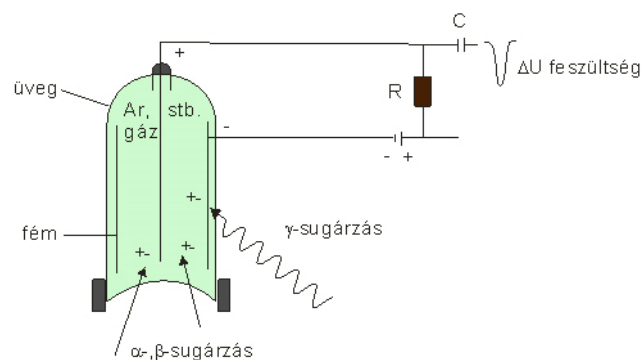
2.2. ábra - Hiteles, zárt sugárforrások



5. 2.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

GMX interfész, számítógép, végablakos GM-cső (2.3. ábra és 2.4. ábra).

2.3. ábra - Végablakos GM-cső kapcsolása



2.4. ábra - Mérési elrendezés



6. 2.6. A mérés receptszerű leírása

Kapcsoljuk össze a GM-csővet 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 lépésenként 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

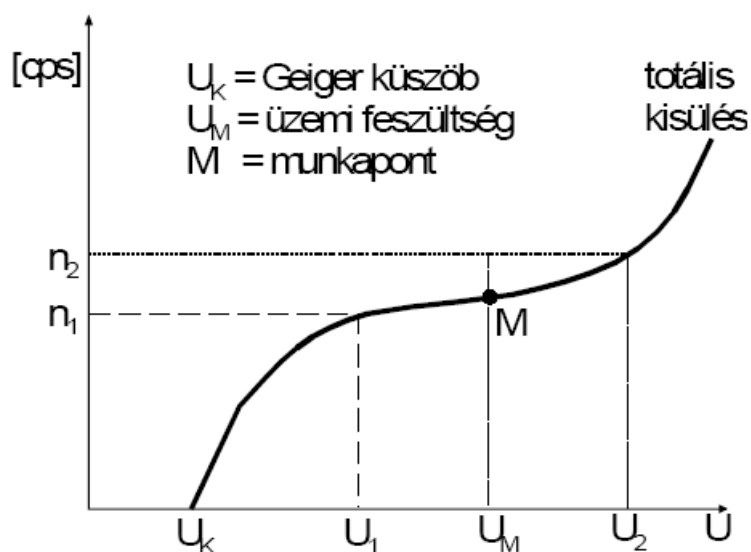
Válasszuk ki az „Inverse square law experiment” menüt. Állítsuk be a vertikális skálát (későbbiekben a fel-le nyíllal változtatható). Mérési időnek 60 s értéket állítsunk be. Állítsuk be az előzőekben meghatározott munkapontot. Különböző távolságba helyezve a sugárforrást F1 gomb megnyomásával indítjuk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

7. 2.7. Számítás

a. Ábrázoljuk a mért értékeket a feszültség függvényében.

alapján határozzuk meg a GM-cső meredekségét (2.5. ábra).

2.5. 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.

8. 2.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

9. 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 végeablakos, gamma-sugárzás detektálására fém burkolatos csöveket használnak általában.

3. Mi a GM-cső hátránya?

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

3. fejezet - Mérések statisztikája

1. 3.1. A mérés célja

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

2. 3.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Minden mérésre vonatkozó statisztikus eloszlást vizsgálunk.

3. 3.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

4. 3.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Hiteles, zárt sugárforrások (2.2. ábra).

5. 3.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

GM cső, GMX készülék, számítógép (2.4. ábra).

6. 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.

- Állítsuk be a mérési időt 10 s, 100 s, illetve 200 s értékre és mindegyik esetben végezzünk 5 5 párhuzamos mérést.
- Állítsuk be a mérési időt 30 s-ra és végezzünk el 50 párhuzamos mérést.

7. 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.

8. 3.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

9. 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. fejezet - Abszolút béta aktivitás meghatározása

1. 4.1. A mérés célja

A mért intenzitás alapján az aktivitás meghatározása.

2. 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:

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

ahol:

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

$f_{\ddot{o}}$: az önabszorpciós faktor

f_v : a visszaszóródási faktor

f_a : az abszorpciós 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 számlálósőbe viszont csak egy meghatározott vizont csak egy meghatározott Ω térszög alatt kilépő részecskék érkezik 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 határfokának növelésére a sugárforrást a számlálósőhöz 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 helyezük 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_a)

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 mérésünknel e 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/cm²-ben,

$d_{1/2}$: pedig az adott sugárzásra vonatkozó felezési rétegvastagság, ugyancsak mg/cm² 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.

3. 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. 4.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

UO₂ minta.

5. 4.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

GM cső, GMX készülék, számítógép (2.4. ábra).

6. 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:

7. 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:

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

ahol:

n: a háttér-értékkel korigált 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 $d_{1/2}=130 \text{ mg/cm}^2$, az x értékének kiszámolásánál 1 cm levegő $1,3 \text{ mg/cm}^2$ rétegvastagságnak felel meg, az alumínium sűrűsége pedig $2,7 \text{ mg/cm}^3$.

8. 4.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása mérési feladatnak nem része.

9. 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. fejezet - Gamma-spektrometria szcintillációs detektorral

1. 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.

2. 5.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

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

3. 5.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

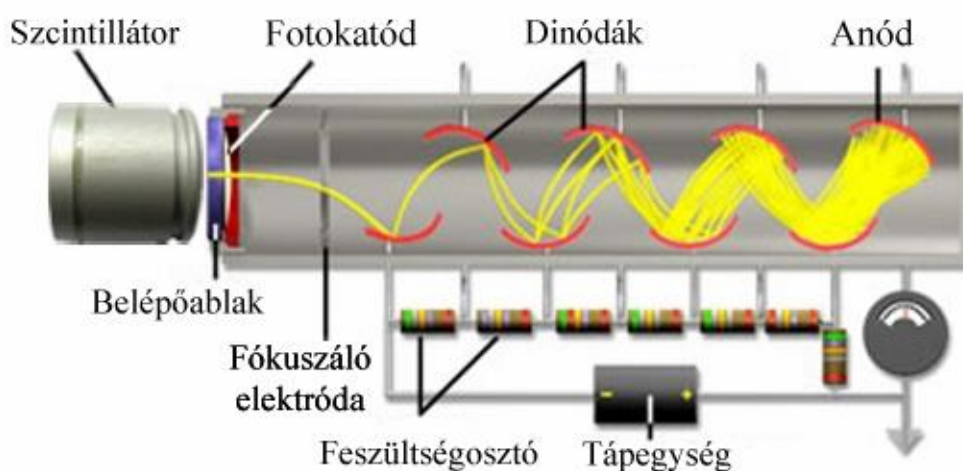
4. 5.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

A mérés során zárt, ^{241}Am , ^{137}Cs , ^{60}Co és/vagy ^{54}Mn hiteles etalonokat használunk (2.2. ábra).

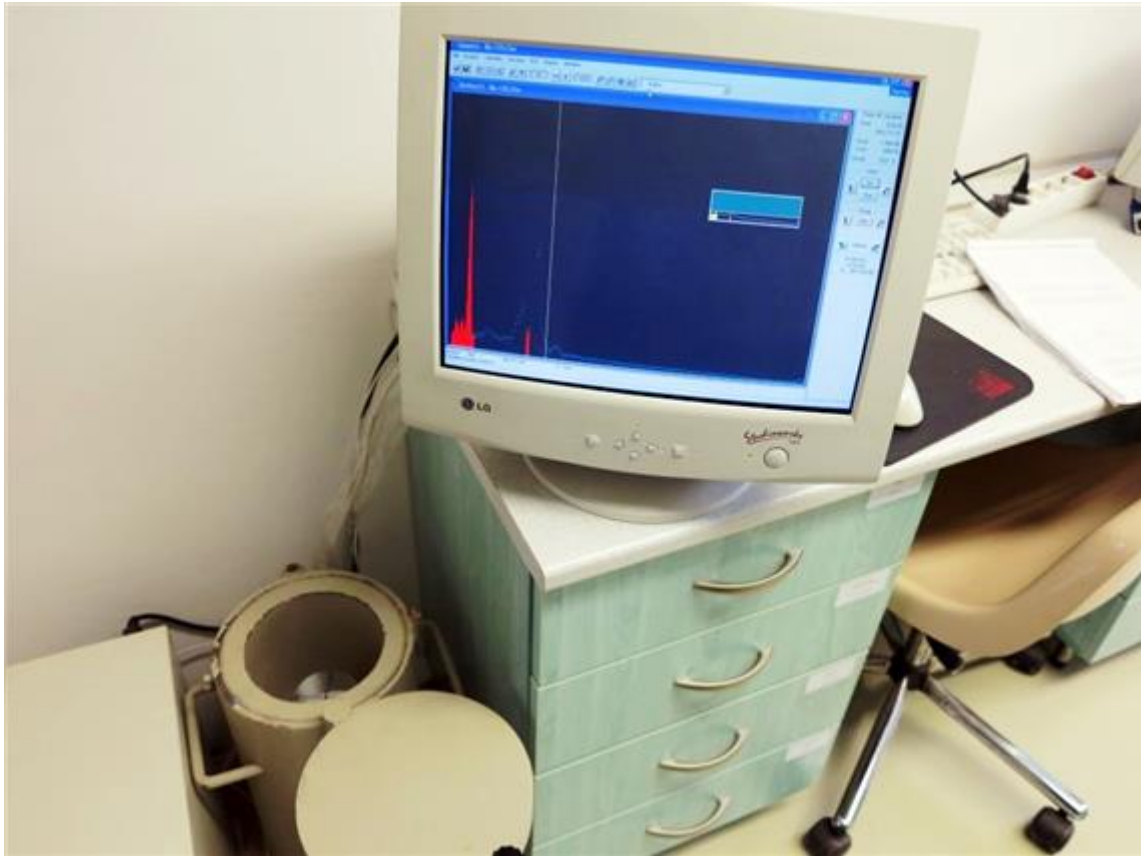
5. 5.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

NaI(Tl) szcintillációs spektrométer, azaz szcintillációs nagyfeszültségű tápegység, erősítő, 250 – 1024 csatornás analízátor, valamint NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej ((5.1. ábra) és (5.2. ábra).

5.1. ábra - NaI(Tl) szcintillációs kristállyal felszerelt mérőfej szerkezete



5.2. ábra - NaI(Tl) szcintillációs spektrométer rendszer



6. 5.6. A mérés receptszerű leírása

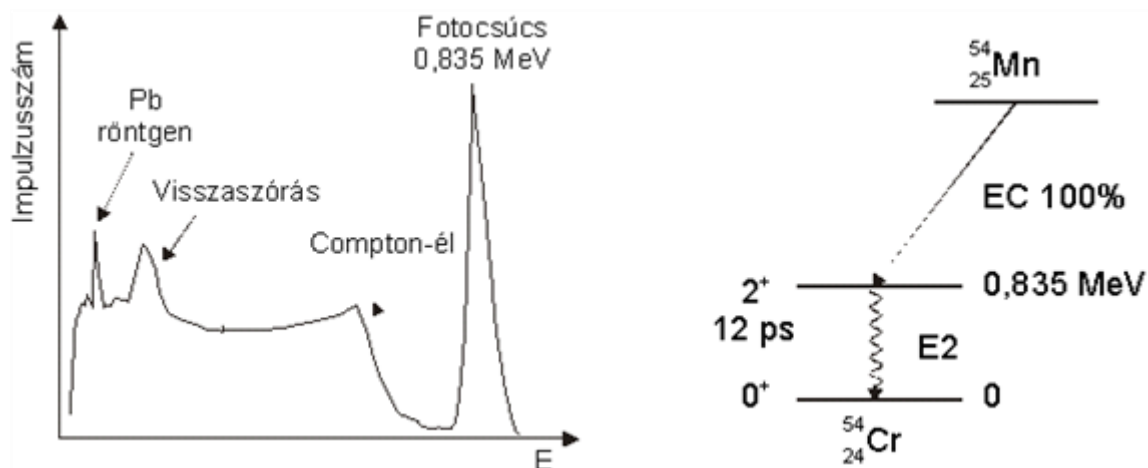
Állítsuk össze a gamma-spektrometriai mérőrendszert a laborvezető segítségével. Helyezzük a ^{137}Cs sugárforrást a NaI(Tl) detektor fölé. Állítsuk be az adott detektorhoz tartozó nagyfeszültség értéket (laborvezető adja meg). Indítsuk el a számítógépen a PCAE szoftvert. F1 gombbal indítsuk el a mérést. Az erősítést úgy állítsuk be, hogy a fotocsőcs 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 (5.3. ábra), jelöljük ki a csúcsokat.

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



7. 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 o-os Compton szóródásnak van. Közéltőleg a következő összefüggéssel határozható meg.

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

ahol:

E_{γ} : a foton energiája (keV) θ

$E_{\gamma'}$: 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.

8. 5.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása mérési feladatnak nem része.

9. 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. fejezet - Gamma-sugárzás abszorpciója

1. 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.

2. 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.

3. 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.

4. 6.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

A mérés során zárt, ^{60}Co és/vagy ^{137}Cs hiteles sugárforrásokat használunk (2.2. ábra).

5. 6.5. 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 (5.1. ábra és 5.2. ábra).

Különböző vastagságú ólomlemezek, rézlemezek, alumíniumlemezek.

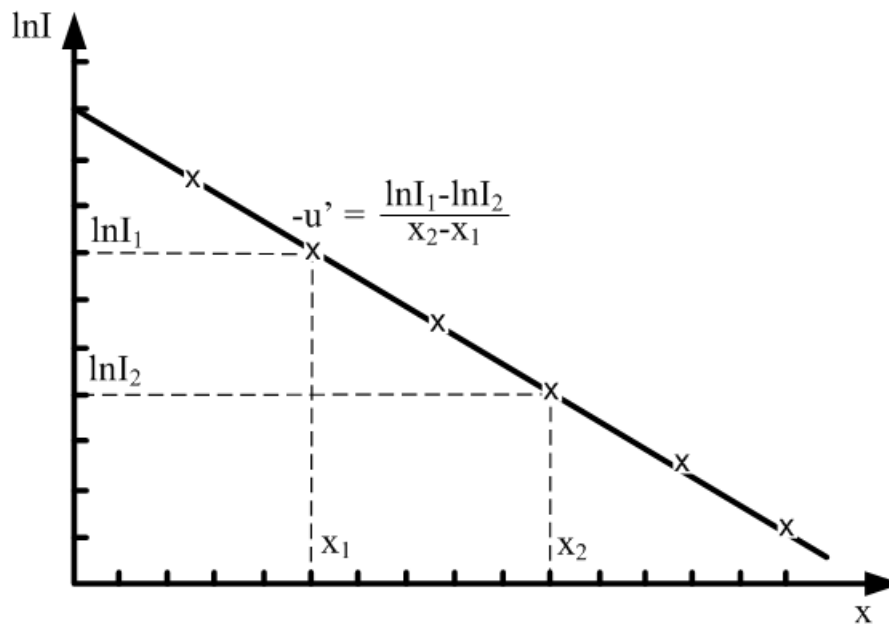
6. 6.6. A mérés receptszerű leírása

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, analízátor 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 ólomlemez (lemezeket), és mindegyik esetben ismételjük meg a mérést. Addig végezzük a méréssorozatot, míg az intenzitás a tizedére nem csökken. A lemez vastagságát úgy válasszuk meg, hogy 6-8 mérési pontunk legyen. Ismételjük meg a mérési sorozatot rézlemez, vaslemez és alumíniumlemezrel is. Távolítsuk el a sugárforrást, és mérjük meg a háttér értékét is. Cseréljük ki a sugárforrást ^{60}Co radioizotóppal, és ismételjük meg az előbbieken ismertetett méréssorozatot.

7. 6.7. Számítás

Ábrázoljuk az impulzusszám természetes alapú logaritmusát az abszorbens vastagságának függvényében (6.1. ábra).

6.1. 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)

8. 6.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

9. 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 abszorpciókoefficiens (1/cm)

2. Milyen szcintillációs detektort használunk a gammasugárzás abszorpciójának mérésénél?

NaI(Tl) detektort.

7. fejezet - Gamma-spektrometria félvezető detektorral

1. 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.

2. 7.2. A mérés alkalmazási köre, a zavaró hatások

Gamma-sugárzók minőségének és mennyiségének szelektív meghatározására alkalmas módszer.

Cseppfolyós nitrogénnel kell hűteni a detektort.

3. 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.

4. 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 (2.2. ábra).

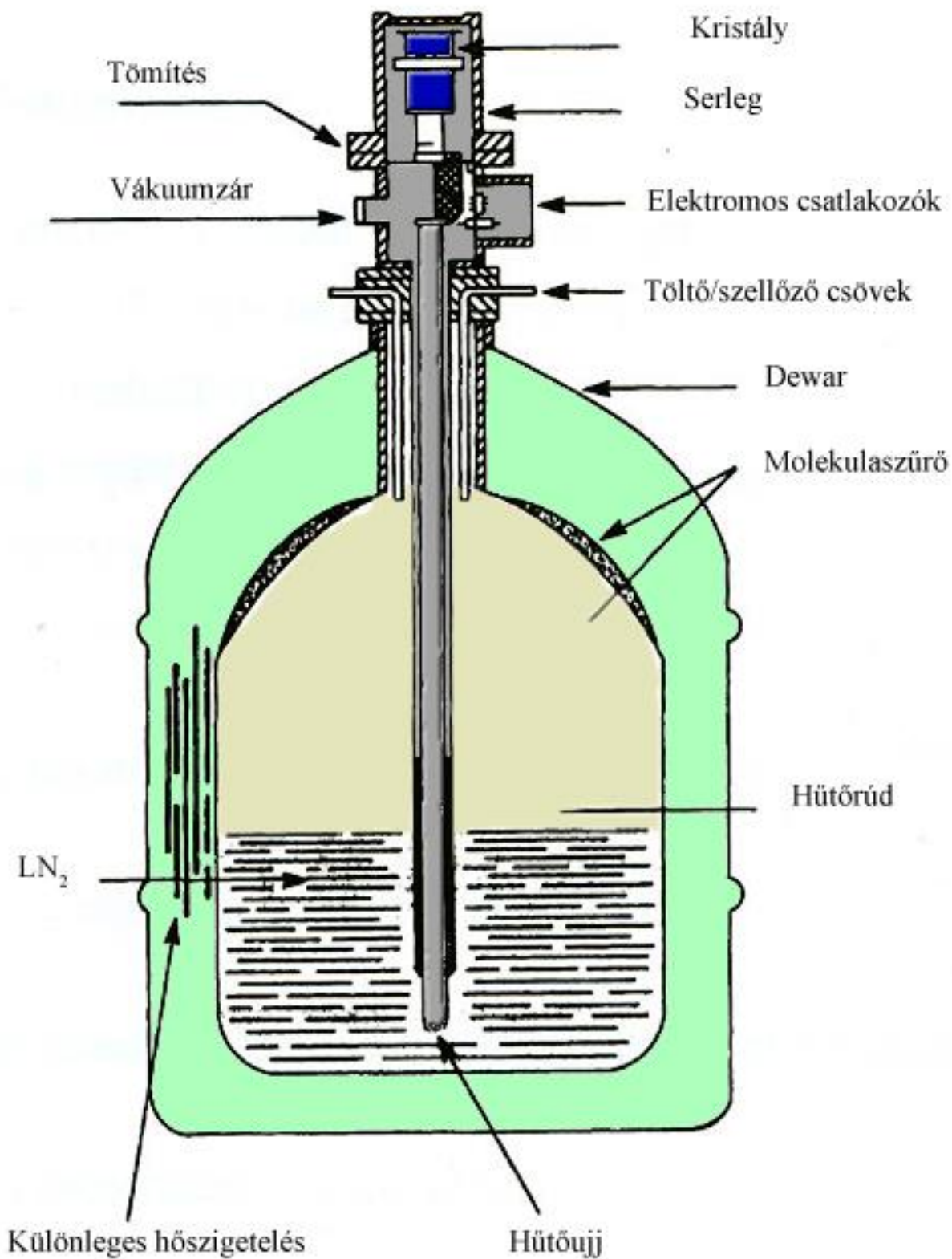
5. 7.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

HPGe detektoros spektrométer, azaz nagyfeszültségű tápegység, erősítő, 4K-16K (általában 8K) csatornás analízátor, valamint HPGe detektor (7.1. ábra és 7.2. ábra).

7.1. ábra - Félvezető detektoros gamma-spektrométer rendszer árnyékolással

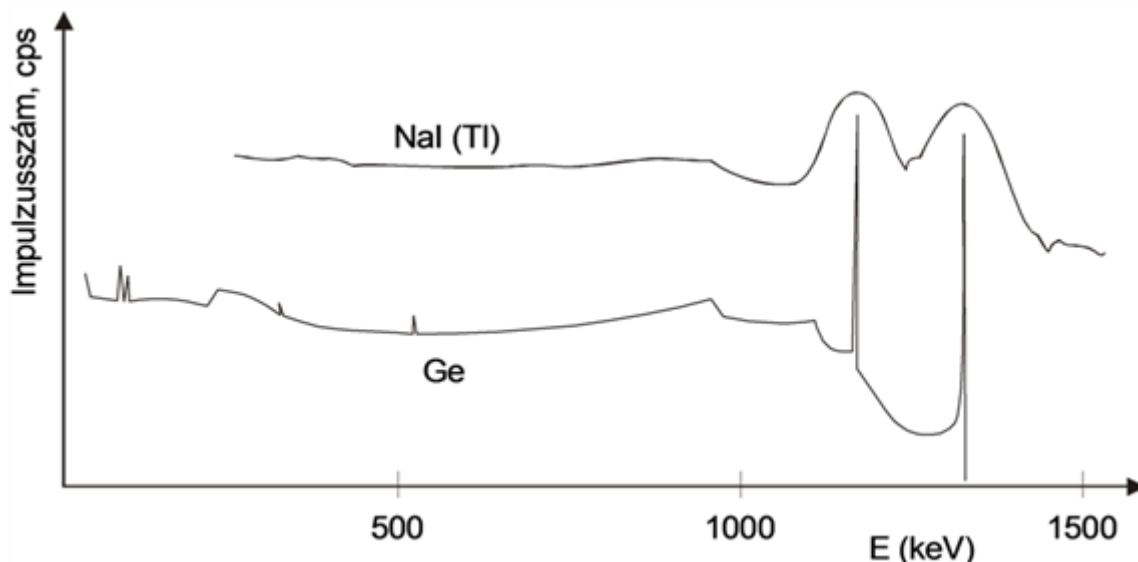


7.2. ábra - Félvezető detektor szerkezeti felépítése



Egy tipikus szcintillációs és félvezető detektoros spektrum a (7.3. ábra) látható.

7.3. ábra - Egy tipikus félvezető detektoros spektrum

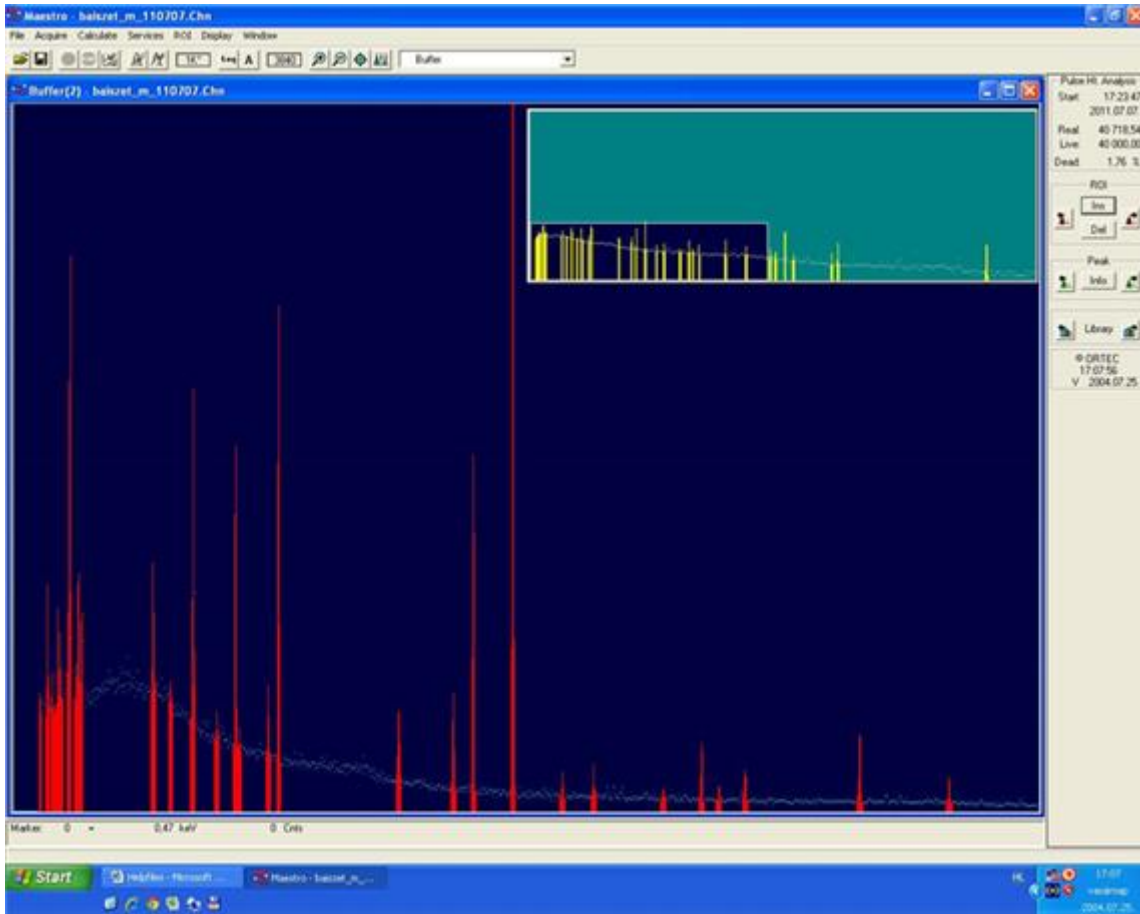


6. 7.6. A mérés receptszerű leírása

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 helyezünk 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).

7.4. 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 fotocsúcsokhoz tartozó nettó csúcsterületet és a félértékszélességet, illetve felbontást (*calc* menüpont *peak report*, *ega* gombok megnyomásával a képernyőn megjeleníthetjük). Ugyan erre a helyre helyezük 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. 7.7. 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:

$$\eta_{E_i} = \frac{I_{E_i}}{A_{E_i} - \eta_k}$$

ahol:

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

A_{E_i} : 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_{E_i} -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:

$$A_a = \frac{I_a}{\eta_{E_i} - \eta_{E_k}}$$

ahol:

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

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

η_{E_i} : 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.

8. 7.8. Kimutatási határ meghatározása

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

9. 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:

$$\eta_{E_i} = \frac{I_{E_i}}{A_{E_i} - \eta_k}$$

ahol:

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

A_{E_i} : 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:

$$A_a = \frac{I_a}{\eta_{E_i} - \eta_{E_k}}$$

ahol:

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

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

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

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

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

1. 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.

2. 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 folyadékszcintillációs mérésre, ezért kell desztillálni a vizet és a desztillátumot felhasználni a méréshez.

3. 8.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

Az elődesztilláláshoz csiszolt nyakú talpas lombikba 80-100 ml vízmintát mérünk be, hozzáadunk 2-3 db üvegyöngyöt, majd átdesztilláljuk 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 ledesztilláljuk.

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

A folyadékszcintillációs 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 szcintillációs koktélt, majd 10 ml mintát mérünk. Az elegyet jól összerázzuk, egy órán át sötétben tároljuk, majd a folyadékszcintillációs készülékbe helyezve elindítjuk a mérést.

4. 8.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

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

Nagy vízfelvevő képességű folyadékszcintillációs koktél (Ultima Gold LLT).

5. 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 folyadékszcintillációs küvetta(8.1. ábra).

8.1. ábra - Alacsony diffúziójú folyadékszcintillációs küvetta



Rézoszlopos oxigénmentesítő egység (8.2. ábra), desztilláló berendezés, desztilláló feltét megfelelő csiszolattal (8.3. ábra), elektromos melegítő, gyorsmérleg (0,01 g pontosságú), automata pipetta 5-10 ml térfogattal.

8.2. ábra - Rézoszlopos oxigénmentesítő egység



8.3. ábra - Desztilláló berendezés



Folyadékszcintillációs mérőrendszer (TRICARB 3170 TR/SL verzió a Canberra-Packard-tól) (8.4. ábra).

8.4. ábra - LSC berendezés



6. 8.6. A mérés receptszerű leírása

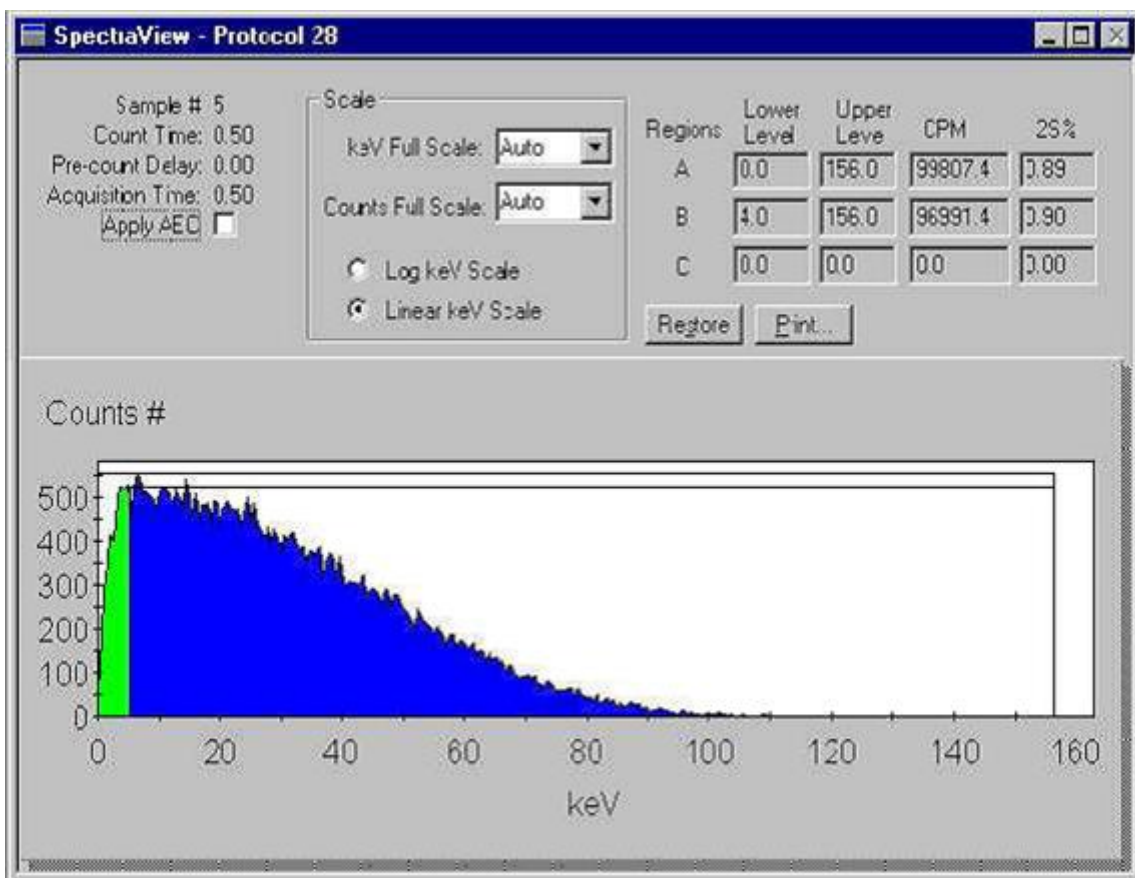
A trícium méréshez háttér mintaként alacsony tríciumtartalmú, „öreg” vizet használunk. A vízmintából 10 ml-t és a kiválasztott nagy vízfelvevő képességű koktélból 10 ml-t alacsony diffúziójú küvettába mérünk és legalább egy órát sötétben tartjuk. Ajánlott mérési idő 400-800 perc, praktikusan ugyanannyi, mint a minták mérése (8.5. ábra).

A határfok 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.

8.5. ábra - Tipikus LSC spektrum



7. 8.7. Számítás

A határfok 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 telt 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:

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

ahol:

A: aktivitáskoncentráció, Bq/l eredeti anyag,

U: kombinált standard bizonytalanság,

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

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

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

Az eredmény megadása:

$$A \pm U \text{ Bql} \quad \text{vagy} \quad A(U) \text{ Bql}$$

8. 8.8. Kimutatási határ meghatározása

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

$$L_{DI} = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{N_{hl}}$$

ahol:

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

N_{hl} : 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:

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

ahol:

V: a bemért minta mennyisége (l)

T: a mérési idő (s)

η_{sz} : trícium meghatározás hatásfoka

9. 8.9. Kérdések

1. *Miből keletkezik a légtérben a trícium?*

Kozmikus sugárzás hatására a levegő nitrogénjéből folyamatosan keletkezik trícium -¹⁴N (n, ³H) ¹²C

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. fejezet - ^{14}C meghatározása LSC mérőberendezés segítségével

1. 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 szenet 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 vizsgálatához kb. 100-120 g 1-2 cm-es darabokra aprított minta szükséges.

2. 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.

3. 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 Parafilmmel 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. Vívógáz 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 vívógázt 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 küvetába a Carbosorbban elnyeletett mintából 10 ml-t kivesszünk és hozzátesszük a vele jól elegyedő PermafluorE koktélt. Mind a C1, mind a C2 elnyeletőből készítünk egy-egy folyadékszintillációs spektrométerben lemérendő mintát. A ¹⁴C tartalmat a kettő együttes aktivitása adja meg (rendszerint a második elnyeletőben az összmenyiség kevesebb, mint 5%-a van). Egy órányi sötétben tartás után a mérés indítható.

4. 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, C₃H₆O 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.

5. 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 (8.1. ábra)

Gyorsmérleg, programozható égetőrendszer, csökemence, szárítószekrény. folyadékszintillációs mérőrendszer (TRICARB 3170 TR/SL verzió a Canberra-Packard-tól) (8.4. ábra).

6. 9.6. A mérés receptszerű leírása

A ¹⁴C 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 határfok kalibráció mintegy 5 Bq aktivitású ¹⁴C izotóppal jelzett háttérmintával történik. Az ajánlott mérési idő 400 perc.

A mérés indítása a ¹⁴C 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.

7. 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 tta tett 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 ¹⁴C 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:

A₁: aktivitáskoncentráció az első elnyeletőben (Bq/l)

A₂: aktivitáskoncentráció a második elnyeletőben (Bq/l)

c₁: nettó beütésszám percenként az első elnyeletőből kivett mintában (cpm)

c₂: nettó beütésszám percenként a második elnyeletőből kivett mintában (cpm)

m: bemért oldat tömege térfogata (kg)

ε: hatásfok

¹⁴C 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)

M₁: az első elnyelető tömege (g)

M₂: 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:

$$U = A \cdot \sqrt{u_{\text{mérés}}^2 + u_{\text{háttér}}^2 + u_{\epsilon}^2 + u_k^2}$$

ahol:

A: aktivitáskoncentráció (Bq/kg)

U: kombinált standard bizonytalanság,

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

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

u_{psz} : határfok folyadékszintillációs mérésének relatív bizonytalansága

u_{nk} : k tényező relatív bizonytalansága – mintából kinyert víz

8. 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)/member>

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:

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

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

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

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} : ¹⁴C meghatározás hatásfoka

M_{be} : bemért minta tömege (kg)

KH: kimutathatósági határ (Bq/l)

9. 9.9. Kérdések

1. *Hogyan keletkezik a ¹⁴C izotóp a természetben?*

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

2. *Milyen közegben nyeletjük el a széndioxidot?*

A keletkezett szén-dioxidot lúgos közegben nyeletjük el.

10. fejezet - Stroncium izotóp meghatározása folyadékszintillációs berendezéssel

1. 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.

2. 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.

3. 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 lehül 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 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.

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 üvegcsőbe helyezzük, és az oxalát csapadékot pontosan 1 ml 1 M HNO_3 -ban feloldjuk. Az így nyert oldatot 15 ml Insta Scint-Gel Plus szintillációs 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 s 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 csapadékot szűrőpapírt a folyadékszcintillációs 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 folyadékszcintillációs technikával határozzuk meg, két energiaablakos módszerrel, alacsony szintű számlálási módban.

4. 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) ((10.1. ábra)

Instant Scin-Gel Plus™, Packard

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

10.1. ábra - Sr-spec gyanta



5. 10.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, Ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (10.2. ábra), analitikai mérleg, mágnes keverős fűtőlap.

Folyadékszcintillációs mérőrendszer (TRICARB 3170 TR/SL verzió a Canberra-Packard-tól) (8.4. ábra).

10.2. ábra - ETHOS mikrohullámú roncsoló



6. 10.6. A mérés receptszerű leírása

A kész forrásokat alacsony háttérű folyadékszcintillációs 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.

7. 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:

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

ahol:

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

$N_Y(A)$: ^{90}Y nettó beütése az 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)

8. 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

9. 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. fejezet - ^{226}Ra meghatározása mikrolecsapásos forráskészítési eljárással, félvezető (PIPS) detektoros alfa-spektrométerrel

1. 11.1. A mérés elve

Félvezető PIPS (Passivated Implanted Planar Silicon) detektoros (11.1. ábra) alfa-spektrometriánál a vizsgálandó radionuklidot tartalmazó vékony felületet (a cél a monomolekuláris réteg létrehozása) hozunk létre, majd az így kialakított forrást vákuumban mérjük.

11.1. 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.

2. 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 kémiaailag hasonló a rádiumhoz, így a két elem leválásának hatásfokában eltérések adódhatnak.

3. 11.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés (11.2. ábra)

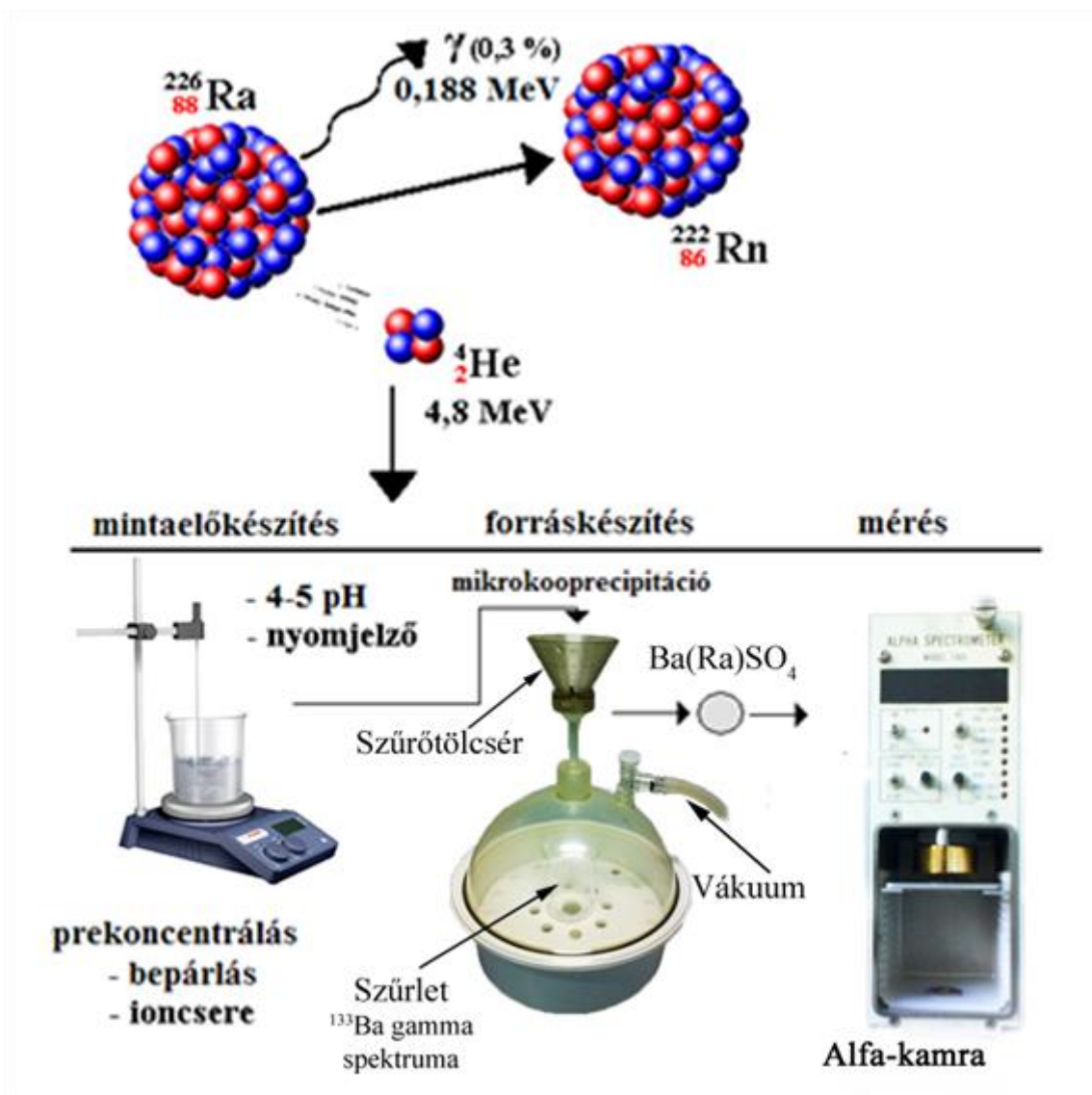
Mintaelőkészítés

Mintaelőkészítésként (dúsítás) a bepárlást alkalmazzuk, ehhez 1000 ml vízmintához 1 ml 50 Bq.ml⁻¹ ¹³³Ba-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 (11.3. ábra).

11.2. ábra - A minta-előkészítés lépéseinek folyamatábrája



11.3. ábra - A készített alfa-forrás



4. 11.4. Az alkalmazott vegyszerek, standardok, etalonok minősége

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

37 %-os HCl oldat

10 M NaOH

40 m/m% -os Na_2SO_4

0,75 mg/ml BaCl_2

96 %-os ecetsavat

Ioncserélt víz

Hiteles ^{133}Ba nyomjelző

5. 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 (11.4. ábra).

NaI(Tl) szcintillációs detektor (5.2. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra (11.5. ábra), Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, vákuumrendszer Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (11.6. ábra) és (11.7. ábra).

11.4. ábra - A szűrőrendszer



11.5. ábra - PIPS detektor és alfa-kamra

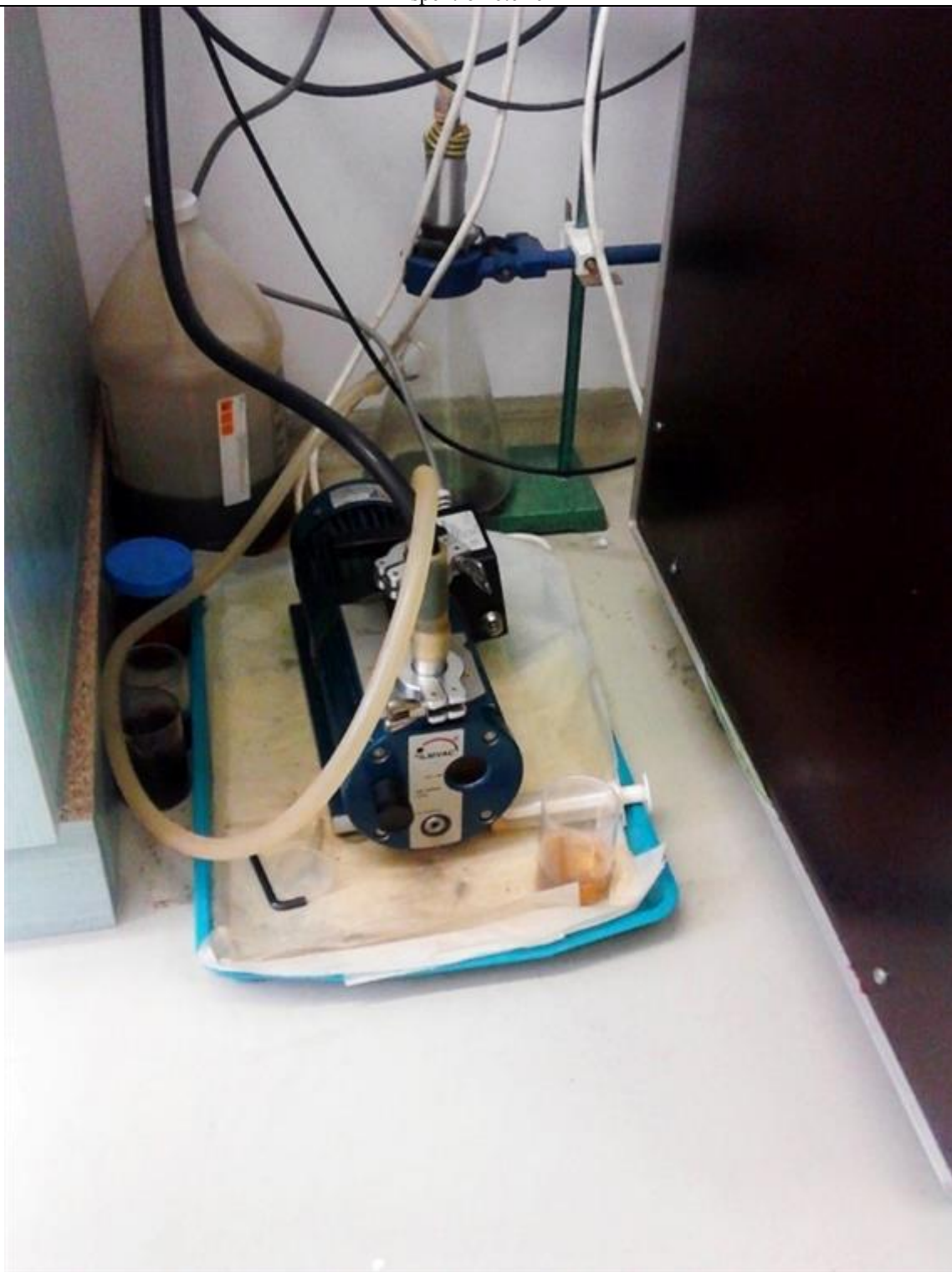


11.6. ábra - Félvezető detektoros alfa-kamrák

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



11.7. ábra - Vákuumrendszer szivattyúja



6. 11.6. A mérés receptszerű leírása

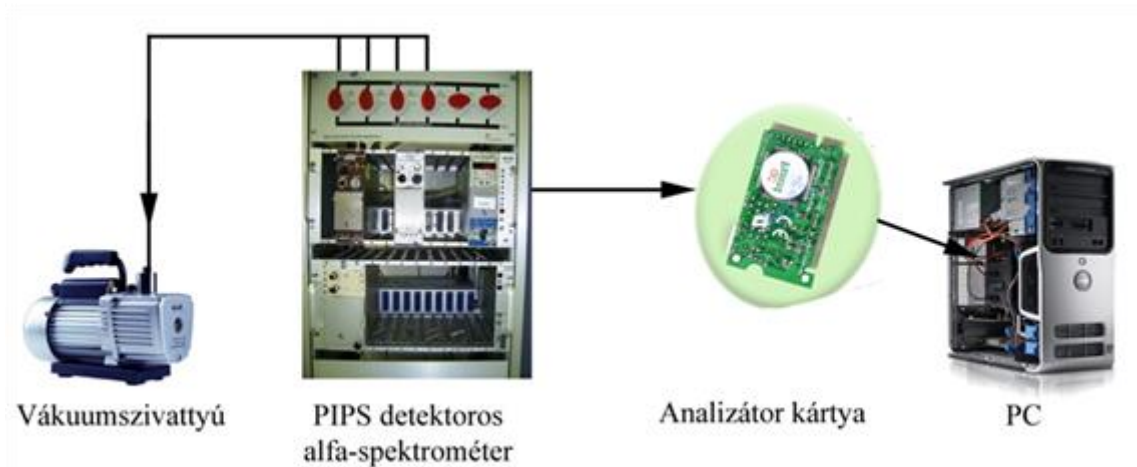
Mérés szcintillációs detektorral

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 (11.8. ábra)

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

11.8. ábra - A mérés folyamatábrája



7. 11.7. Számítás

Az eredmények számításánál a következő összefüggést alkalmazzuk:

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

ahol:

A_{226Ra} : a vizsgált vízmintában a ²²⁶Ra aktivitáskoncentrációja (Bq/l)

B: bruttó beütésszám (cps)

H: mért háttér (cps)

η_Y : ¹³³Ba (Ra) kihozatal (%)

η_{sz} : számlálási határfok (%)

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 : a 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.

8. 11.8. 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. 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)

9. 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 ²²⁶Ra mérése esetén?*

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

3. *Milyen izotópot használnak nyomjelzőként a ²²⁶Ra mérése esetén?*

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

12. fejezet - Uránizotópok meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával

1. 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 felvezető detektorral mérhető és az aktivitása meghatározható.

2. 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.

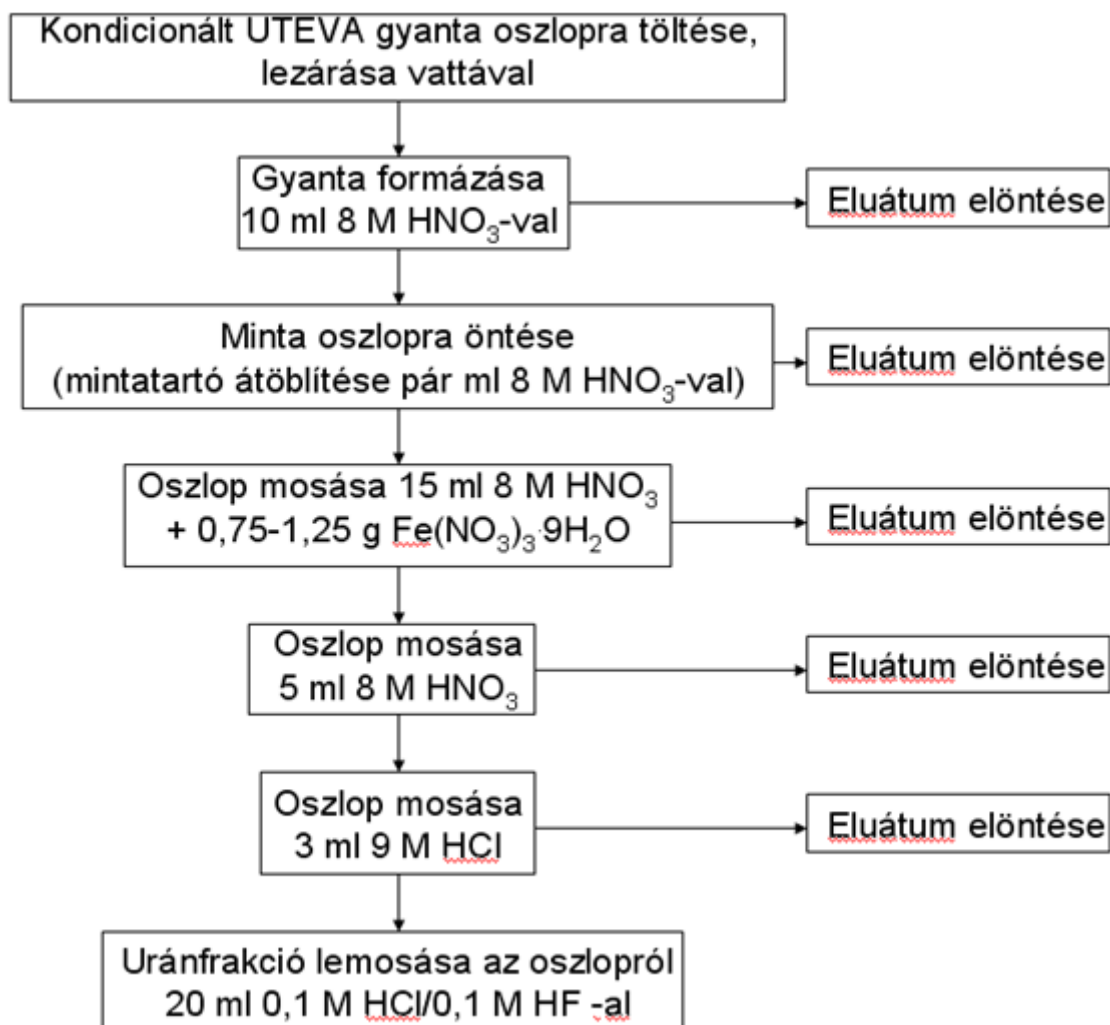
3. 12.3. A mintavétel és a mintaelőkészítés

A mintát 105 °C-on tömegállandóságig szárítjuk, majd 0,5 grammot bemérünk ETHOS mikrohullámú roncsoló teflon tartályába és hozzáadunk ismert mennyiségű ²³²U nyomjelzőt (0,1 ml 362,93 mBq/ml-es ²³²U oldat) valamint 15 ml 65 %-os HNO₃, 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 HNO₃-val a csapadékot feloldjuk (ha oldhatatlan csapadék marad, 0,45 µm pórusátmérőjű cellulóz membránon átszűrjük az oldatot), hozzáadunk 0,5 g Fe(NO₃)₃·9H₂O-t majd az alábbi 12.1. ábra alapján elvégezzük az urán specifikus elválasztást.

12.1. ábra - Urán specifikus elválasztása

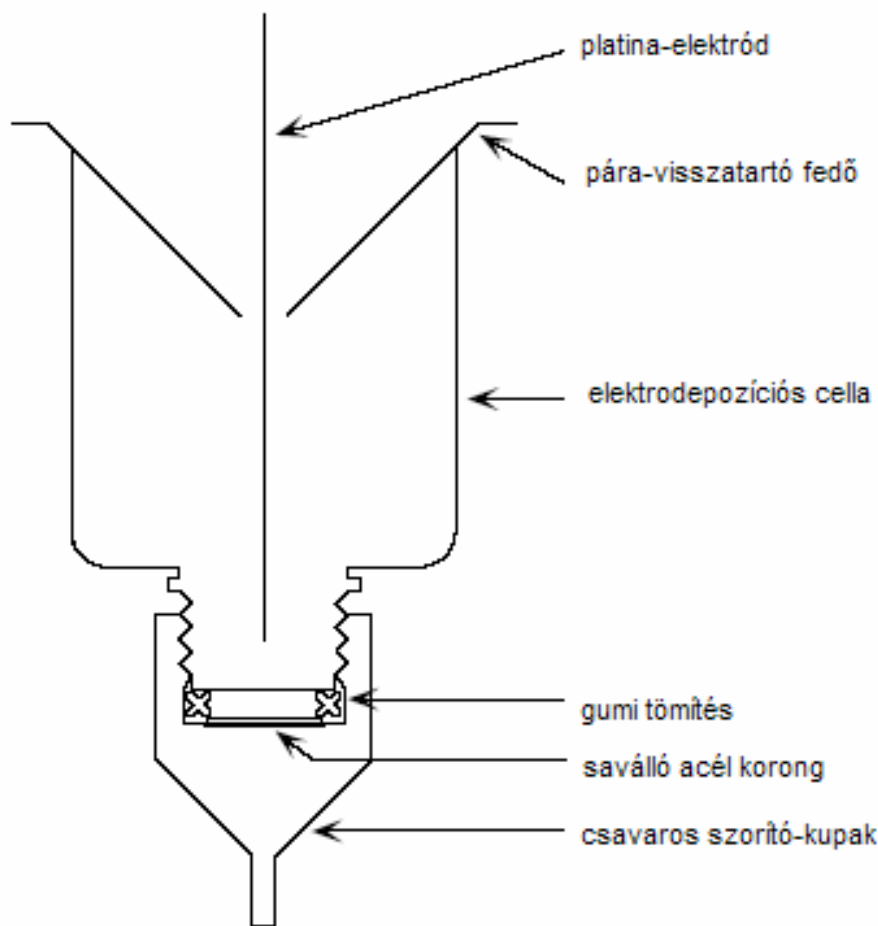


A forráskészítés során elektrodepozíciós eljárást alkalmazunk.

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 (12.2. ábra) töltjük.

12.2. 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 (12.3. ábra).

12.3. ábra - Alfa-forrás



4. 12.4. 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

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

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

0,75 M H₂SO₄: 41 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 + 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 ²³²U nyomjelző, UTEVA urán specifikus ioncserélő gyanta (Eichrom Ltd).

5. 12.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (10.2. ábra), analitikai mérleg, mágneskeverős fűtőlap.

Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék (12.4. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra, Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (11.4. ábra és 11.5. ábra).

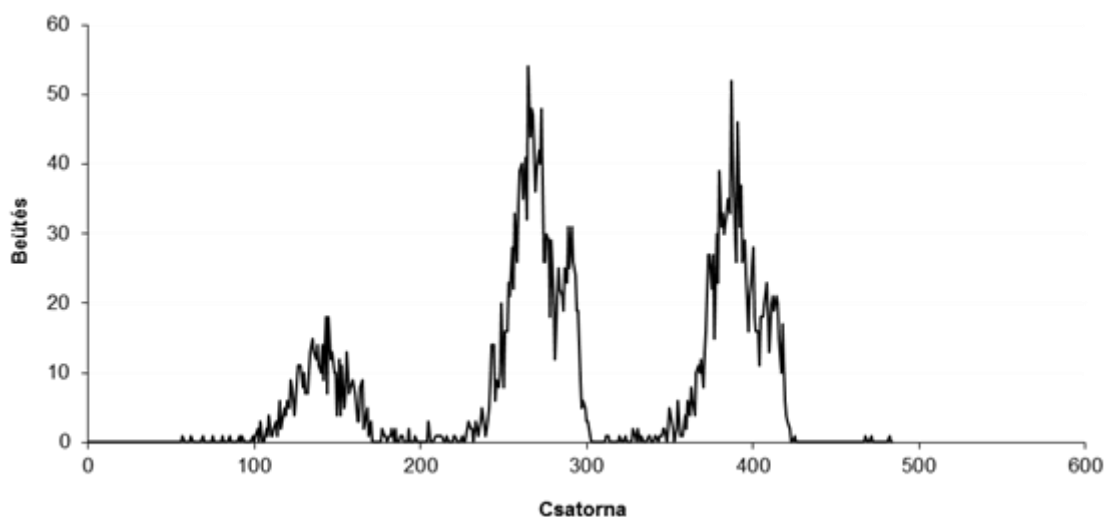
12.4. ábra - Electro alfa elektrodepozíciós készülék



6. 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 (12.5. ábra).

12.5. ábra - Az elektrodepozíciós módszerrel készített uránforrás mérésével nyert spektrum



7. 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:

$$A = \frac{I_M - I_H}{I_{232u} - I_H} \cdot A_{232u}$$

ahol:

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

I_{232u} : 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_{232u} : a hozzáadott belső standard aktivitása (Bq/g)

8. 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 (Bq.l⁻¹)

V: felhasznált minta mennyisége (l)

N_h : háttér a vizsgálandó energia tartományban (impulzus)

t: mérési idő (s)

9. 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 radioizotóptól?*

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. fejezet - Plutónium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával

1. 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.

2. 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.

3. 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 ²⁴²Pu nyomjelzőt valamint 15 ml 65 %-os HNO₃, 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 lehül a rendszer annyira, hogy kinyitható a készülék

A kapott oldatot szárazra pároljuk 15-20 ml 8 M-os HNO₃-val a csapadékot feloldjuk (ha oldhatatlan csapadék marad, 0,45 µm pórusátmérőjű cellulóz membránon átszűrjük az oldatot), hozzáadunk 0,5 g Fe(NO₃)₃·9H₂O-t majd az alábbiak alapján elvégezzük a plutónium specifikus elválasztást.

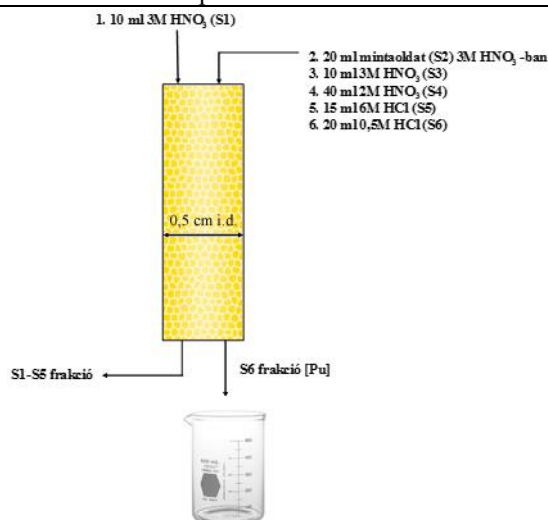
A megfelelő minőségű alfaforrás készítéséhez a plutónium elválasztása TEVA oszlopon történik.

Az oszlopot 10 ml 3 M-os HNO₃ -al kondicionáljuk. Az előzetesen bepárolt mintát 10 ml 3 M-os HNO₃ oldattal vesszük fel. Ehhez a plutónium oxidációfokának megfelelő beállítása végett 0,1 g Mohr sót – Fe(NH₄)₂(SO₄)₂ –, illetve 0,1 g NaNO₂-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 HNO₃, majd 40 ml 2 M-os HNO₃. 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 13.1. ábrán látható.

13.1. ábra - A Pu elválasztás elvi sémája

Plutónium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa- spektrometriával



Az elektrodepozíciós forráskészítés a következők szerint történik. Az oldatok szárazra párolása után 1 ml 70%-os NaHSO₄-ot és 10 ml 0,75 M-os H₂SO₄-at mérünk be a főzőpoharakba, majd szárazra pároljuk őket. A bepárlási maradékot 10 ml 0,75 M-os H₂SO₄-val felvesszük, és ismét szárazra pároljuk.

Az így kapott bepárlási maradékot 10 ml 0,75 M-os H₂SO₄ oldattal vesszük fel, majd lehűtjük.

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 (12.2. 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 csavarmenttel 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. NH₄OH 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.

4. 1.1. 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 (utlratiszta 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
- nagy tisztaságú 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).

5. 13.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, Ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (10.2. ábra), analitikai mérleg, mágneskeverős fűtőlap.

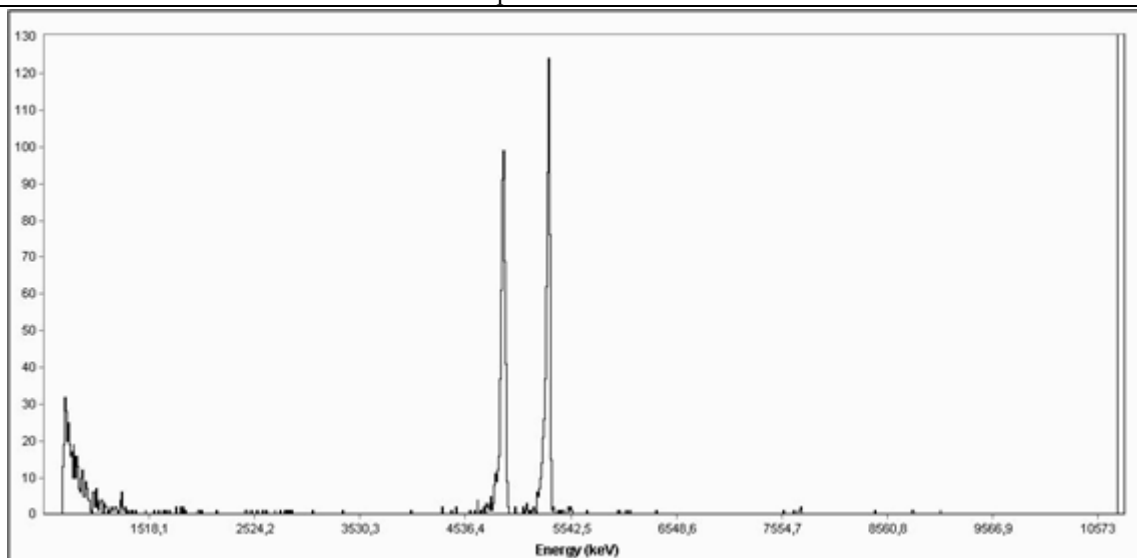
Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék (12.5. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra, Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (11.4. ábra és 11.5. ábra).

6. 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 tálcá). 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 (13.2. ábra).

13.2. ábra - Tipikus alfa-spektrum



7. 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)

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

8. 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)

9. 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. fejezet - Amerícium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával

1. 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.

2. 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.

3. 14.3. A mintavétel és a minta-előkészítés

A mintát $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on tömegállandóságig szárítjuk, majd $0,5$ 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 keverőmágnest 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 $\sim 100\text{ ml}$ -re hígítjuk, $0,25\text{ g } \text{CaCl}_2$ -t, valamint $2,5\text{ g}$ 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

Amerícium izotóp meghatározása
félvezető PIPS detektoros alfa-
spektrometriával

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 % NaHSO₄ jelenlétében bepároljuk, a szerves anyagokat 3 x 3 ml tömény salétromsavval elroncsoljuk. A bepárlási maradékot 10 ml 0,75 M H₂SO₄ oldattal felvesszük.

Az oldat pH-ját 2,2 körüli értékre állítjuk be (timolkék indikátor segítségével). A pH beállítása ammónia oldattal történik, a timolkék lilából lazar-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 zsirtalanítunk (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! Csúsztasuk 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)).

4. 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).

5. 14.5. A mérésnél használt eszközök ismertetése

Teflon, üveg főzőpoharak, Ioncserélő gyanta oszlop, ETHOS mikrohullámú roncsoló (10.2. ábra), analitikai mérleg, mágneskeverős fűtőlap.

Canberra Electro alfa elektrodepozíciós készülék (12.5. ábra).

ORTEC Solo, PIPS detektoros alfa kamra, Silena 9302 típusú kártya-analizátor, EMCA 2000 adatgyűjtő szoftver, Ilmvac PK2 vákuumszivattyú (11.4. ábra és 11.5. ábra).

6. 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 tábla). 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 americium izotópokat majd a csúcs alatti területekből számolunk.

7. 14.7. Számítás

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

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

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

ahol:

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

I_{243Am} : 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_{243Am} : a hozzáadott belső standard aktivitása (Bq/g)

8. 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)

9. 14.9. Kérdések

1. *Milyen módszerrel készíthetünk americium forrást?*

Forráskészítésre az elektrodepozíciós eljárást használhatjuk.

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

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

15. fejezet - 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
³ H	béta ⁻	max.: 18,564 (3),	100
		átlag: 5,68 (1),	
¹⁴ C	béta ⁻	max.: 156,476 (4),	100
		átlag: 49,16 (1),	
⁵⁴ Mn	gamma	834,854 (5)	99,9997 (3)
⁶⁰ Co	gamma	1173,240 (3)	99,85 (3)
		1332,508 (4)	99,9988 (2)
⁹⁰ Sr	béta ⁻	max.: 545,9 (14),	100
		átlag: 196 (1)	
⁹⁰ Y	béta ⁻	max.: 2279,8 (17),	99,983 (6)
		átlag: 926,7 (8)	
¹³³ Ba	gamma	53,1622 (6)	15,0 (4)
		80,9979 (11)	90,1 (16)
		302,8512 (5)	19,15 (14)
		356,0134 (7)	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)	30,6 (6)
		5413,63 (9)	69,1 (6)
^{234m} Pa	béta ⁻	max.: 2268 (4)	97,599 (24)
		átlag: 820,5 (17)	
²³⁴ U	alfa	4804,5 (7)	28,42 (2)
		4857,6 (7)	71,37 (2)
²³⁸ U	alfa	4220,2 (29)	22,33 (50)
		4269,7 (29)	77,54 (50)
²⁴⁰ Pu	alfa	5210,54 (15)	27,16 (19)
		5255,75 (15)	72,74 (18)
	gamma	26,34460 (24)	21 (5)
		43,420 (3)	12,1 (16)
alfa	59,5407 (1)	77,6 (25)	
	5534,86 (12)	13,23 (10)	
²⁴¹ Am	alfa	55,78 (12)	84,45 (10)
		4939,6 (10)	23,44 (17)
²⁴² Pu	alfa	4984,5 (10)	76,53 (17)
		5320,9 (10)	11,46 (5)
²⁴³ Am	alfa	5320,9 (10)	11,46 (5)

A mérések során vizsgált izotópok
legfontosabb bomlási típusai

Radionuklid	Bomlás típusa	Energia (keV)	Valószínűség
		5363,6 (10)	86,74 (5)

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

16. fejezet - 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: Atommagsugárzások mérés technikái. 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/>

17. fejezet - Kérdések

1. Miért fontos a jegyzőkönyv elkészítése?

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

1. Milyen adatokat kell tartalmaznia egy jegyzőkönyvnek?

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

1. Milyen fő részei vannak a jegyzőkönyvnek?

A jegyzőkönyv fő részei:

1. Fejléc
2. Elméleti összefoglaló
3. Mérés leírása
4. Mért adatok
5. Számítások
6. Adatok értékelése
7. Felhasznált irodalom

1. Milyen részletességgel kell leírni a mérést?

A mérés menetének pontos leírása olyan részletességgel kell, hogy történjen, hogy ezek alapján a mérés megismételhető legyen.

1. Milyen adatokat kell a mérés leírásának tartalmaznia?

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. A mért adatok leírásánál milyen feljegyzéssel érdemes dolgozni?

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. Mit kell megadni a számításnál?

Le kell írni a számításnál használt összefüggéseket, a behelyettesített mérési adatokat, majd adjuk meg a számítási eredményeket a mértékegységgel és a mérési bizonytalansággal együtt.

1. Minden alkalommal le kell vezetni a számítások menetét?

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.

1. Két adatsor közti összefüggést táblázaton kívül hogyan jellemezhetjük?

Amennyiben két adatsor között összefüggés van diagramon is ábrázoljuk (a diagram jegyzőkönyv esetén nem helyettesíti a táblázatban megadott pontos eredményeket).

1. Milyen szempontok alapján kell elvégezni az értékelést?

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

1. Mit kell tartalmaznia a felhasznált irodalom című fejezetnek?

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

1. Mire alkalmas a GM-cső?

A GM-csőves mérések csak egyszerű számlálásra, detektálásra alkalmasak, mivel az általuk szolgáltatott jelek nem függenek a sugárzás fajtájától, energiájától.

1. Milyen GM-csőveket használnak az alfa, béta, illetve gamma-sugárzás detektálásánál?

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

1. Mi a GM-cső hátránya?

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

1. Rajzolja le a végablakos GM-cső kapcsolási rajzát! (4. ábra)

1. Milyen gázt tartalmaz a GM-cső?

Ar gázt.

1. Hogyan vegyük fel a GM-cső karakterisztikáját?

GM-cső karakterisztikájának felvétele

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

2. 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 lépésenként növeli a GM-csőre adott feszültséget. F1 gomb ismételt megnyomásával állítjuk le a mérést. F7 gombbal elmentjük a mért értékeket.

1. Hogyan jelöljük ki a munkapontot?

A könyök felett 70 V távolságban vegyük fel a munkapontot.

1. Hogyan számoljuk ki a GM-cső meredekségét?

1. Rajzolja fel az 54Mn bomlási sémáját! (9. ábra)

1. GM-csőves mérés esetén a kimutatási határt hogyan határozzuk meg?

A kimutatási határ meghatározása a mérési feladatnak nem része.

1. Hogyan határozzuk meg a Poisson eloszlásra jellemző szórást?

1. Mikor beszélünk normál eloszlásról?

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

1. 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.

1. Milyen faktorokat kell figyelembe venni az abszolút béta mérésnél?

1. Mít ad meg a geometriai faktor?

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

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.

1. Milyen összefüggés van a geometriai faktor és a távolság között?

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

1. Hogy érhető el a legjobb számlálási hatások a geometriai faktor esetén? Illetve hogy határozható meg a geometriai faktor?

Jobb számlálási hatásfokot csak úgy lehet elérni, ha a sugárforrást a számlálóső belsejében helyezük el. A geometriai faktor ismert aktivitású preparátum segítségével kísérletileg határozható meg.

1. Mi az önabszorpció?

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 számlálóső érzékeny térfogatába. Ez a radioaktív készítmények aktivitásának látszólagos csökkenését okozza. (Ha mintánkat elég vékony rétegben készítjük, akkor az önabszorpció faktorát 1-nek vehetjük.)

1. A visszaszórás növeli vagy csökkenti a jelgyakoriságot?

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.

1. Hogyan számolhatjuk az abszorpció faktorát?

1. Miért kell alumínium lemezt helyezni a preparátum fölé?

Hogy a lágy béta-sugárzást elnyelessük és a GM-csőbe csak a 234mPa kemény béta-sugárzása jusson.

1. Mi a bomlási valószínűség

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

1. Mi a szcintillációs detektorok hátránya?

A viszonylag rossz felbontás.

1. Hogyan zajlik a mintavételi és előkészítési folyamat szcintillációs detektorral történő gamma-spektrometria esetén?

A mérés során nincs szükség mintavételi és mintaelőkészítési procedúrára.

1. Hogyan határozzuk meg a felbontást?

Felbontás = Félérték szélesség / Fotocsúcs helye * 100

1. Hogyan számítjuk ki az abszorpciós koefficiens?

1. Milyen szcintillációs detektort használunk a gammasugárzás abszorpciójának mérésénél?

NaI(Tl) detektort.

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

A gamma-energiák meghatározásával a radioizotóp fajtája meghatározható.

1. Mivel arányos az adott radioizotóp csúcsához tartozó terület?

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

1. Közelítőleg mekkora a HPGe félvezető detektorok energia felbontása?

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

1. Mire alkalmas a gamma-spektrometria félvezető detektorral?

Gamma-sugárzók minőségének és mennyiségének szelektív meghatározására alkalmas módszer.

1. Milyen hőmérséklet tartományban használható a HPGe félvezető spektrométer?

Alacsony hőmérsékleten.

1. Kell-e hűtést alkalmazni a detektoron? Ha igen, akkor mivel történik ennek hűtése?

Cseppfolyós nitrogénnel kell hűteni a detektort.

1. Hogyan számolható ki egy adott E_i energiára vonatkozó határfok?

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

1. Rajzolja fel a félvezető detektor szerkezeti felépítését! (12. ábra)

1. Hogyan és miből keletkezik a légköri trícium?

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

1. Milyen formában van jelen a légtérben trícium?

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.

1. Milyen esetben határozható meg LSC mérőberendezés segítségével kellő biztonsággal a víz trícium tartalma?

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

1. Miért kell a vízmintát a mérés előtt desztillálni?

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

1. Mit használunk háttérmérésre a trícium meghatározásakor?

A trícium méréshez háttér mintaként alacsony tríciumtartalmú, „öreg” vizet használunk.

1. Hogyan határozzuk meg az LSC esetében a határfokot?

1. Hogyan határozzuk meg a minta trícium koncentrációját?

1. Írja le a mérési bizonytalanság meghatározásának menetét!

1. Hogyan határozzuk meg a kimutatási határt?

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.

1. Milyen téren alkalmazzák a C-14 meghatározását LSC mérőberendezéssel?

Szilárd minták radiokarbon meghatározása. A módszer a környezetben jelenleg található ^{14}C koncentrációjának meghatározására, valamint eredet-meghatározásra alkalmas.

1. Hogyan határozzuk meg a minta C-14 koncentrációját?

A növényminták ^{14}C -tartalmának meghatározáshoz a szenet és annak radioaktív izotópját, a ^{14}C -et széndioxidként a vizes, illetve szerves mátrix mellől, kvantitatív módon kinyerjük.

1. Milyen közegben nyeletjük el a széndioxidot?

A keletkezett szén-dioxidot lúgos közegben nyeletjük el.

1. Milyen katalizátort alkalmaznak a termikus bomlást szenvedett melléktermékek teljes oxidációjának biztosítása érdekében és mekkora hőmérsékleten?

A termikus bomlást szenvedett melléktermékek teljes oxidációjának biztosítására az égéstermékeket 750°C -ra felfűtött CuO-katalizátoron vezetjük át

1. Mennyi minta szükséges a vizsgálat elvégzéséhez?

A vizsgálathoz kb. 100-120 g 1-2 cm-es darabokra aprított minta szükséges.

1. Hogyan zajlik a minta programozott égetése?

Az égetési programnak olyannak kell lennie, hogy a minta ne lobbanjon lángra az égetés során. Vivógáz áramlási sebessége 150 cm³/perc, katalizátort ellátó oxigén áramlási sebessége 80 cm³/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 vivógázt 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.

1. Mit használhatunk háttér anyagként C-14 méréséhez?

A ^{14}C méréshez háttér mintaként használható a 10 ml CarbosorbE és 10 ml PermafluorE elegye, illetve szűrőpapír égetésével nyert vak minta.

1. Az alkalmazott vegyszerekkel szemben milyen követelménynek kell teljesülnie?

Az alkalmazott vegyszerek analitikai tisztaságúak.

1. A háttér mérésnél mennyi az ajánlott mérési idő?

Ajánlott mérési idő 200-600 perc, praktikusán ugyanannyi, mint a minták mérése.

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

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

1. Mivel történik a stroncium izotópok elválasztása?

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

1. Mire lehet alkalmazni a Stroncium izotóp meghatározását folyadékszcintillációs berendezéssel?

A mérés alkalmas talaj, üledék, iszap és aeroszolszűrők stroncium-90 koncentrációjának meghatározására.

1. Milyen esetben nem szükséges Sr hordozó hozzáadása?

Amennyiben a minta Sr koncentrációja meghaladja a 20 mg/10 g-ot.

1. Milyen sugárzást bocsát ki a Sr-90?

Béta-sugárzást.

1. Hogyan határozzuk meg a Sr-90 számolási hatásfokát LSC-re?

1. Mit jelent az, hogy PIPS?

Passivated Implanted Planar Silicon.

1. Miért nehéz mérni az alfa-sugárzást?

Az alfa-részecskék detektálásának nagy problémája a kis hatótávolság.

1. Mire alkalmazható a ^{226}Ra meghatározása mikrolecsapásos forráskészítési eljárással, félvezető (PIPS) detektoros alfa-spektrométerrel?

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

1. Mi a mikroooprecipitációs forráskészítési eljárás hátránya a ^{226}Ra mérése esetén?

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

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

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

1. Milyen eljárást alkalmazunk minta előkészítés során?

Minta előkészítésként (dúsítás) a bepárlást alkalmazzuk, ehhez 1000 ml vízmintához 1 ml 50 Bq.ml⁻¹ ^{133}Ba -at adunk, majd 50 ml-re pároljuk be.

1. Mivel akadályozható meg minta előkészítésekor a csapadékkiválás?

Csapadékkiválás megelőzésére a mintához előzőleg 5 ml cc. HCl-t adunk.

1. Hogyan számolhatjuk ki a ^{226}Ra aktivitáskoncentrációját?

1. Mi a számítás menete a mérési bizonytalanság megállapításakor a mérés során?

1. Miért kell nyomjelzőt alkalmazni az alfa spektrometriás méréseknél?

Mivel a rádium leválásának hatásfoka bizonytalan, így a meghatározás nyomjelző alkalmazását igényli.

1. Mi lesz a Ra-226-ból, ha kibocsát egy alfa részecskét?

1. Miért kell vékony forrást készíteni alfa-sugárzás vizsgálata esetén?

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.

1. Mi az alkalmazási témaköre az uránizotópok meghatározásának félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometriával?

Környezeti minták urán izotópjainak izotópspecifikus meghatározására alkalmas mérési módszer.

1. Mi zavarhatja a mérést?

A mérést zavarja a túl vastag minta (forrás) amelyben az alfa részecske jelentős önabszorpcót szenvedhet.

1. Hogyan készíthető vékony forrás urán mérése esetén?

Urán izotópok mérésénél elektrodepozíciós forráskészítést használnak.

1. Milyen módszerrel választható el az urán a zavaró alfa-sugárzó radioizotóptól?

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

1. Váolja az urán specifikus elválasztását!

1. Hogyan kell összeállítani az elektrodepozíciós készüléket?

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.

1. Váolja az elektrodepozíciós berendezés sematikus ábráját!

1. Mikor lehet elindítani az elektrodepozíciót?

A készülék összeállítása és az oldattal való feltöltés után következhet az elektrodepozíció.

1. A depozíciós készüléken mekkora áramerősséget és mennyi ideig kell biztosítani?

A depozíciós készüléken 1 amperes áramerősséggel 1 órán keresztül végezzük a leválasztást.

1. Az urán-oxid réteg fixálását mikor és hogyan végezzük?

Az egy órás leválasztási idő eltelte előtt 2 perccel a mintához 1,5 ml cc. NH₄OH oldatot adunk a levált urán-oxid réteg fixálása érdekében.

1. Hogyan határozzuk meg az urán izotópok aktivitás koncentrációját?

1. Milyen módszerrel lehet mennyiségi meghatározást végezni?

Belső standard alkalmazásával (²³²U belső standard).

1. Milyen protokoll szerint kell feltárnunk uránizotóp mérése esetén?

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

1. Mikor jelentek meg környezetünkben a plutónium radioizotópok?

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

1. 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.

1. Milyen gyantát alkalmazunk plutónium mérésnél?

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

1. Vázolja a Pu elválasztás elvi sémáját!

1. Milyen mintákra alkalmas az Amerícium izotóp meghatározása félvezető PIPS detektoros alfa-spektrometria?

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

1. Az egyéb zavaró izotópokat mivel lehet eltávolítani?

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

1. Milyen módszerrel készíthetünk amerícium forrást?

Forráskészítésre az elektrodepozíciós eljárást használhatjuk.

1. Miért alkalmas a PIPS detektoros alfa-spektrometriánál egyetlen jelző izotóp a határfok megállapítására?

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