

---

# Neutronaktivációs analízis

---

## Reaktorfizikai mérések

**jegyzőkönyvet készítette:**

Asztalos Bogdán, Kadlecik Ármin, Körtefai Dóra

**mérés időpontja:** 2020. 05. 04. (távoktatás keretében)

**mérésvezető:** Radócz Gábor

# 1. Bevezetés

A neutronaktivációs analízis egy nukleáris reakciókon alapuló elemanalitikai módszer. Lényege, hogy egy mintát neutronokkal besugározzuk, benne az atommagok gerjesztődnek és a legerjesztődés során olyan sugárzást bocsátanak ki, aminek a spektruma az atommagokra egyedileg jellemző. Ezzel a módszerrel kémiai roncsolás nélkül megállapítható, hogy milyen anyagi összetétele van a mintának. A módszer során főleg a nagy hatáske- resztmetszetű  $(n, \gamma)$  típusú reakciók játszanak szerepet, prompt gamma aktivációs analízis esetében közvetlenül az ezekben keletkező fotonokat detektáljuk, míg a késleltetett mód- szernél az aktivációs termék béta-bomlását követő gamma-fotonokat, így a besugárzott minta karakterisztikus  $\gamma$ -spektrumát mérjük. A mérésünk során egy acélminta vanádium- és mangántartalmát állapítjuk meg.

## 2. Mérés leírása

A mérés lényege, hogy egy ismeretlen anyagi összetételű mintát neutronokkal besugár- zunk, és a gerjesztett atommagok által kibocsátott  $\gamma$ -sugárzást mérjük. A mérésben ne- utronforrásként a BME tanreaktorát használtuk, aminek előnye egyrészt, hogy nagy tel- jesítménnyel nyerhetünk ki neutronokat – a 100 kW-os névleges teljesítmény mellett akár  $10^{12} \frac{1}{\text{cm}^2 \text{s}}$  neutronfluxus is kinyerhető –, másrészt a neutronok energiája néhány  $\mu\text{eV}$ -tól MeV-es nagyságrendig terjed.

A mintákat kis ampullákba helyezve, csőpostán juttatjuk a reaktorzónába, ahol 90 s-ig sugározzuk be őket, majd utána mintánként eltérő hűtési idők után megmérjük a  $\gamma$ -spektrumukat. A  $\gamma$ -spektrum felvételéhez HPGe detektort használunk, amivel nagyobb felbontásban is ki lehet mérni a spektrumot, mint a szcintillációs detektorok használatával. A  $\gamma$ -spektrum felvétele után a különböző legerjesztődésekhez tartozó csúcsokat keressük meg, amiből az egyes összetevők mennyiségére következtetünk.

A karakterisztikus csúcsokhoz tartozó elemek jelenlétére úgy lehet következtetni, hogy ha megmérjük, hogy az adott csúcs tartományában hány beütést érzékeltünk – minél többet, annál több található a mintában az adott típusú atommagból. A csúcs alatti terület nettó méretét meghatározó egyenlet:

$$N_{\text{nettó}} = m \frac{f_i N_{Av}}{A_{\text{rel}}} \Phi(E) \sigma(E) (1 - e^{-\lambda t_i}) e^{-\lambda t_c} f_{\gamma} \epsilon_{\gamma} \frac{(1 - e^{-\lambda t_m})}{\lambda} \quad (1)$$

ahol  $m$  az adott elem teljes tömege a mintában, a szürke tényező a csúcsért felelős izo- tópok eloszlására jellemző faktor, a sárga tényező az  $E$  energiájú neutron befogását leíró mennyiség, a zöld tényező az aktiválódás során felaktiválódó, míg a kék a hűlés során el- bomló atommagok számát mutatja, a barna tényező a kibocsátott  $\gamma$ -foton gyakoriságát és a detektor hatásfokát fejezi ki, végül pedig a piros tényező a mérés ideje alatt kibocsátott

fotonokat adja meg.

A mérést nehezítheti, hogy az (1) kifejezésben lévő különböző mennyiségek relatív hibája összeadódik, így a végső eredmény elég pontatlan lehet. A probléma megoldása, ha nem az adott csúcs méréséből, és az (1) egyenletben lévő adatok ismeretéből számoljuk ki az különböző elemek jelenlétét, hanem külön mérést végzünk standard mintákkal, ekkor a csúcsok alatti nettó terület az ismeretlen minta és a standard minta tulajdonságainak arányaként fejezhető ki. Mivel adott elem esetén az izotópok aránya, és a rájuk jellemző kölcsönhatási keresztmetszetek állandóak, ezért az első két tényező kiesik, továbbá ha a detektálás módszere és geometriai elrendeződése is ugyanaz, akkor a hatásfokos tényező is eltűnik. Mivel az időket szabadon megválaszthatjuk, ezért a besugárzás és a mérés idejét választhatjuk egyenlőnek. Mivel a besugárzás vége és a detektálás kezdete között eltelt időt ugyanannyinak tartani nehezebb, mint a többi idő esetében, ezért a hűtési időhöz tartozó tényezőt nem ejtjük ki.

Mérési standardok használatával tehát az (1) alapegyenlet az alábbi összefüggést adja:

$$m_{\text{minta}} = m_{\text{std}} \frac{N_{\text{minta}}}{N_{\text{std}}} e^{-\lambda(t_{c\text{ std}} - t_{c\text{ minta}})} \quad (2)$$

Ismert tömegű standard minták, és a  $\gamma$ -csúcsok kimérésével már meghatározható koncentráció.

A mérés során egy normálacél mintát vizsgáltunk, és a vanádium- valamint mangán-tartalmát mértük meg. Ehhez két  $100\text{ }\mu\text{g}$  tömegű standard mintát elemeztünk, az egyiket a vanádiumhoz tartozó  $\gamma$ -csúcsokhoz, a másikat a mangánhoz tartozó csúcsokhoz. A besugárzási idő mindegyik esetben  $90\text{ s}$  volt a reaktor  $10\text{ kW}$ -os teljesítménye mellett.

## 3. Kiértékelés

### 3.1. Spektrumok elemzése

A két standard minta és az ismeretlen minta besugárzása után megmértük a spektrumukat. A spektrumban található csúcsok alapján következtethetünk az anyagi összetételükre.

#### 3.1.1. Első standard minta

Az első standard minta hűtési ideje  $t_{c\text{ s1}} = 229\text{ s}$  volt. A minta mért spektruma az 1. ábrán látható. A spektrumban egy darab éles csúcs látható, erre Gauss-görbét illesztve meghatározhatók a paraméterei. A kapott értékeket az 1. táblázat tartalmazza. A csúcs helye  $1433\text{ keV}$  energiánál van, a neutronaktivációs táblázat alapján ilyen energiájú fotonokat a  $^{52}\text{V}$  bocsát ki, ami  $^{51}\text{V}$  magból keletkezhet neutronbefogással, ez tehát jelen van a mintában.  $^{51}\text{V}$  magot neutronnal sugározva előfordulhat, hogy  $^{52}\text{V}$  helyett  $^{48}\text{Sc}$  keletkezik egy  $\alpha$ -részecske kibocsátásával. Ezen mag  $\gamma$ -spektrumára többféle energia is tartozhat-

1. standard		
energia [keV]	folyamat	Nettó terület
$1432,67 \pm 2,10$	$^{51}\text{V}(\text{n},\gamma)^{52}\text{V}$	$16027 \pm 127$

1. táblázat. Az első standard minta spektrumában lévő csúcs adatai

na, de mivel a  $(\text{n},\gamma)$  reakció hatásfoka sokkal kisebb, mint a neutronelnyelése, ezeket az energiacsúcsokat nem látjuk a spektrumban.

Megállapítható tehát, hogy a minta vanádiumot tartalmaz, így a későbbiek során tehát ezt a standardod fogjuk használni az ismeretlen minta vanádium-tartalmának meghatározásához.

### 3.1.2. Második standard minta

A második standard minta hűtési ideje  $t_{cs2} = 302\text{ s}$  volt, ennek kivárása után megmértük a spektrumát, ami a 2. ábrán látható. Ebben a spektrumban már három csúcs található, ezekre szintén Gauss-görbe illeszthető, és az ebből meghatározott adatokat a 2. táblázatba jegyeztük fel. Mindhárom csúcs az  $^{55}\text{Mn}$  neutronelnyelésével keletkező  $^{56}\text{Mn}$  izotóphoz

2. standard		
energia [keV]	folyamat	Nettó terület
$846.02 \pm 1,79$	$^{55}\text{Mn}(\text{n},\gamma)^{56}\text{Mn}$	$3845 \pm 64$
$1809,13 \pm 2,04$		$487 \pm 23$
$2111,41 \pm 1,26$		$256 \pm 16$

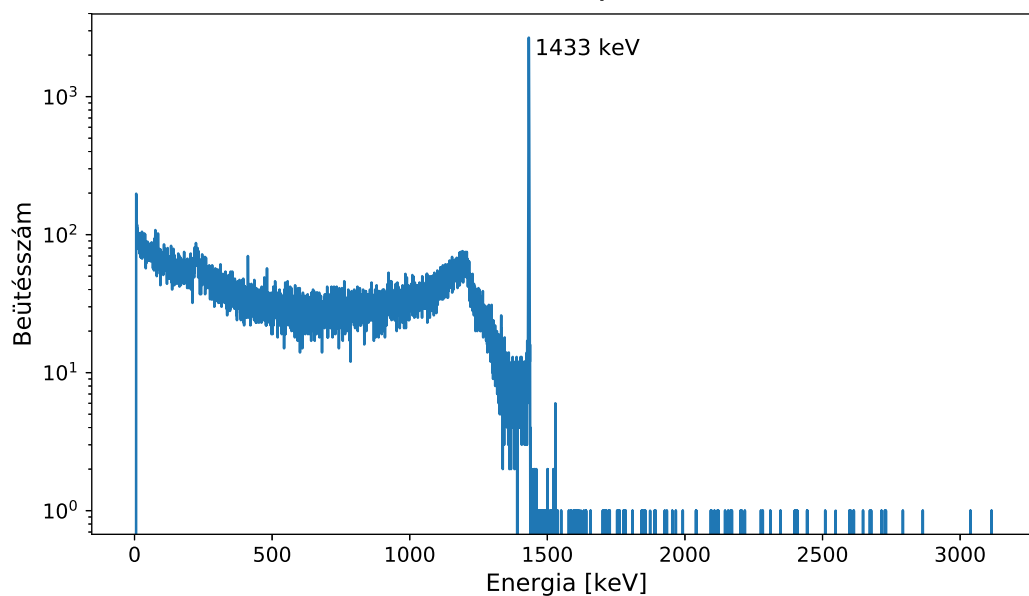
2. táblázat. A második standard minta spektrumában lévő csúcs adatai

tartozó sugárzás, és mivel a mangánhoz más reakció nem is tartozik a táblázat alapján, ezért ez standard a mangánminta, tehát az ismeretlen minta mangántartalmát ehhez fogjuk viszonyítani.

### 3.1.3. Ismeretlen minta

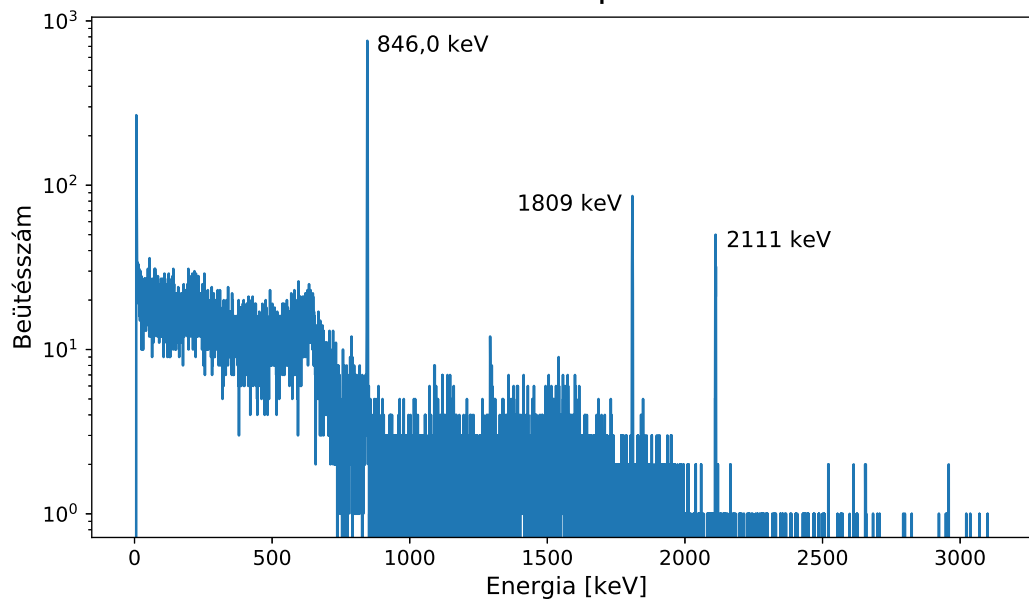
Harmadjára az ismeretlen minta spektrumát mértük meg, ennek hűlési ideje  $t_{cism} = 224\text{ s}$  volt. A kapott spektrumot a 3. ábra ábrázolja. Ez a spektrum már láthatóan több csúcsot tartalmaz, mint az előzőek, de vegyük észre, hogy a négy legnagyobb csúcs azokon az energiákon vannak, ahol az előző két standard csúcsai, tehát a minta tartalmaz vanádiumot és mangánt is. Ezen kívül, a spektrumon megfigyelhetők a  $^{187}\text{W}$  karakterisztikus  $\gamma$ -csúcsai, amely a  $^{186}\text{W}$ -ból keletkezik neutronbefogással, tehát a minta tartalmaz volfrámot is, de ennek a mennyiségével most kvantitatíven nem foglalkozunk. A megtalált csúcsok adatait a 3. táblázat tartalmazza.

### 1. standard spektruma

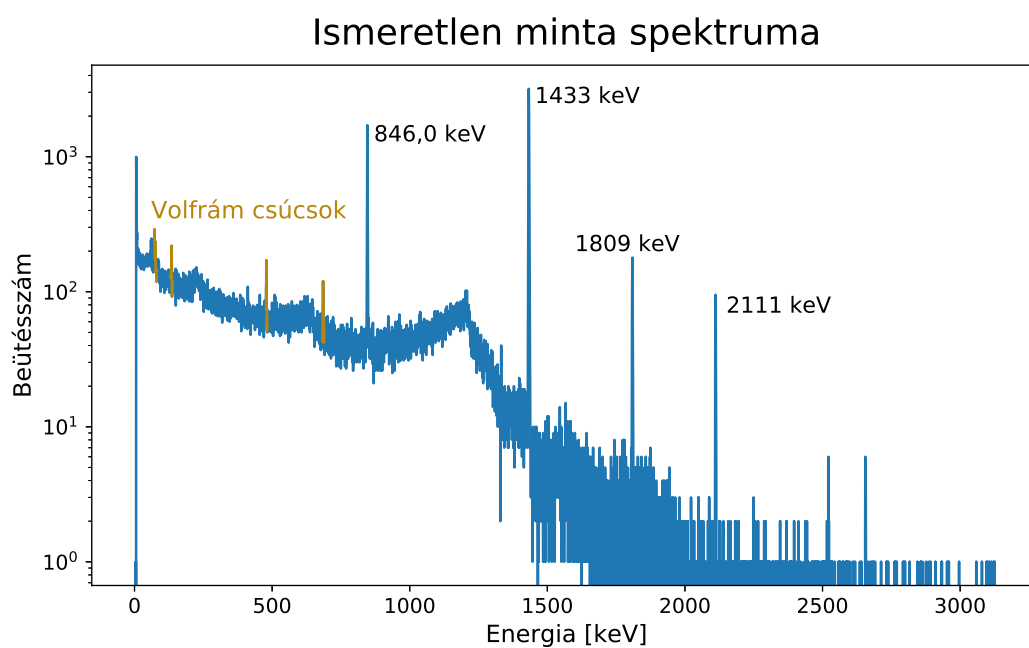


1. ábra. Az első standard minta által kibocsátott sugárzás  $\gamma$ -spektruma

### 2. standard spektruma



2. ábra. A második standard minta által kibocsátott sugárzás  $\gamma$ -spektruma



3. ábra. Az ismeretlen minta által kibocsátott sugárzás  $\gamma$ -spektruma

Ismeretlen minta		
energia [keV]	folyamat	Nettó terület
$72,64 \pm 1,43$	$^{186}\text{W}(\text{n},\gamma)^{187}\text{W}$	$446 \pm 42$
$134,63 \pm 1,43$		$330 \pm 74$
$479,16 \pm 0,93$		$334 \pm 44$
$685,20 \pm 1,53$		$277 \pm 45$
$1432,66 \pm 2,12$	$^{51}\text{V}(\text{n},\gamma)^{52}\text{V}$	$19473 \pm 141$
$845,98 \pm 1,81$	$^{55}\text{Mn}(\text{n},\gamma)^{56}\text{Mn}$	$8295 \pm 108$
$1809,08 \pm 2,44$		$1167 \pm 36$
$2111,36 \pm 2,12$		$544 \pm 24$

3. táblázat. Az ismeretlen minta spektrumában lévő csúcs adatai

### 3.2. Az ismeretlen minta összetétele

Az előzőek alapján lehetővé válik annak kiszámítása, hogy az ismeretlen minta milyen arányban tartalmaz vanádiumot és mangánt. Ehhez a (2) egyenletet fogjuk használni, vagyis a korábban megmért csúcsok nettó területére, és a hűlési időkre lesz szükségünk. A csúcsok nettó területének a hibáját az illesztés hibájával becsüljük, a időmérés hibáját pedig  $\Delta t = 10$  s-nak vesszük. Ezek alapján a szükséges arányokat a 4. táblázat tartalmazza.

elem	$N_{\text{std}}$	$N_{\text{ism}}$	$t_{c\text{ std}} \text{ [s]}$	$t_{c\text{ ism}} \text{ [s]}$	$\frac{m_{\text{ism}}}{m_{\text{std}}}$
vanádium	$16027 \pm 127$	$19473 \pm 141$	$229 \pm 10$	$224 \pm 10$	$1,196 \pm 0,092$
mangán – 1. csúcs	$3845 \pm 64$	$8295 \pm 108$	$302 \pm 10$		$2,145 \pm 0,067$
mangán – 2. csúcs	$487 \pm 23$	$1167 \pm 46$			$2,382 \pm 0,210$
mangán – 3. csúcs	$256 \pm 16$	$544 \pm 24$			$2,113 \pm 0,228$

4. táblázat. A (2) képlethez szükséges adatok, és a belőlük képzett arányok

Mivel a mangánhoz három csúcs tartozott, ezért a mangán arányára háromféle értéket kaptunk, de ezek értéke nagyjából megegyezik. A hibáikkal fordítva súlyozva átlagoltuk őket, így a mangánra vonatkozó tömegarányra  $\frac{m_{\text{ism}}}{m_{\text{std}}} = 2,186 \pm 0,125$  értéket kapunk.

Figyelembe véve, hogy a standard minták tömege  $100 \mu\text{g}$  volt, az ismeretlen minta tömege pedig  $43,01 \text{ mg}$ , a tömegmérés hibáját pedig 3%-nak véve, az ismeretlen minta által tartalmazott vanádium és mangán mennyisége

$$m_V = 119,6 \mu\text{g} \pm 12,8 \mu\text{g} \quad m/m_V = (0,28 \pm 0,04) \%$$

$$m_{\text{Mn}} = 218,6 \mu\text{g} \pm 19,1 \mu\text{g} \quad m/m_{\text{Mn}} = (0,51 \pm 0,06) \%$$

## 4. Diskusszió

A mérés során a BME tanreaktorával besugároztunk három mintát, egy vanádiumot és egy mangánt tartalmazó standard mintát, valamint egy meghatározandó összetételű mintát. A neutronnal való besugárzás hatására a mintákban bizonyos atommagok felaktiválódtak, és az általuk kibocsátott  $\gamma$ -sugárzás spektrumát mérve megállapíthattuk, hogy milyen elemek vannak jelen a mintákban. A két standard minta mennyiségéhez viszonyítva kiszámoltuk, hogy mennyi az ismeretlen minta vanádium- és mangántartalma, ezek 0,28%-nak és 0,51%-nak adódtak. Kimutattuk továbbá azt is, hogy a minta tartalmaz volfrámot is, de ezt kvantitatív módon nem vizsgáltuk.



4. ábra. Az ismeretlen minta anyagi összetétele

Annak ismeretében, hogy az ismeretlen minta a 4. ábrán látható normálacélból származik, összehasonlíthatók az eredményeink az anyag névleges összetételével. A minta mangántartalma hivatalosan 0,57%, ami a mi eredményünkhöz képest hibahatáron belül van, de a vanádiumtartalom 0,36%-a jelentősen több, mint amit mi mértünk.

## Hivatkozások

- [1] Mérésleírás [link](#)
- [2] F. Adams, R. Dams. *A compilation of precisely determined gamma-transition energies of radionuclides produced by reactor irradiation.*