

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská

Katedra jaderných reaktorů



Jaderné inženýrství v praxi
Magisterské studium

STÁTNICOVÉ OTÁZKY

Rok: 2025

Ahojky, dostávají se ti do rukou státnicové otázky ze předmětu Jaderné inženýrství v praxi. Prosím, měj na paměti, že celkový přehled není v některých tématech ucelený a že se v textu můžou vyskytovat (a stoprocentně vyskytují) chyby jak gramatické, tak faktické. Ale i přestože text má k dokonalosti hodně daleko, předávám ho dál a věřím, že třeba někomu pomůže :)))

T.K.

No nazdar, jestli tenhle text čteš, tak se ti do rukou dostaly opravené, obohacené, vylepšené a hlavně aktuální otázky dle okruhů na magisterské SZZ v roce 2024. Opět platí to samé co nahoře, je tam spousta chyb, ale snad by měl text poskytovat intenzivnější vhled do problematiky.

J.M. + Š.J.

Budeme rádi za jakékoli doplnění, opravu nebo komentář a držím palce ke státnicím!!!

Obsah

| | | |
|-----------|---|-----------|
| 1 | Rentgeno fluorescenční analýza | 4 |
| 1.1 | Princip metody | 4 |
| 1.2 | Vlnově disperzní RFA | 5 |
| 1.3 | Energiově disperzní RFA | 6 |
| 1.4 | Požadavky na vzorek pro RFA analýzu | 6 |
| 1.5 | Detektory pro RFA | 7 |
| 2 | Aplikace rentgeno fluorescenční analýzy | 8 |
| 2.1 | Kvalitativní analýza | 8 |
| 2.2 | Kvantitativní analýza | 8 |
| 2.3 | Matricové jevy | 9 |
| 2.4 | Metody kompenzace Matricových jevů | 9 |
| 3 | Elektronová mikrosonda | 11 |
| 4 | Aplikace ionizujícího záření v geologii a geofyzice | 12 |
| 5 | Využití iontových svazků v materiálovém výzkumu | 13 |
| 6 | Využití jaderně-fyzikálních metod v materiálovém výzkumu | 14 |
| 7 | Jaderně-fyzikální metody v nukleární medicíně | 15 |
| 8 | Využití synchrotronového záření v materiálovém výzkumu | 16 |
| 9 | Jednotky a veličiny v dozimetrii | 17 |
| 10 | MVyužití detektorů v metrologii aktivity | 18 |
| 11 | Koincidenční metoda & spektrometrie gama | 19 |
| 12 | Metrologie neutronů & manganová lázeň | 20 |
| 13 | Jaderná bezpečnost & ochrana do hloubky | 21 |
| 14 | Klasifikace událostí na jaderných zařízeních | 22 |
| 15 | Legislativa jaderné bezpečnosti | 23 |

1 Energiově a vlnově dispersní rentgenfluorescenční analýza

1.1 Princip metody

Nedestruktivní metoda zjišťování chemického (prvkového) složení zkoumané látky.

Je založena na detekci charakteristického RTG záření, jež je emitováno příslušnými atomy prvků obsažených ve zkoumané látce. Nejprve je látka vystavena dopadajícím fotonům (RTG záření například z rentgenky nebo gama z vhodného radionuklidu). Tyto fotony pak vyřadí elektrony (nejčastěji z vnitřní slupky K, popř. L). Poté dochází k přeskokům elektronů z vyšší slupky na toto prázdné místo a rozdíl energií je vyzářen v podobě fluorescenčních fotonů RTG záření, které je specifické pro daný prvek.

Kvalitativní analýza: je možné díky detekci charakteristického RTG záření, jež je specifické pro daný prvek (detekujeme energii a vlnovou délku).

Kvantitativní analýza: množství emitovaných fotonů charakteristického záření je přímo úměrné množství atomů daného druhu a je tedy mírou koncentrace daného prvku. Kvantita je dána intenzitou jednotlivých píků fluoriscenčního záření.

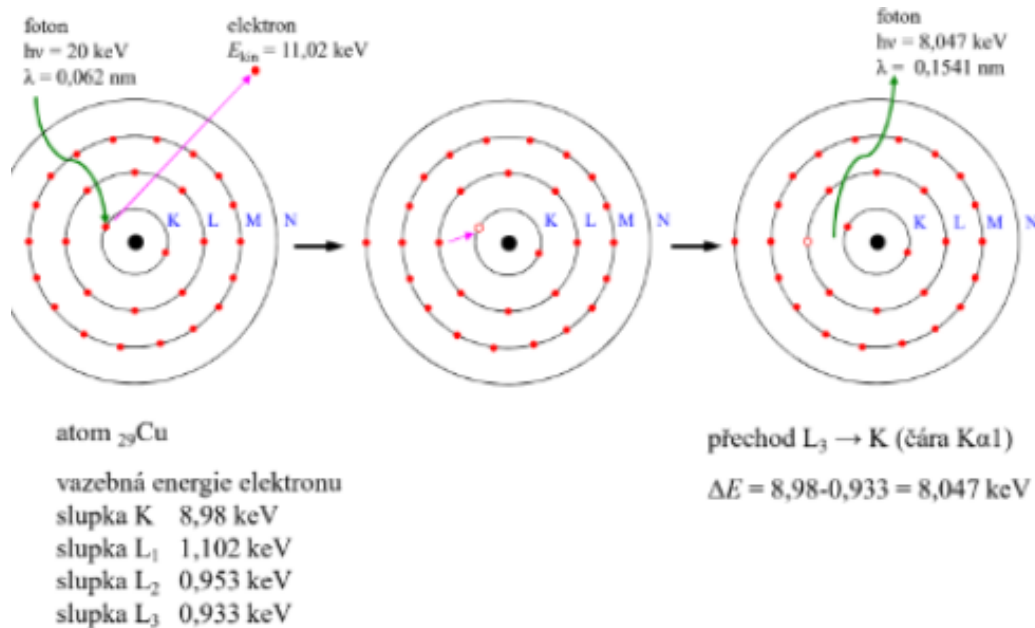
Vlnová délka charakteristického RTG záření je klesající s rostoucím Z číslem prvků a naopak energie se zvyšuje se Z číslem. Metoda RFA/XRF je dobrá pro prvky s větším Z , jelikož se lépe detekují.

Výhody:

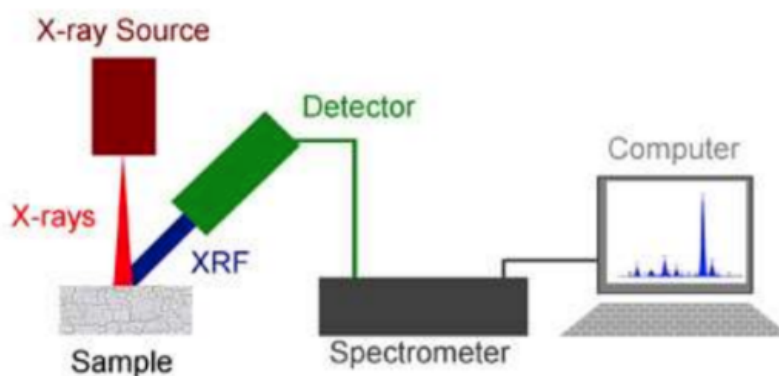
- Rychlost, přesnost a reprodukovatelnost
- Vzorky mohou být v jakémkoliv skupenství
- Nedestruktivní metoda
- Multiprvková analýza
- Dobré pro zkoumání složení uměleckých předmětů

Nevýhody:

- Obtížná detekce prvků lehčích než $Z < 13$
- Nerozpozná chemické sloučeniny
- Omezení na pouhý povrch zkoumaného materiálu



Obrázek 1: Princip RFA 1



Obrázek 2: Princip RFA 2

1.2 Vlnově disperzní RFA

Ze sekundárního charakteristického záření se izolují jednotlivé vlnové délky (čáry) spektra přes difrakci na krystalu. Poté je možné měřit intenzitu jednotlivých čar pro jednotlivé prvky postupně. Pokud máme multikrystal (složený z různých vrstev), pak je možné provádět analýzu současně.

Používá se při kvantitativní analýze prvků B po U (materiál v podobě pevné, zrnité i kapalné)

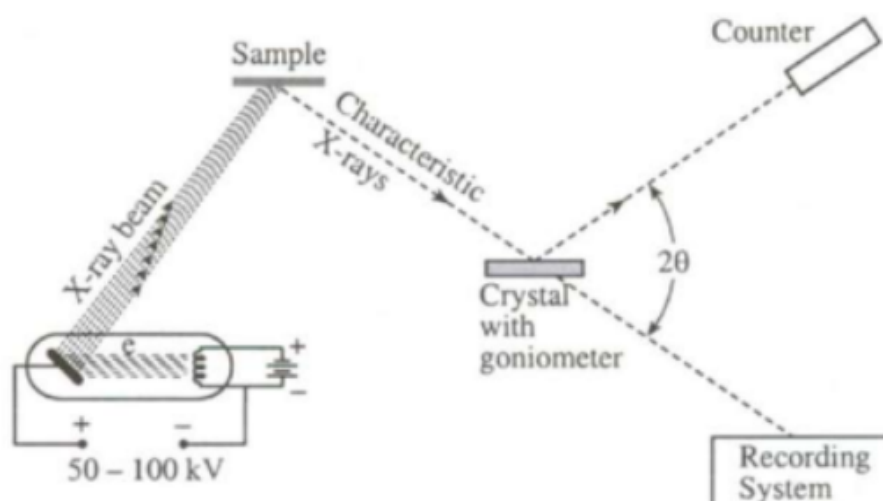
Vyžaduje velké rozměry přístrojů, vysokou spotřebu energie, ale dosahuje velmi dobrých technických parametrů.

Sekundární záření se odráží na krystalu a dopadá do detektoru/čítače (difrakce je dána Braggovým zákonem).

V závislosti na Z prvků, které chci měřit, tak se volí krystaly:

- Pro těžké a středně těžké prvky (= krátké vlnové délky) je používají LiF, NaCl, Ge, InSb.
- Pro lehčí prvky se využívají soli organických kyselin s těžkým kovem (ten tvoří uzlové body v krystalové mřížce).
- Pro velmi lehké prvky se používají uměle připravené multivrstevnaté krystaly (kde se do matrice lehkého prvku (Si) vkládají vrstvy těžkého kovu).

Výsledné spektrum je pak funkcí intenzity na vlnové délce či na difrakčním úhlu 2θ .



Obrázek 3: Vlnově disperzní RFA

1.3 Energiově disperzní RFA

Jedná se o menší a levnější přístroje, kde je analyzováno celé spektrum pomocí polovodičového detektoru (detekovaná energie je úměrná elektrickému impulsu a počet signálů o dané energii je roven intenzitě záření. Amplituda impulsů je úměrná energii).

Obvykle se využívá Si(Li) detektor, kde jsou vznikající impulsy zesíleny a tříděny dle velikosti pomocí MCA (četnost impulsů v kanálech = intenzita fotonů = kvantita).

Jsou zde horší detekční limity pro lehké prvky, takže spíše detekce prvků od Na po U (obecně nelze použít pro $Z < 13$).

1.4 Požadavky na vzorek pro RFA analýzu

- Pokud je vzorek v tuhé formě, měl by být ideálně zcela hladký a vyleštěný, aby se tam nepletla např. koroze a jiné blbosti (prach, apod..) → V zásadě jako metalografický výbrus.
- Zrnitý materiál se namele, aby byla zajištěna stejná distribuce částic a pak se lisuje do matrice/tablet.
- Kapalné vzorky jsou v pohodě.

- Aerosoly se taky dají, například pomocí záchytu na filtru, které se pak měří.
- Kapalně a práškově vzorky se měří za přítomnosti He.
- Stanovení lehkých prvků jde za přítomnosti vakua, protože lehké prvky mají sekundární záření o malé energii, takže se těžko detekují.

1.5 Detektory pro RFA

Scintilační: Monokrystal NaI(Tl), KI(Tl) + fotonásobič (základní měření)

Polovodičové: čisté Si nebo Ge dopovaného Li (přesnější měření, nejčastěji využívané):

- Nejčastěji Si(Li) chlazené dusíkem.
- RTG foton vyvolá vznik páru elektron-díra a počet párů je pak úměrný energii fotonu. Hlavní výhodou je vysoké energetické rozlišení.
- Vysoké rozlišení, využívá MCA.
- Si(Li) – mají větší detekční plochu a vyšší energetické rozlišení.
- SiPIN (Silicon pin diode detectors) – pracují blízko pokojové teploty a stačí chlazení Peltierovým článkem, menší detekční plocha a srovnatelné energetické rozlišení (stále se vyvíjejí, využití v průzkumu kosmu), horší detekční účinnost.
- Laboratorní XRF – obvykle ve vakuu, používají se však i mobilní XRF analyzátory (viz exkurze KDAIZ) → žádná příprava vzorku, měření na vzduchu, na různých místech, velmi rychlé. Ve formě pistolky, která obsahuje zdroj (rentgenku) a zároveň detektor.

Plynové ionizační detektory: už se spíše nevyužívají, mají horší rozlišení:

- Např. proporciální detektory
- Průtokový či uzavřený detektor naplněný Ar, W anoda → měří se ionizační proud.

2 Zpracování spekter při použití rentgenfluorescenční analýzy, kvalitativní a kvantitativní analýza, matricové jevy

2.1 Kvalitativní analýza

Nevím přesně o co jde, ale čekal bych to, že při detekci nebudu detekovat jen jednotlivé píky, ale i spojitý kus spektra. Ten je způsoben průchodem elektronu skrze prostředí, které ho zpomaluje, čemuž se říká brzdné záření. Jednotlivé píky jsou pak přisuzovány detekovaným prvkům ve vzorku zkoumaného materiálu.

Podle velikosti energie, popř. vlnové délky, je zjištěno, co je to za prvek, neboť energie fluorescenčního RTG záření je tzv. charakteristické RTG záření a je specifická pro daný prvek. Následně pomocí MCA jsou dle energie rozděleny jednotlivé píky, přičemž jejich amplituda/velikost odpovídá intenzitě, neboli kvantitě. Tím je zajištěno kvalitativní i kvantitativní analyzování vzorku.

V případě vlnově disperzní RFA tak analyzují většinou jen jednu vlnovou délku, takže tam mám kvalitativní analýzu na ten jeden prvek a kvantita odpovídá velikosti píku.

2.2 Kvantitativní analýza

Závisí na:

- obsahu prvku ve vzorku,
- intenzitě primárního fotonového záření (čím vyšší tok primárních fotonů, tím vyšší fluorescenční tok),
- vlnové délce/energii primárních fotonů (je vhodné, aby energie primárního záření byla jen o málo větší než vazebná energie elektronů ve slupce, neboť tehdy je nejvyšší účinný průřez pro fotoefekt → to znamená, že pro různě těžké prvky musím mít různé ozařovací zdroje):
 - Pro lehké prvky se dá využít RTG lampa a radionuklidy s měkkým zářením (Fe-55, Cm-244).
 - Pro středně těžké prvky: Am-241.
 - Pro těžké prvky (Au, W, U, Pb, apod.): Co-57, Cs-137, Ce-144.
- RF výtěžek (fluorescenční výtěžek + výtěžek Augerových elektronů),
- ztráty záření,
- matrice vzorku = matricové jevy (dají se potlačit, kompenzovat a nebo za určitých podmínek zanedbat).

Kalibrace pro kvantitativní analýzu většinou vyžaduje mít k dispozici alespoň jeden referenční materiál známého složení.

Koncentrace ve vzorku zkoumaného materiálu a neznámého složení se stanoví přímým srovnáním s měřením ref. materiálů (trojčlenka). Tento způsob ale nebere v potaz matricové jevy.

2.3 Matricové jevy

Matricové jevy představují to, jak nám do naměřené koncentrace daného prvku zasahuje vliv koncentrace ostatních prvků, neboli vliv matrice.

Výrazně se projevují při měření kovů a velmi málo, nebo vůbec, se neprojevují u měření tenkých vrstev, či při měření malých koncentrací zkoumaného prvku v dané matrici. Matricové jevy mohou mít za následek snížení, nebo zvýšení signálu, který pak neodpovídá skutečné koncentraci.

Zvýšení signálu:

- Primární zesílená excitace = excitovaný prvek A emituje čáry, které mohou excitovat jiný prvek B, a já pak detekuji vyšší koncentraci prvku B. Podmínkou je, aby $Z_A > Z_B$.
- Sekundární zesílená excitace = excitovaný prvek A zesíleně excituje prvek B, a ten zase prvek C. Dostávám pak zesílenou excitaci prvku C. Podmínkou je, aby: $Z_A > Z_B > Z_C$.

Snížení signálu:

- Zeslabení primárního excitačního záření.
- Zeslabení fluorescenčního záření.
 - Zeslabené charakteristického záření prvku A absorpcí na prvku B. Pod podmínkou, že $Z_A > Z_B$.

2.4 Metody kompenzace Matricových jevů

Absolutní metody kompenzace:

Používají se pro energiově disperzní XFA/RFA, kdy je známo celé spektrum vzorku → dopředu vím, co vzorek obsahuje.

Stanovení obsahu prvku na základě výpočtu z intenzity spektrální čáry charakteristického RTG záření daného prvku. K tomu musím znát:

- Energetické a intenzitní složení spektra,
- Fluorescenční výtěžek,
- Zeslabovací koeficient pro primární i sekundární záření,
- Přístrojové konstanty.

Metoda alfa koeficientů:

Pokud by se matricové jevy neuplatňovaly, koncentrace prvků by se stanovovaly snadno. Např. koncentrace by byla přímo úměrná intenzitě charakteristického záření. Změnami složení matrice je však intenzita charakteristického záření zkoumaného prvku ovlivněna (absorpcí záření, nebo zesilujícími jevy).

$C_i \sim N_i$ - bez matricových jevů

$C_i \sim N_i(1 + \sum_j \alpha_{ij}C_j)$ - s korekcí

→ Koeficient α_{ij} vyjadřuje, jak prvek matrice j ovlivní stanovení koncentrace analytu i , určovány experimentálně → vyžaduje to velké množství referenčních materiálů.

Zředovací metoda:

Přidání většího množství látky o známém složení a zeslabení záření ve vzorku je dáno vlastnostmi známé přidané látky.

Podle toho, jestli přidávaná látka zeslabuje více či méně, tak ji tam dám méně či více. Metoda je vhodná pro látky, které lze obecně dobře homogenizovat (např. rozpustné látky), a také pro takové látky, které samy neprodukují charakteristické záření (např. voda).

Tato metoda sice snižuje vliv matricových jevů, ale také klesá intenzita charakteristického RTG záření, které chceme měřit.

Metoda vnitřního standardu:

Přidání známého množství prvků nebo sloučeniny do zkoumaného vzorku, avšak přidávané prvky nesmí být totožné jako ty, co jsou ve stanovovaném vzorku.

Vhodný vnitřní standard je $Z - 1$ nebo $Z + 1$ oproti stanovovanému prvku (prvek s podobnými absorpčními a excitačními vlivy jako má zkoumaný prvek se přidává ke vzorku, poté se měří se poměr intenzit).

Nevýhodou je obtížné stanovování v případě velkého počtu prvků ve vzorku.

Metoda přídavku standardu:

Přidání známého množství prvku, který má být ve vzorku stanoven. Tím, že to přidám, se mi zvýší signál/intenzita. Interpolací naměřených hodnot k nulové intenzitě charakteristického RTG záření pak dostávám zápornou hodnotu koncentrace tohoto prvku. Tím mohu stanovit kvantitu před tím, než jsem tam přidal něco navíc.

Metoda tenké vrstvy:

Vzorek ve velmi tenké vrstvě → předpokládá se zde eliminace rušivých vlivů matrice.

Metoda Comptonova rozptylu:

Odhadnutí absorpčních vlastností matrice na základě intenzity rozptýleného záření z Comptonova jevu.

Fotoelektrický jev je silně závislý na Z prvku, zatímco Comptonův jev není. Proto látka s nízkým Z produkuje více rozptýleného záření a jeho intenzita je přibližně nepřímo úměrná hmotnostnímu součiniteli zeslabení.

3 Elektronová mikrosonda

4 Aplikace ionizujícího záření v geologii a geofyzice

5 Využití iontových svazků v materiálovém výzkumu: Základní typy urychlovačů, Metody RBS, kanálování, PIXE, PIGE, ERDA a NRA

- 6 Využití jaderně-fyzikálních metod v materiálovém výzkumu:
Mössbauerova spektrometrie, elektron-pozitronová anihilační
spektroskopie, neutronová aktivační analýza

7 Jaderně-fyzikální metody v nukleární medicíně: gama kamera, CT, PET

8 Využití synchrotronového záření v materiálovém výzkumu: získávání synchrotronového záření a jeho vlastnosti, příklady experimentálních technik

9 Jednotky a veličiny v dozimetrii, základy legální metrologie, etalony a stanovená měřidla

10 Využití proporcionálních detektorů a kapalných scintilátorů v metrologii aktivity radionuklidů

11 Koincidenční metoda stanovení aktivity a spektrometrie záření gama jako sekundární metoda měření aktivity

12 Metrologie neutronů a metoda manganové lázně včetně zpracování výsledků měření a zdrojů chyb a nejistot

13 Základní principy jaderné bezpečnosti a ochrana do hloubky

14 Klasifikace událostí na jaderných zařízeních a rozbor vybraných událostí

15 Postavení provozovatele, státního dozoru a IAEA v jaderné bezpečnosti, legislativní rámec jaderné bezpečnosti