

ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST PŘI ČSAV
ODBORNÁ SKUPINA INSTRUMENTÁLNÍCH RADIOANALYTICKÝCH METOD

ČESKOSLOVENSKÁ SPOLEČNOST CHEMICKÁ PŘI ČSAV
ODBORNÁ SKUPINA JADERNÉ CHEMIE

ČESKOSLOVENSKÁ KOMISE PRO ATOMOVOU ENERGIÍ

1711-Inf-10519

souhrny referátů

KONFERENCE O INSTRUMENTÁLNÍ AKTIVAČNÍ ANALÝZE

KLUČENICE

4. května - 8. května 1986

**ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST PŘI ČSAV
ODBORNÁ SKUPINA INSTRUMENTÁLNÍCH RADIOANALYTICKÝCH METOD**

**ČESKOSLOVENSKÁ SPOLEČNOST CHEMICKÁ PŘI ČSAV
ODBORNÁ SKUPINA JADERNÉ CHEMIE**

ČESKOSLOVENSKÁ KOMISE PRO ATOMOVOU ENERGIÍ

souhrny referátů

**KONFERENCE
O INSTRUMENTÁLNÍ
AKTIVAČNÍ ANALÝZE**

IAA 86

KLUČENICE

4. května - 8. května 1986

SOUHRNÝ REFERÁT⁰ KONFERENCE O INSTRUMENTÁLNÍ AKTIVAČNÍ
ANALÝZE - IAA 86

Pro Československou komisi pro atomovou energii vydalo Ústřední informační
středisko pro jaderný program, Praha 5 - Zbraslav, duben 1986

Editoři Ing. Miloslav Vobecký, CSc., Ing. Ivan Obrusník, CSc.

Vedoucí vydavatelského úseku JUDr. Jaroslav Kynčl

Náklad 100 ks

Neprodejná účelová publikace

57-804/86

01936

Miloslav Vobecký Padesát let aktivační analýzy _____	5
Ján Koniček, Zdeněk Janout, Stanislav Pospíšil, Miloslav Vobecký, Radmil Drahoňovský Způsob stanovení železa a síry v uhlí užitím reakce (n, γ) a scintilátoru BGO _____	10
Martin Rartoš, František Bečvář, Evženie Doušová, Ivan Janský, Miloš Trhlík, Miloslav Králík Stanovení obsahu samaria a gadolinia v technologických vzorcích rud metodou promptního záření gama, vznikajícího při zachytu tepelných neutronů _____	13
Jarmila Červená, Vladimír Hnatowicz, Jiří Kvítek, Jiří Vacík, Jaromír Vít Stanovení stopových množství lithia v termoplastickém kaučuku _____	14
Zdeněk Řanda, Vladimír Bouška Neutronová a gama aktivační analýza vltavínů a mikrotektitů _____	15
Václav Jiránek, Dalibor Tluchoň, Marcela Šucmancová, Reza Mirchi Příprava a INAA rostlinného referenčního materiálu _____	16
Jiří Havelka, Jan Kvíčala Příprava tkání štítné žlázy pro stanovení stopových prvků metodou NAA _____	17
Jan Kvíčala, Jiří Havelka, Svatopluk Röhling Základní studie vybraných stopových prvků ve štítné žláze metodou NAA _____	19
Jan Kučera, Ladislav Soukal Stanovení stop prvků neutronovou aktivační analýzou v materiálech s vysokým obsahem boru _____	20
Dalibor Tluchoň, Václav Jiránek, Miloš Janů, Miroslav Hošpes Stanovení malých množství zlata v platině NAA _____	22
Miloš Janů, Bohumil Štverák, Jan Kopejtko Sledování horizontálního a vertikálního rozložení některých dopantů v keramických destičkách metodou INAA _____	23
Zdeněk Řanda Biogeochemická interpretace výsledků podrobného studia obsahu mikroprvků ve vyšších houbách metodou INAA _____	24
Jaroslav Frána, Antonín Maštalka Rentgenfluorescenční studium indické miniatury z počátku 17.století _____	25
Jan Lenk, Zdeněk Řanda Použití radioanalytických metod při terénním i laboratorním výzkumu složení hlubokomořských sedimentů _____	26
Jiří Mayer, Jaromír Hons, Libor Mrázek Využití radioaktivních indikátorů při studiu kontinuálního lité oceli _____	27
Milnš Vaníček, Jiří Mayer Využití spektrometrie záření gama při sledování chlorace karbidu tantalu _____	29

Vladimír Kapišovský, Igor Kubík, Štefan Ševečka Spektrometrický monitor plyných výpustí z jadrovej elektrárne _____	30
Jana Burclová, Jozef Beňa, Vladimír Pokorný, Otakar Bárta ^{110m}Ag v chladihu primárneho okruhu jaderné elektrárny typu VVER-440 _____	31
Mojmír Obdržálek, Jozefa Líšková, Stanislav Janečka, Ondřej Slávik Koncentrování a separace vybraných radionuklidů ze vzorků vod společným srážením _____	32
Tomáš Bouda Výpočet účinnosti polovodičového detektoru záření gama při monitorování aktivity média protékajícího válcovým potrubím _____	34
Jaroslav Benada, Jaromír Špaček Testování technických parametrů polovodičových planárních detektorů _____	36
Ondřej Jančík, Vladimír Kapišovský, Jozef Beňa Grafické prostriedky pre spektrometriu na bázi počítača SM 4-20 _____	37
Ivan Obrusník, Zbyněk Horák Spektrometrie záření gama při vysokých četnostech měření _____	38
Jiří Faltejsek, Zbyněk Horák, Jan Kučera, Ivan Obrusník Optimalizace programového vybavení gamaspektrometrického systému Nuclear Data _____	39
Pavel Dryák, Petr Kovář, Ladislav Kokta Stanovení korekce pro skutečné sumace při spektrometrických měřeních metodou Monte Carlo _____	40
Pavel Dryák Vyjádření fyzikálních vlastností Laurentovou řadou získanou lineární metodou nejmenších čtverců _____	41
Petr Kovář, Pavel Dryák, Ladislav Kokta Zkušenosti s provozem mnohokanálového analyzátoru Canberra 90 _____	42
Vladimír Hnatowicz, Petra Kožárová Vyhodnocení skanovacího měření Ge(Li) detektoru srovnáním s výpočtem metodou Monte Carlo _____	43
Jaroslav Staníček Vplyv vlastností nízkopozadových tieniacich krytov na rádio- nuklidovú analýzu _____	44
Bohdan Špaček Mikropočítač SAPI-1 ve funkci mnohokanálového analyzátoru impulzů _____	45
Miroslav Hošpes, Vratislav Svoboda, Stanislav Vávra Vyhodnocování radiochromatogramů na samočinném počítači _____	46
Pavel Podracký Hodnocení odlehlosti mnohoparametrických výsledků radioanalytických metod _____	47
Josef Šilar Radionuklidová čistota vybraných radiofarmak, dovážených do ČSSR a vyráběných v ÚJV Řež _____	48
Antonín Komínek, Jiří Mrnušík Alfaspektrometrické stanovení radonu a thoronu _____	49
Jiří Mrnušík, Antonín Komínek Stanovení přírodní radioaktivity stavebních materiálů _____	50
Tomáš Čechák, Jaroslav Klusoň Využití mikropočítačů v radionuklidové rentgenfluorescenční analýze _____	51

PADESÁT LET AKTIVAČNÍ ANALÝZY

První vyjádření principu aktivační analýzy nacházíme v práci G.Hevesyho a H.Leviové [1], publikované před padesáti léty. Jako příklad analytického využití indukované radioaktivity uvedli stanovení dysprosia v kysličníku ytritém bombardovaním tepelnými neutrony. V další práci popsali stanovení europia v kysličníku gadolinitém [2]. S odvoláním na uvedené práce [1, 2] se aktivačním stanovením dysprosia, europia a holmia za užití radionuklidového zdroje neutronů zabývali B.Goldschmidt a D.Djourkovitchová z Laboratoře Curie [3]. Tito autoři věnovali pozornost korekcím na absorpci neutronů v matici vzorku a upozornili na příspěvek přirozené aktivity aktinia doprovázejícího preparáty lanthanu, což lze považovat za první případ respektování interferencí v aktivační analýze. Ke zvýšení citlivosti metody navrhli použití cyklotronu k získání intenzivnějších toků neutronů. Na práce Hevesyho a Leviové [1, 2] reagovala rovněž L.Meitnerová [4] aktivačním stanovením čistoty lanthanoidních preparátů. K průkopnickým pracím tohoto období se řadí i sdělení G.T.Seaborga a J.J.Livingooda [5] o využití umělé radioaktivity získané jadernými reakcemi nabitých částic nebo neutronů s atomovými jádry vzorku. Použití cyklotronu díky intenzivním tokům bombardujících částic umožnilo těmto autorům doložit možnosti aktivační metody např. stanovením koncentrace 6 ppm galia v železe. Význam těchto prací spočívá v naznačení nových možností v prvkové analýze na příkladech analyticky náročných úkolů, jakými byly a jsou stanovení prvků vzácných zemí. Nízké intenzity neutronových zdrojů, které byly tehdy k dispozici nedovolily širší uplatnění aktivační metody. Teprve vybudování a zpřístupnění jaderných reaktorů pro výzkumné práce umožnily další rozvoj aktivační analýzy. Rozhodujícím metodickým nástrojem aktivační analýzy se tehdy staly radiochemické postupy separace indukované radioaktivity stanovovaných prvků. Náročnost radiochemických separačních postupů poněkud omezovala širší uplatnění aktivační analýzy. K rozvoji radiochemických aktivačně analytických postupů významně přispěly práce W.W.Meinkeho, Y.Kusaky, F.Girardiho a dalších. Metodickým obohacením radiochemických separačních metod byl objev substechiometrické separace [6, 7], oceněný v roce 1965 udělením "Státní ceny KG" (J.Růžička, J.Starý, A.Zeman). K jejímu dalšímu rozvoji přispěli další naši radiochemici [8]. Podmínky pro výzkum a využití neutronové aktivační analýzy v Československu byly vytvořeny uvedením do provozu experimentálního jaderného reaktoru VVR-5. První práce v neutronové aktivační analýze byly u nás prováděny v tehdejší Ústavu jaderného výzkumu ČSAV [9, 10] a v Biofyzikálním ústavu Fakulty všeobecného lékařství University Karlovy.

Podmínky pro rozvoj a uplatnění nedestrukční metodické varianty aktivační analýzy, pro níž se postupně ujal označení instrumentální aktivační analýza,

dozrály teprve před dvaceti léty. Objev a uvedení do užívání polovodičových germaniových detektorů záření gama otevřel nebývalé možnosti pro vznik této metodické varianty, využívající vysoké rozlišovací schopnosti germaniových detektorů, k simultánnímu stanovení řady prvků. Ve většině případů dovoluje tato metoda vyloučit z analytického postupu chemické postiradiační operace a umožňuje jeho automatizaci, což přispělo k uplatnění instrumentální aktivační analýzy např. v geologii [11, 12] aj. Příprava polovodičových Ge(Li) detektorů byla zvládnuta v tehdejšímu Ústavu fyziky pevných látek ČSAV již v roce 1965 [13]. Tyto detektory byly m.j. využívány k metodickému výzkumu radioanalytického charakteru [14, 15, 16], k analýzám čistých látek a nerostů - hornin a minerálů pozemského i mimozemského původu [17].

Zájem o využití radioanalytických metod se na přelomu sedmdesátých let soustřeďoval převážně na analýzu nerostných materiálů a v materiálovém výzkumu. Rozšíření instrumentální aktivační analýzy do oblastí biologie, medicíny a ekologie následovalo o něco později. Postupně se rozšiřovaly i naše ozařovací možnosti o neutronové generátory (Geofyzika, n.p., Výzkumný ústav hutnictví železa, Fyzikální ústav SAV). V Ústavu nerostných surovin v Kutné Hoře byl proveden systematický výzkum uplatnění gama aktivační analýzy v analýze nerostných materiálů [18] pomocí mikrotronu, který je v současné době v provozu na Fakultě jaderné a fyzikálně inženýrské ČVUT. Dosavadní vývoj aktivační analýzy v Československu byl provázen řadou významných metodických příspěvků v oblasti instrumentální [19], ve standardizaci [20] apod.

V tomto stručném pohledu na vývoj aktivační analýzy při příležitosti padesátého výročí jejího objevení jsem mohl připomenout pouze některé z řady našich příspěvků k rozvoji této stále svěží analytické metody. Vývojem aktivační analýzy v Československu se podrobněji zabýval P.Kotas [21] ve své přednášce na Konferenci o instrumentální aktivační analýze IAA 77.

Naše výzkumná i výrobní pracoviště používající aktivační analýzu jsou vybavena spektrometrickými systémy soudobé technické úrovně. Efektivní využívání těchto nákladných přístrojů závisí též na časově rovnoměrném přístupu k ozařování. Z perspektiv růstu aplikací radioanalytických metod plyne nezbytnost zajištění odpovídajících experimentálních podmínek a to jak z hlediska kapacity, tak z hlediska zabezpečení ozařovacích podmínek s ohledem na uživatele.

Závěrem lze říci, že ve vývoji aktivační analýzy vedl nástup instrumentální metodické varianty k jejímu rozšíření do všech oblastí prvkové analýzy. Přednosti metody aktivační analýzy plynoucí z jejího principu a trvalý metodický rozvoj zachovají i nadále její významné postavení mezi ostatními, byť novějšími analytickými metodami.

LITERATURA

- [1] Hevesy G., Levi H., The action of neutrons on the rare earth elements, Kgl. Danske Videnskabernes Selskab. Matematisk-fysiske Meddelelser, XIV (1936) 5.
- [2] Hevesy G., Levi H., Artificial activity of hafnium and some other elements, Kgl. Danske Videnskabernes Selskab. Matematisk-fysiske Meddelelser XV (1938) 11.
- [3] Goldschmidt B., Djourkovitch O., Analyse chimique par la radioactivité artificielle. Dosage du dysprosium dans un fractionnement de terres yttriques, Bull. Soc. chim. France 6 (1939) 718.
- [4] Meitner L., Über das Verhalten einiger seltenen Erden bei Neutronenbestrahlung, Arkiv för matematik, astronomi o. fysik 27A (1940) No 17.
- [5] Seaborg G.T., Livingood J.J., Artificial radioactivity as a test for minute traces of elements, Phys. Rev. 60 (1938) 1784.
- [6] Růžička J., Starý J., Isotopic dilution analysis by solvent extraction I. Principle and theory of the method, Talanta 8 (1961) 228.
- [7] Starý J., Růžička J., Isotopic dilution analysis by solvent extraction II. Highly selection determination of zinc by dithizone, Talanta 8 (1961) 296.
- [8] Obrusník I., Adámek A., Replacement substoichiometry and its application in activation analysis, Talanta 15 (1968) 433.
- [9] Šimková M., Aktivací analýza tantalu ve slitinách se železem a v niobu, Hutnické listy XVIII (1963) 357.
- [10] Kukuła F., Sluněčko J., Šimková M., Stanovení mědi v hliníku, Report ÚJV 672, 1962.
- [11] Cobb J.C., Determination of lanthanide distribution in rocks by neutron activation and direct gamma counting, Anal. Chem. 39 (1967) 127.
- [12] Gordon G.E., Randle K., Goleš G.C., Corlies J.B., Berson M.H., Oxley S.O., Instrumental activation analysis of standard rocks with high-resolution gamma-ray detectors, Geochim. Cosmochim. Acta 32 (1968) 369.
- [13] Hnatowicz V., Dvacet let germaniových detektorů, Čs. čas. fyz. A 34 (1984) 180.
- [14] Vobecký M., Petrů F., Beiträge zur Chemie der selteneren Elemente LIV. Nicht-destruktive Aktivierungsanalyse des Braunerschen Didyms, Collection Czechoslov. Chem. Commun. 33 (1968) 3903.
- [15] Frána J., Vobecký M., Krišlák J., Non-destructive determination of the isotopic ratio $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ by activation analysis, Radiochem. Radioanal. Letters 1 (1969) 41.
- [16] Vobecký M., Frána J., Řanda Z., Benada J., Kuncif J., Analytical possibilities of reactor neutron activation method in nondestructive analysis of meteorites, Radiochem. Radioanal. Letters 6 (1971) 237.
- [17] Vobecký M., Frána J., Bauer J., Řanda Z., Benada J., Kuncif J., Radioanalytical determination of elemental composition of lunar samples, Proceedings of the Second Lunar Science Conference, Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 2, Vol. 1, pp. 1291 - 1300, The M.I.T. Press, 1971.
- [18] Řanda Z., Špaček B., Kuncif J., Benada J., Nondestructive gamma activation analysis of mineral materials, Nuclear Information Centre, Prague, 1981.

- [19] Bartošek J., Mašek J., Adams F., Hoste J., The use of pile-up rejector in quantitative pulse spectrometry, Nucl. Instrum. Methods 104 (1972) 221.
- [20] Obrusník I., Pošta S., Instrumental neutron activation analysis of NBS 1633a fly ash and 1632a bituminous coal reference samples with the use of short irradiation, Geostandards Newsletter 7 (1983) 291.
- [21] Kotas P., Fifteen years of activation analysis in Czechoslovakia, Radiochem. Radioanal. Letters 32 (1978) 209.

Miloslav V o b e c k ý
Ústav nukleární biologie a
radiochemie ČSAV, Praha

THE ACTION OF NEUTRONS ON THE RARE EARTH ELEMENTS

BY

G. HEVESY AND HILDE LEVI



KØBENHAVN
 LEVIN & MUNKSGAARD
 BJERN MUNKSGAARD
 1830

The Action of Neutrons on the Rare Earth Elements. 25

of the sample will hardly acquire any activity because most of the neutrons will be absorbed by the upper layers.

Another very beautiful analytical method is based on the very different absorbing powers of the different rare earth elements. A sample, 5 mg of which spread over 1 cm² absorbed a quarter of the slow neutrons falling on it, could be identified at once as gadolinium, no other element having so high an absorbing power.

Unlike the method of artificial radioactivity, the absorption method is limited in its application by the fact that the absorption measure is the sum of the absorptions of the different elements present in the sample. This limitation is, however, largely due to the fact that our knowledge of the absorption of neutrons and still more our devices for producing neutrons of different energies are only in an embryonic state. The absorbing powers of different nuclei depend to a high degree on the energy of the neutrons in question and the future development of our knowledge of neutron absorption will presumably make it possible to apply absorption methods of neutron analysis of great simplicity and reliability. This method of analysis, as also that based on periods of decay, gives a direct means of identification of the nuclei involved; this distinguishes them from all other analytical methods, chemical, spectroscopic, X-ray, and magnetic, which are based on the investigation of the electronic properties of the atom in question.

Effect of neutrons on minerals containing rare earth elements.

Many of the rare earth minerals, because they are products of residual magmatic crystallisation, contain rare earth elements, thorium, and uranium, along with beryl-

The use of neutrons in analytical chemistry.

The usual chemical methods of analysis fail, as is well known, for most of the rare earth elements and have to be replaced by spectroscopic, X-ray, and magnetic methods. The latter methods can now be supplemented by the application of neutrons to analytical problems by making use both of the artificial radioactivity and of the great absorbing power of some of the rare earth elements for slow neutrons.

Qualitative analysis with the aid of artificial radioactivity is based on the determination of periods of decay. All rare earth elements with the exception of cerium and thulium have half lives varying from a few minutes to a few days, so they can all be measured conveniently. The period of decay of 2.5 h., for example, is completely characteristic of dysprosium and is an unambiguous indication of its presence in the sample investigated; as little as 0.1 mg can be determined without difficulty. We used the method of artificial radioactivity to determine the dysprosium content of yttrium preparations. The procedure was the following: we mixed 0.1%, 1% etc. of dysprosium with neodymium oxide, the latter being chosen because it is one of the cheapest rare earth elements, and determined the intensity obtained. The yttrium sample to be investigated was then activated under exactly the same conditions, and a comparison of the dysprosium activities obtained gave 1% as the dysprosium content of the yttrium sample. In carrying out such intensity comparisons, it is of importance to activate very thin layers of the sample, for if a thick layer containing, for example, gadolinium or other strongly absorbing substances is bombarded, the deeper layers

25

Nr. 5. G. Hevesy and Hilde Levi

Summary.

The artificial radioactivity of the rare earth elements including scandium and yttrium was investigated. The periods of decay of numerous radioactive isotopes produced lie between 5 min. and a few years. The highest and smallest saturation intensities of the radiation emitted by these isotopes are in the ratio 10 000:1. The half-value thickness in aluminium of the β -radiation emitted was measured in several cases, and, in a few cases, the maximum energy of the continuous β -ray spectrum and Fermi's constant a as well.

The absorption of slow neutrons in rare earth elements was measured with a view to discovering the presence of strongly absorbing nuclei not giving rise to active isotopes.

The application of artificial radioactivity to analytical chemistry is discussed.

It is shown that the combination weight of the rare earth elements occurring in minerals in which a continual production of neutrons takes place has undergone a slight change during geological time.

We would like to express our best thanks to Professor NIELS BOHR for the very kind interest he has taken in this work, to Professor PRANDTL, HOLLA, and STERRA-BÖHM for lending us some of the preparations used.

(Institute of Theoretical Physics, University of Copenhagen.)

ZPŮSOB STANOVĚNÍ ŽELEZA A SÍRY V UHLÍ UŽITÍM REAKCE (n, γ) A SCINTILÁTORU BGO

Ján Koníček, Zdeněk Janout, Stanislav Pospíšil
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, Praha

Miloslav Vobecký
Ústav nukleární biologie a radiochemie ČSAV, Praha

Radou I. Bráňanovský
Geotrusta s.p., Praha, karotážní středisko Tuchlovice

Cílem práce bylo prověřit možnost použití scintilačního detektoru BGO [1] ke stanovení obsahu železa a síry v hnědém uhlí metodou využívající promptního záření gama vznikajícího při radiacním zachytu pomalých neutronů [2]. Stanovení železa bylo založeno na měření dubletu spektrálních čar s energiemi 7629 keV a 7643 keV, stanovení síry na měření spektrální čáry o energii 5420 keV.

Experimentální uspořádání odpovídalo cylindrické geometrii se vzorkem kolem neutronového zdroje ^{252}Cf (emise $6 \cdot 10^6$ neutronů za sekundu) a detektorem BGO umístěným v ose. Jako moderátor byla použita těžká voda. Doba jednoho měření byla 1800 s. Měřeno bylo 5 vzorků uhlí o známém obsahu S, Fe, Si, Al. Hmotnost vzorků byla 25 kg až 36 kg. Dále byla provedena dvě pomocná měření se vzorky železa a křemičitého písku.

Na obr. 1 jsou pro ilustraci uvedena aparaturní spektra záření gama buzeného pomalými neutrony ve dvou vzorcích uhlí a v křemičitém písku. Ve spektrech jsou vyznačeny tři energetické oblasti. Obsah železa v uhlí byl stanovován z integrálního příspěvku do třetí oblasti spektra. Příspěvek záření gama od síry obsažené v uhlí spadá do oblasti číslo 2. Kromě síry přispívají do této oblasti zejména fotony záření gama od železa a křemíku. V práci je navržen a experimentálně ověřen způsob odečtení těchto příspěvků využitím pomocných měření železa a křemičitého písku.

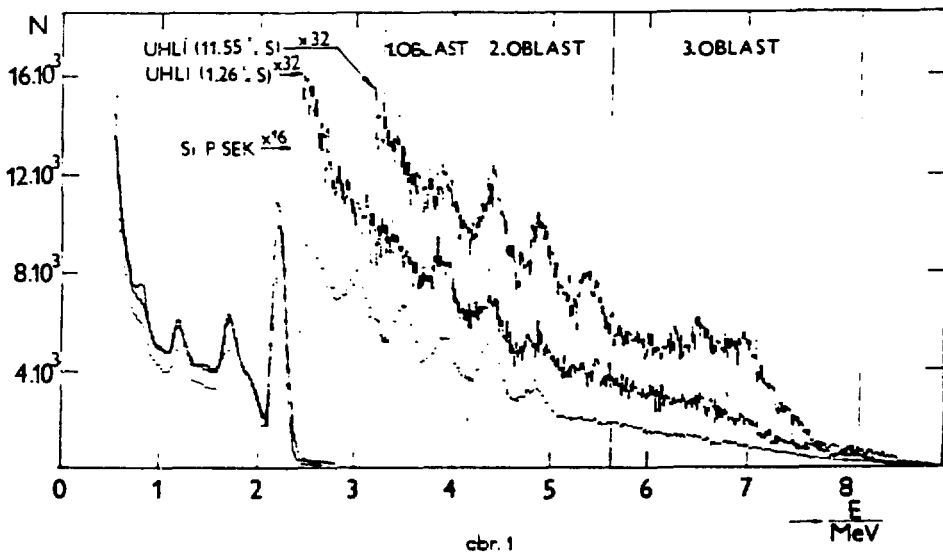
Na obr. 2 je pro pět měřených vzorků uhlí vyneseno integrální příspěvek do třetí oblasti spektra v závislosti na obsahu železa ve vzorku. Na obr. 3 je vyneseno integrální příspěvek do druhé oblasti spektra po provedení korekcí na železo a křemík v závislosti na obsahu síry ve vzorku. Všechny experimentální body jsou ve velmi dobré shodě s proloženými přímkami, jež je možno považovat za kalibrační přímkou pro stanovování obsahu železa a síry v hnědém uhlí.

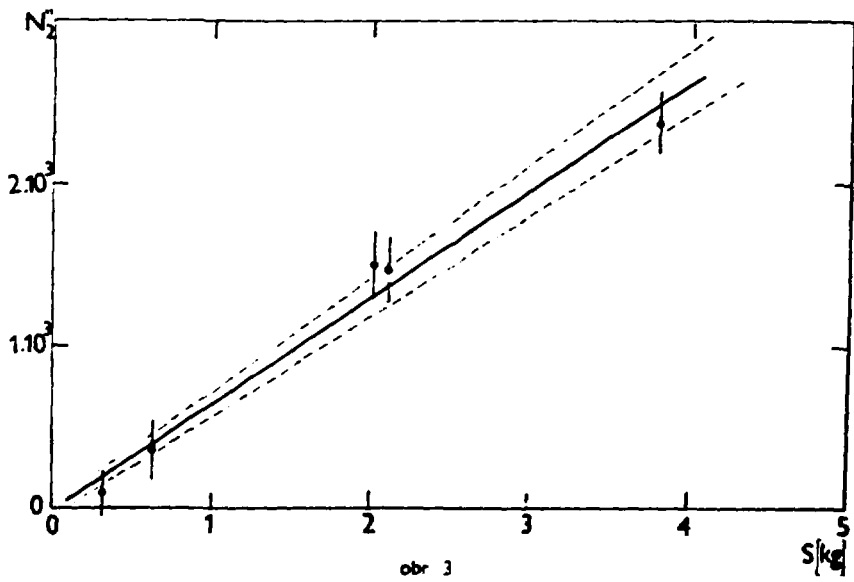
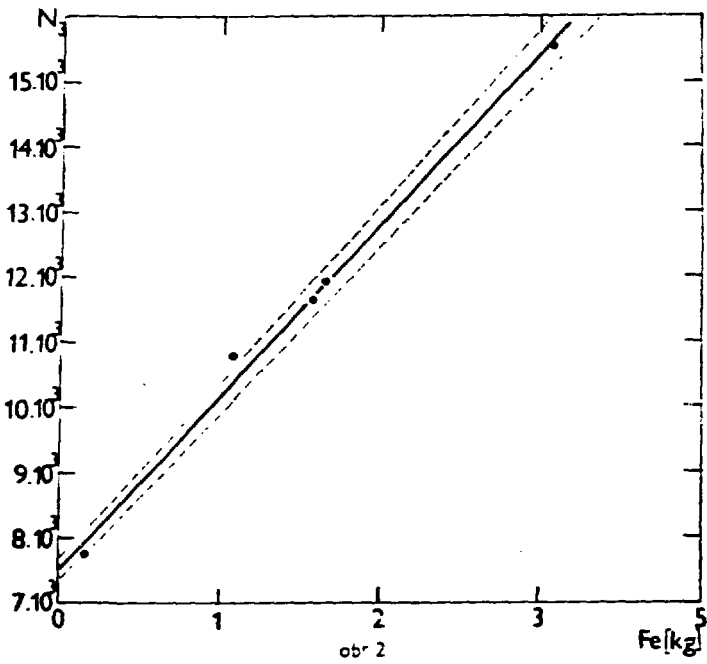
V práci bylo prokázáno, že pro stanovování obsahu železa a síry v uhlí lze scintilačního detektoru BGO použít. Navržený způsob korekcí na příspěvky od železa a síry do oblasti síry vede k uspokojivým výsledkům ve stanovování síry. Na základě provedených měření byla určena mez stanovitelnosti pro železo $\sim 1\%$, pro síru $\sim 2,5\%$. Stanovování železa na úrovni kolem 3% obsahu lze provádět s relativní přesností $\sim 10\%$. Stanovování síry na úrovni kolem 3% obsahu lze provádět s relativní přesností $\sim 30\%$, na úrovni kolem 7% obsahu $\sim 12\%$. Přesnost stano-

vení síry je výrazně snížena zvětšením statistických chyb jednoho měření v důsledku prováděných korekcí. Lze očekávat, že zvýšením statistiky měřených spekter (např. zvětšením hmotnosti vzorku, objemu BGO krystalu, velikosti neutronového zdroje) a zpřesněním provedené kalibrace by bylo možno dosáhnout pro síru meze stanovitelnosti kolem 1 %.

Literatura :

- [1] Z.Janout, J.Koníček, S.Pospíšil, M.Vobecký, Č.Barta, O.Gilar, Z.Pavlíček :
Některé zkušenosti s využitím scintilačního krystalu $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ k detekci záření gama. Souhrny referátů konference o instrumentální aktivační analýze IAA 85, ČSKAE, Praha (1985) 10.
- [2] S.Pospíšil, Z.Janout, M.Vobecký : Využití radiačního zachytu neutronů k prvkové analýze niklových rud a ke stanovení síry v uhlí, Čs.čas.fyz. A35 (1985) 387.





STANOVENÍ OBSAHU SAMARIA A GADOLINIA V TECHNOLOGICKÝCH VZORCÍCH RUD METODOU
PROMPTNÍHO ZÁŘENÍ GAMA, VZNIKAJÍCÍHO PŘI ZÁCHYTU TEPELNÝCH NEUTRONŮ⁰

Martin Bartoš, František Bečvář, Evžen Doušová, Ivan Janský, Miloš Trhlík
Matematicko-fyzikální fakulta UK, Praha

Miloslav Králík
Ústav dozimetrie záření ČSAV, Praha

Při zachytu neutronů atomovými jádry vzniká promptní záření gama, jehož energetické spektrum obvykle obsahuje velký počet diskrétních linií. Každý prvek se projevuje svými charakteristickými liniemi a výtěžek záření gama, příslušející těmto liniím, je přitom přímo závislý na množství daného prvku. Obě tyto vlastnosti slouží za základ prvkové analýzy PGNAA ("Prompt Gamma-Ray Activation Analysis"), jež našla v posledních letech řadu uplatnění.

V této práci je popsána aplikace metody PGNAA pro stanovení obsahu samaria a gadolinia v technologických vzorcích apatitových a bastnosit-parazitových rud.

Bylo použito zdroje neutronů ^{252}Cf , emitujícího $\approx 3 \times 10^8$ n/4 π /s. Zdroj byl umístěn v polyetylenovém moderátoru o objemu $\approx 0,3$ m³. Zkoumané vzorky se nacházely v kolimovaném svazku tepelných neutronů, vyvedených z nitra moderátoru. Záření gama, vznikající při zachytu neutronů, bylo registrováno pomocí Ge(Li) detektoru. Východními měřeními veličinami byly výtěžky gama pro dva sekundární přechody v ^{150}Sm s energiemi 334,3 a 439,0 keV a jeden přechod v ^{158}Gd s energií 181,5 keV.

Ve snaze zajistit, aby metoda PGNAA poskytla spolehlivé kvantitativní údaje o obsahu Sm a Gd, nezatížené systematickými chybami, bylo nezbytné řešit řadu problémů, souvisejících jak s přípravou měření a postupem při jeho provádění, tak i se způsobem vyhodnocování naměřených dat. Byla zvládnuta příprava objemově homogenních a mechanicky stabilních referenčních vzorků. Vlastní postup při měření, vycházející z obvyklé metody standardních přívažek, byl uzpůsoben tak, aby v maximální míře kompenzoval vliv samoabsorbce neutronů ve vzorku. V neposlední řadě, při vyhodnocování naměřených dat byla zvolena procedura, jež bere korektně do úvahy vliv nezkompensovaných zbytkových efektů samoabsorpce, a to jak v referenčních, tak i ve zkoumaných vzorcích. Respektovala se přitom energetická závislost účinných průřezů pro zachyt neutronů jádry samaria a gadolinia a plně se započítával vliv energetického spektra tepelných neutronů.

Byla provedena řada ověřovacích měření, jejichž výsledky byly porovnány s analogickými výsledky, založenými na použití tradiční metody rentgenové fluorescenční analýzy. Je konstatován velmi dobrý kvantitativní souhlas těchto výsledků. Diskutuje se otázka citlivosti metody PGNAA.

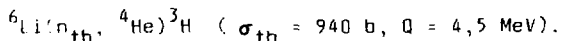
STANOVENÍ STOPOVÝCH MNOŽSTVÍ LITHIA V TERMOPLASTICKÉM KAUČUKU

Jarmila Červená, Vladimír Hnatowicz, Jiří Kvítek, Jiří Vacík
Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Jaromír Vrt

Výzkumný ústav syntetického kaučuku, Kralupy nad Vltavou

Při výrobě termoplastických kaučuků se jako iniciátor uplatňuje lithium ve formě organokovové. Ve finálním výrobku je přítomnost lithia nežádoucí a jeho obsah se sleduje standardními metodami, u kterých se ale těžko dosahuje kvantitativních výsledků. Pro kontrolu a kalibraci zavedených analytických postupů jsme určili koncentrace lithia v reprezentativních vzorcích kaučuku a v některých dalších materiálech metodou využívající jadernou reakci



Analýzy se prováděly na horizontálním svazku reaktoru VVR-S v Řeži. Intenzita tepelných neutronů ve svazku (2 cm x 2 cm) byla $1,5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ při výkonu reaktoru 6 MW. Sledované vzorky byly upevněny v terčíkové komoře vyčerpané na tlak cca 1 Pa a produkty reakce se registrovaly polovodičovým povrchově barirovým detektorem umístěným ve vzdálenosti 55 mm od vzorku. Energetické rozlišení spektrometru bylo 20 keV.

Kalibrace zařízení byla provedena měřením sady standardů zhotovených nanesením známých miligramových množství LiF na hliníkovou podložku tlustou 10 μm . Měření standardů bylo rovněž prověřeno izotopické složení používaného lithia. Analyzované vzorky se připravovaly nanesením tenké vrstvy polymeru na stejnou hliníkovou podložku. Flouščka vzorků byla volena v rozmezí od 2 do 15 mg cm^{-2} . Celková plocha vzorků byla 6 cm^2 . Koncentrace lithia ve vzorcích kaučuku se pohybovaly v rozmezí 2 - 150 ppm. Nejmenší stanovitelná koncentrace lithia v analyzovaných vzorcích je 1 ppm při 60 minutovém měření.

Zdeňěk Pačda

Ústav nemetalech Kurovín, Kucpá Hora

Vladimír Bouška

Přírodovědecká fakulta University Karlovy, Praha

Brzy uplyne 250 let od prvního nálezů vltavínů a první zprávy o tomto základním přírodním materiálu, který od té doby neustále přitahuje zájem nejen vědců, ale v poslední době i široké veřejnosti v důsledku výroby a prodeje vkusných šperků. Byla dokázána těsná souvislost vltavínů s meteorickým impaktním kráterem Ries poblíž Nördlingen v NSR, ale dodnes není přesně znám mechanismus vzniku těchto impaktních skal, mateřská hmota i způsob transportu na dvě hlavní lokality nálezů - jímách Čechách a na jižní Moravě.

Stanovení širokého souboru minoritních a stopových prvků ve více jak 100 vzorcích vltavínů prakticky ze všech známých nalezišť má přispět k bližšímu objasnění původu těchto prvních známých tektitů. K prvkové analýze bylo použito dvou metod aktivační analýzy, a to reaktorová instrumentální neutronová (INAA) a instrumentální gama aktivační analýza (IGAA) s použitím mikrotronu. První metodou byly stanoveny prvky Na, K, Sc, Cr, Fe, Co, Ni, Zn, As, Rb, Sr, Mo, Sb, Cs, Ba, La, Ce, Nd, W, Sm, Eu, Gd, Tb, Ho, Tm, Yb, Lu, Hf, Ta, Ir, Au, Th a U a druhou metodou byly stanoveny prvky Mg, Ca, Ti, Mn, Ni, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Cs, Ba, Ce, Sm a Hf. Výskyt lanthanoidů (REE) a závislost poměru REE moldavity/REE chondrity na atomovém čísle spolu s výskytem Ir jako indikátoru kontaminace meteoritickou hmotou (obsah Ir je ve všech vzorcích nižší než 2 ppb) jasně ukazují na pozemský původ; meteoritická kontaminace pokud existuje, pak je nižší než 0,5 %.

Mikrotektity - sférická a ovaloidní tělíska - získané z velikých hloubek oceánu kolem 5 km, z centrálních částí Pacifiku a Indického oceánu a z jiných jílovitých sedimentů, byly analyzovány INAA, a to jak s použitím krátkodobé aktivační (ozářování 1 minuta), tak i dlouhodobé (ozářování 1 den a 1 týden). Mezi převládajícím počtem magnetických kovových kuliček bylo nalezeno i několik mikrotektitů horninové povahy, tj. průhledných, bezbarvých až tmavě hnědých, jejichž hmotnost se pohybovala od 8 do 24 μg . Tyto kuličky byly analyzovány jednotlivě. Lze předpokládat, že část "horninových" kuliček je meteorického původu. Třebaže poměr Fe/Ni a Ni/Co a obsah Ir ukazují na původ metalických sferulí z meteorického železa, obsahy některých prvků jako Hf, Ta, Th, Sb ukazují na kontaminaci z materiálu vyrobených člověkem, a proto bude nutno rovněž kovové kuličky analyzovat odděleně.

PŘÍPRAVA A INAA ROSTLINNÉHO REFERENČNÍHO MATERIÁLU

Václav Jiránek, Dalibor Tluchoň

Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

Marcella Šucmanová

Vysoká škola veterinární, Brno

Reza Mirchi

Výzkumný ústav potravinářského průmyslu, Praha

Cílem příspěvku je seznámit s přípravou nového československého referenčního materiálu rostlinného původu a s výsledky jeho analýz metodou NAA. Její instrumentální varianta umožnila s dostatečnou přesností stanovit Na, K, Rb, S, Ca, Sr, Ba, Hg, Sb, Sc, La, Eu, Fe, Zn, Co, Cr a Br. Při analýze bylo použito několik modifikací metody. Aktivované vzorky byly před měřením zpracovány různými způsoby a kromě obvyklých srovnávacích standardů byl rovněž použit referenční materiál - Bowenova kapusta. Dále je podrobně diskutován vliv jednotlivých variant stanovení na přesnost a správnost výsledků.

PŘÍPRAVA TKÁNĚ ŠTÍTNÉ ŽLÁZY PRO STANOVENÍ STOPOVÝCH PRVKŮ METODOU NAA

Jiří Havelka, Jan Kvičala

Výzkumný ústav endokrinologický; Praha

Komplexní analytická metoda zahrnuje celý postup od odběru vzorku až po vyhodnocení výsledků. V případě NAA lze postup schematizovat takto :



Každá tkáň má přitom svá specifika, projevující se víceméně na všech výše uvedených stupních. Při aplikaci metody na dosud neanalyzovaný materiál musíme tudíž s jeho specifitou počítat. V případě štítné žlázy jsme narazili na problémy, vyplývající zejména ze strukturálních odlišností a prvkového složení tkáně, ale také z možností chirurgických při vyjímání tkáně a jejím zpracování.

Odběr a příprava vzorků k ozáření jsou klíčovými pochody z hlediska kontaminací. V našem případě je operaci nutno provádět chirurgickými nástroji z nereza-vějící ocele. Ověřili jsme si ale dodatečnými srovnávacími měřeními, že prakticky se kontaminace nástrojová na vzorcích neprojevuje. Daleko závažnějším zdrojem variability se zdá být obsah krve v měřeném vzorku. Tento vliv jsme se snažili potlačit omytím tkáně deionizovanou destilovanou vodou. Perfuze tkáně bohužel nepřichází v úvahu pro nutnost histologické kontroly. Tkáň, připravovanou k ozáření, jsme zbavovali obsahu vody lyofilizací za nízkých teplot. Při této operaci nebyla v literatuře pro žádnou tkáň popsána změna v obsahu stopových prvků; zdá se, že je to nejšetrnější z dostupných metod, vhodných k tomuto kroku. Křemenné kyvetky, použité jako obal pro ozařování, byly vymyty postupně HNO_3 a lučavkou královskou. Muselo být použito dostatečně hlubokých ampulí, neboť při zatavování krátkých ampulí se pálením tkáně tato rozkládá a dochází ke ztrátám.

Ozařování vzorků je v našich podmínkách samostatnou, z našeho hlediska neměnitelnou kapitolou. Nemožnost měřit přesně hodnotu toku neutronů se musí obejít současným ozářením anorganických a biologických standardů a následným přepočtem.

Dalším velmi důležitým krokem, tentokrát z hlediska ztrát některých stopových prvků, je zpracování ozářeného materiálu před měřením. Možnosti INAA měřit ozářené vzorky přímo v kyvetách nelze u nás využít pro vysoké nečistoty křemene u nás vyráběného. I v těch nejjednodušších schématech je tudíž nutné vzorky vyjmout a z ampulí smýt v průběhu ozařování vydestilovaný povlak. Zde dochází jednak ke kontaminacím vzorku extrakcí cizích prvků z křemene (arzenem a antimonem) a ke ztrátám, ke kterým může dojít zejména u těkavých prvků při špatném omytí křemenného skla. Zde je nutno brát optimální řešení vzhledem ke stanovovaným prvkům. Při použití dalších kroků, spojených s rozpouštěním tkáně či s jeho úplnou mineralizací v případě použití RNAA dochází k úniku některých prvků, a to

v závislosti na použitém postupu i materiálu. Nám se z několika zkoušených mineralizačních směsí nejvíce osvědčila destrukce kyselinami dusičnou a chloristou. Bohužel i v tomto případě, stejně jako při mineralizaci za horka v ostatních zkoušených směsích minerálních kyselin, částečně sublimuje selen, takže tento poměrně důležitý a zajímavý prvek uvedeným postupem nelze určovat.

Otázka měření spektra záření gama vzorku je otázkou dostupnosti měřicí techniky. V této věci jsme byli limitováni nízkou účinností detektoru. Tento handicap jsme se snažili obejít prodlužováním měřicích časů, což sice mělo vliv na počet změřených vzorků, ale při sledování prvků s dlouhou dobou rozpadu (nejkratší poločas rozpadu má z námi sledovaných prvků rubidium - 18,7 dne) plní tento postup svou funkci - změřit koncentrace sledovaných prvků i na nízkých úrovních.

Vyhodnocování naměřených spekter bylo prováděno přístrojem Ortec 7051 ve spojení s počítačem LSI II/2 programy, dodanými firmou.

Uvedeným optimalisovaným postupem jsme doposud měřili koncentraci zinku, kobaltu, chromu, cesia, skandia, rubidia a železa a v budoucnu jej chceme využít i pro určování dalších prvků, tvořících nuklidy se středně dlouhými poločasy rozpadu.

ZÁKLADNÍ STUDIE VYBRANÝCH STOPOVÝCH PRVKŮ VE ŠTÍTNÉ ŽLÁZE METODOU NAA

Jan Kvíčala, Jiří Havelka, Svatopluk Röhling
Výzkumný ústav endokrinologický, Praha

V posledních letech je značná pozornost věnována možnostem změn metabolismu a tím i hladin stopových prvků v jednotlivých orgánech organismu, postiženého maligním bujením. Kromě obecných vlivů, z nichž nejvýznamnější je zřejmě vztah selenu ke vzniku nádorů v kterékoli tkáni, byly v případech maligní transformace některých tkání pozorovány specifické změny v hladinách určitých stopových prvků, ev. odlišné parametry jejich výskytu a na základě takovýchto pozorování byly i navrženy podpůrné diagnostické testy detekce příslušných druhů neoplasí v případech, odpovídajících pozorovaným změnám prvků či jejich kombinací.

Je ovšem pochopitelné, že pro takové využití změn ve výskytu stopových prvků je nutné znát fyziologická rozmezí výskytu prvků ve sledovaných tkáních a vzájemné relace mezi nimi, tj. celé spektrum sledovaných stopových prvků a jejich vzájemné ovlivňování.

Aplikací NAA na soubor štítných žláz, získaných jako selekční materiál od osob, které netrpěly onemocněními štítné žlázy, jsme získali základní údaje o složení štítných žláz z hlediska obsahu zinku, kobaltu, chromu, cesia, skandia, rubidia a železa.

Vzorky lyofilizované štítné žlázy o hmotnosti 150 - 250 mg byly v zatavených křemenných ampulích ozářeny neutrony v reaktoru VVR-S v režii (celková integrální dávka byla 10^{19} neutronů/cm²) společně s anorganickými a biologickými standardy. Po třech týdnech od ozáření byl materiál mineralizován varem se směsí HNO₃ + HClO₄ a měřen po dobu 6 hodin Ge(Li) detektorem (ÚJV Řež) o aktivním objemu 15 cm³ s účinností 0,7 % a rozlišením 2,5 keV pro ⁶⁰Co (1332 keV). Spektra byla vyhodnocována na vícekanálovém analyzátoru Ortec 7051 s počítačem LSI II/2.

Při statistických výpočtech byly vyloučeny hrubé chyby pokusů použitím testů extrémních odchylek. Z platných získaných parametrů byly vypočteny aritmetické i geometrické průměry, odchylky a mediány pro výše uvedené prvky ve 26 štítných žlázách. Takto získané výsledky byly tabelovány.

Předběžné zjišťování homogenity rozložení jednotlivých prvků ve struktuře štítné žlázy pomocí porovnání variačních koeficientů měření několika částí jedné štítné žlázy s koeficienty, získanými měřením 26 štítných žláz ukazuje na homogenní rozdělení sledovaných stopových prvků ve štítné žláze, s výjimkou zinku. Z nízkého obsahu skandia ve vzorcích (na hranicích detegovatelnosti) vyplývá nepřesnost měření tohoto prvku a tudíž vysoký variační koeficient. Naproti tomu vysoké variační koeficienty (široké rozmezí naměřených hodnot) v sérii štítných žláz ukazují na dosti značné interindividuální rozdíly, takže pro určení fyziologických rozmezí normálů s dostatečně vysokou pravděpodobností výskytu prvku bude zapotřebí ještě dále rozšířit počet naměřených a statisticky zpracovaných štítných žláz.

STANOVENÍ STOP PRVKŮ NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU V MATERIÁLECH S VYSOKÝM OBSAHEM BORU

Jan Kučera, Ladislav Soukal
Ústav jaderného výzkumu, Řež

Bor náleží k několika málo prvkům, jež mají extrémně vysoké účinné absorpční průřezy, σ_a , pro tepelné neutrony a podstatně nižší hodnoty σ_a pro neutrony vyšších energií. Těto vlastnosti lze s výhodou využít v neutronové aktivační analýze (NAA) k selektivní aktivaci nuklidů epitermálními a rychlými neutrony v jaderném reaktoru, což vede k rozšíření palety prvků stanovitelných instrumentální variantou NAA u mnoha typů vzorků. Vysoký obsah boru ve vzorcích analyzovaných metodou NAA však může nepříznivě ovlivnit správnost stanovení prvků, nejsou-li vhodně upraveny podmínky pro aktivaci vzorků a standardů. V této práci byla zkoumána správnost stanovení prvků metodou NAA při stanovení stříbra v modelových vzorcích média primárního okruhu energetických jaderných reaktorů VVER-440 s obsahem boru až 12 g/l a při stanovení 23 minoritních a stopových prvků v referenčním materiálu (RM) pro rentgenfluorescenční analýzu, tvořeného pevným roztokem eutektické směsi 66 % $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ + 34 % LiBO_2 s přidávanými prvky.

První část práce byla součástí studia korozní rychlosti stříbra v modelových podmínkách primárního okruhu, které byly vytvořeny v reaktorové vodní smyčce RVS-3 v reaktoru VVR-S v ÚJV Řež. Cílem bylo přispět k objasnění vzniku radionuklidu $^{110\text{m}}\text{Ag}$, který tvoří značnou část aktivity média primárního okruhu a korozních produktů v energetických reaktorech. Modelové vzorky média o objemu 1 ml a standard stříbra (100 ng) v roztoku o stejné koncentraci boru jako u vzorků byly zataveny do ampulí z křemenného skla a společně ozářeny 80 hodin v reaktoru VVR-S hustotou toku neutronů $5.10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Po vymírací době 30 dnů bylo ze vzorků a standardů radiochemicky separováno stříbro jako AgCl a jeho aktivita byla měřena HPGe detektorem (rel. účinnost 20 %, rozlišení FWHM 1,8 keV pro ^{60}Co) spojeným s gama-spektrometrickým systémem Nuclear Data 683. Nejvyšší nalezené koncentrace byly 1,5 ng Ag/ml, mez stanovitelnosti pro 2 hodiny měření činila 0,2 ng Ag. Vyhodnocení správnosti stanovení stříbra v závislosti na obsahu boru ve vzorcích a standardech ukázalo vhodnost použitého experimentálního uspořádání.

V druhé části práce byl analyzován RM, připravený tavením eutektické směsi $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ + LiBO_2 dopované známým množstvím celkem 56 prvků, s cílem certifikace jejich obsahů z výsledků kruhových analýz. Vzorky ve formě prášku o hmotnosti cca 100 mg byly pro instrumentální neutronovou aktivační analýzu (INAA) zataveny do ampulí z křemenného skla, stejně jako standardy, připravené smíšením známých množství prvků ve formě definovaných sloučenin nebo minimálního množství roztoků se 100 mg čisté lithnaboritanové eutektické směsi. Po krátkodobém ozařování (1 min) pneumatickou potrubní poštou v reaktoru VVR-S byly gama-spektrometrickým měřením po vymírací době 30 minut stanoveny prvky Ba, In, Mn, U, po vymírací

době 20 hodin prvky As, Br, Ga, La, Na, Sb, Sm, W a po dlouhodobém ozařování (10 hod) a vymírací době 20 dnů byly stanoveny prvky Ag, Ba, Ce, Co, Cr, Cs, Hf, Ni, Sb, Sc, Ta, Tb a Th. Spektra záření gama byla měřena Ge(Li) detektorem (rel. účinnost 5 %, rozlišení FWHM 2,5 keV pro ^{60}Co) spojeným s gama-spektrometrem Plurimat 20. Výsledky stanovení prvků byly ve velmi dobré shodě s očekávaným obsahem prvků, u nichž nebylo nebezpečí změny výchozí koncentrace při tavení eutektické směsi metaboritanu a tetraboritanu lithného, i s výsledky většiny jiných analytických metod. Byla opět prokázána správnost použitého postupu INAA pro analýzu materiálů s vysokým obsahem boru.

STANOVENÍ MALÝCH MNOŽSTVÍ ZLATA V PLATINĚ NAA

Dalibor Tluchoň, Václav Jiránek, Miloš Janů, Miroslav Hošpes
Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

K zajištění funkce mikroelektronických součástek se používá metalizace vysoce čistými kovy - zvláště platinou. Přítomnost celé řady kontaminantů ovlivňuje parametry hotových součástí; z toho hlediska je nebezpečným kontaminantem zlato. Stanovení zlata v matrici platiny metodou INAA je obtížné. Jediná analytická linka ^{198}Au (411,8 keV) je rušena linkou 409,5 keV (^{191}Pt). Pro řešení této interference bylo vyzkoušeno několik postupů :

- 1) rozklad multipletu,
- 2) opakované měření součtového píku a jeho rozklad na základě rozdílnosti poločasů,
- 3) odečet interferujícího píku matrice ^{191}Pt .

V práci je provedeno srovnání jednotlivých postupů z hlediska přesnosti a meze detegovatelnosti.

SLEDOVÁNÍ HORIZONTÁLNÍHO A VERTIKÁLNÍHO ROZLOŽENÍ NĚKTERÝCH DOPANTŮ V KŘEMÍKOVÝCH DESTIČKÁCH METODOU INAA

Miloš Janů, Bohumil Štverák, Jan Kopejtko
Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

Sledování vertikálního rozložení dopantů při výrobě polovodičových součástek se v převážné míře používá elektrických metod (např. metoda šíření odporu). Tato metoda umožní sledování elektricky aktivních příměsí, ale neumožňuje stanovení elektricky neaktivních atomů dopantu, dále neumožní zjištění segregace dopantů mezi objemem a povrchem (sledování nezadifundované části dopantů) a sledování horizontální homogenity. Z těchto důvodů byla vypracována metoda s využitím NAA, která umožňuje v současnosti s kontaktní autoradiografií stanovit koncentraci v závislosti na hloubce (profil difúze) a sledovat homogenitu dopantu. V metodě se využívá chemického opracování polovodičového materiálu (křemíku) pomocí planparalelního oleptání a stanovení dopantu v těchto odleptaných vrstvách.

Metoda umožňuje sledovat segregaci dopantů mezi tenkými vrstvami na povrchu (např. nativním oxidem, vrstvou Si_3N_4 , SiO_2) a objemem, dále rozložení v závislosti na hloubce a sledovat horizontální homogenitu dopantu i případné poruchy vzniklé při fotolitografii.

V příspěvku budou diskutovány výsledky stanovení pomocí této metody a srovnány se standardním stanovením difúzních profilů pomocí metody měření odporu. Dále jsou uvedeny ukázky autoradiogramů rozložení dopantů.

BIOGEOCHEMICKÁ INTERPRETACE VÝSLEKŮ PODROBNÉHO STUDIA OBSAHŮ MIKROPRVKŮ VE VYŠŠÍCH HOUBÁCH METODOU INAA

Zdeněk Řanda

Radiochemická laboratoř Ústavu nerostných surovin, Kutná Hora

Metoda INAA byla použita k analýze 94 sušin vzorků 51 druhů vyšších hub a ve zvolené fónové oblasti s podložím z algonkických břidlic též i k analýze několika symbiotických stromů, humusu a podložní horniny. Vzorky byly sbírány z celé řady lokalit Čech včetně míst s výraznou polymetalickou mineralizací. Bylo zjištěno, že řada rodů hub je výrazným kumulátorem některých prvků, jako například *Boletus edulis* váže Se, *Amanita* Cl, Br, Ag, *Amanita muscaria* navíc V, *Agaricus* Cu, As, Se, Ag, Cd, Sb a Au, *Hygrophorus russula* Br, *Inocybe* Cd, *Tricholoma* Ag, řada rodů Rb a Cs, *Mycena* a *Phallus* Fe, *Lanngermania gigantea* As, Se, Ag, Cd, Au a Hg a podobně. Ve srovnání se zelenými rostlinami dochází u hub k výrazně vyšší kumulaci řady těžkých kovů (např. *Agaricus xanthoderma* z oblasti Kutné Hory, kde je Zn Cu (Ag) (Pb) mineralizace rul, obsahuje v sušině 1020 ppm Ag, 26 ppm As, 30 ppm Cd). Této skutečnosti by bylo možno využít při biochemické prospekci některých těžkých kovů.

Jaroslav Frána, Antonín Maštálka
Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Cílem práce bylo nedestruktivní stanovení prvků v barvách, použitých na portrétu Ibrahima Ádila Šáha z Džahángírova alba (ze sbírek Náprstkovy muzea v Praze). Toto zkoumání mělo objasnit složení barviv a případně určit, zda některé části obrazu nemají rozdílný původ.

K buzení čar charakteristického záření byl použit izotopový zdroj ^{241}Am prstencového tvaru. K detekci byl použit Si(Li) detektor s rozlišením 180 eV, umístěný v ose zdroje. Clonou vymezená ploška na obraze, pozorovaná detektorem, měla průměr 2,5 mm. Měřená spektra byla ukládána do počítače a z nich pak hromadně vyhodnocovány intenzity čar pro jednotlivé prvky. Celý systém umožňoval detekci prvků od chromu výše s obsahem v povrchové vrstvě větším než 1 %. Vyhodnocení bylo komplikováno další malbou na odvrácené straně papíru.

Jako podstatné součásti barev byly nalezeny olovo, měď, arzen a zlato, v menší míře stříbro, železo a rtuť. Další prvky těžší chromu nebyly nalezeny. Zlaté partie jsou tvořeny kovovou fólií a případně tónovány jemným nánosem jiných barev do hnědavých nebo zelenavých odstínů. Všechna zeleň obsahovala měď. Olovo se vyskytuje jako červeně a běloba; jako běloba je zřejmě krycím základem, který je pro některé barevné odstíny tónován organickými barvivy (sytě žlutá, fialová, modrá, pleťové a hnědé barvy). Arzen se vyskytuje v okrově žluté barvě, příp. v kombinaci s černí nebo měděnou zelení. Železo jen ve slabém zastoupení je součástí pleťových a hnědých tónů a vyskytuje se i v několika drobných sytě hnědočervených ploškách. Stříbro je obsaženo v šedomodré hmotě, použité na výzdobu zlatých partií šatů a pro stínování větví keřů. Rtuť je v mnoha drobných růžových až červených ploškách a také ve fialové barvě jednoho z šatů. Jasná modř je jen na nepatrných ploškách a podobně jako sytá černě nevykazuje žádný z měřitelných prvků.

Z výsledků se zdá pravděpodobné, že některé části nepocházejí z původní dílny, poněvadž opticky stejný fialový odstín v jedné části obrazu obsahuje jako důležitou složku rtuť, zatímco v jiné části obsažena není. Podobná je situace se stříbrem, obsaženým nebo neobsaženým ve výzdobě zlatých ploch. Názor o různém původu podporuje i pozorovaná rozdílná tloušťka nanášených vrstev barev.

POUŽITÍ RADIOANALYTICKÝCH METOD PŘI TERÉNNÍM I LABORATORNÍM VÝZKUMU SLOŽENÍ HLUBOKOMOŘSKÝCH SEDIMENTŮ

Jan Jenk, Zdeněk Řanda

Ústav nerostných surovin, Kutná Hora

Při výzkumu železomanganových konkrací a hlubokomořských sedimentů bylo třeba vyvinout radioanalytické metody na sledování látkového složení těchto materiálů. Jednalo se o laboratorní analytické postupy i o jejich terénní aplikace, umožňující expresní stanovení nejdůležitějších složek konkrací i sedimentů přímo na palubě expedičních lodí. K multielementním analýzám v radiochemické laboratoři byly použity jednak instrumentální metody aktivační (neutronová i gama) a jednak metoda rentgenfluorescenční s polovodičovými detektory používající k výpočtům základní fyzikální parametry. Pro expresní analýzy byla zvolena radionuklidová rentgenfluorescenční metoda se selekcí jednotlivých analytických linek Rossovyými filtry, pomocí které lze v obou typech zkoumaných materiálů stanovit mangan, železo, nikl a měď.

Dále jsou popsány, zhodnoceny a porovnány všechny uvedené metody z hlediska jejich použitelnosti pro tuto konkrétní aplikaci.

VYUŽITÍ RADIOAKTIVNÍCH INDIKÁTORŮ PŘI STUDIU KONTINUÁLNÍHO LITÍ OCELI

Jiří Mayer, Jaromír Hons, Libor Mrázek
Výzkumný ústav hutnictví železa, Dobrá

Znalost procesu krystalizace a tuhnutí oceli se stává mimořádně významnou při zavádění moderních metod výroby v hutnictví železa. Spolehlivé informace o průběhu krystalizace a o délce a tvaru tekutého jádra v plynule taženém slitku jsou důležité pro provozní metalurgii z hlediska optimalizace procesu plynulého lití a zavádění nových technologických postupů.

Za účelem vypracování metodiky vhodné pro stanovení hloubky tekutého jádra byly ověřovány dva způsoby radioaktivního značení slitku na zařízeních pro plynulé lití radiálního a vertikálního typu :

- a) radionuklidy ^{46}Sc , ^{60}Co , $^{110\text{m}}\text{Ag}$, ^{181}Hf a ^{182}Ta ve formě bodových zářičů v pouzdech z těžkovytavitelných kovů se zavádějí do tekuté oceli a jejich pohyb a roz-
místění ve slitku se sleduje spektrometrickou metodou,
- b) olovený váleček homogenně značený radionuklidem ^{124}Sb se zavede do tekuté oceli a rozložení značeného olova ve vrcholu segregáčního kužele se hodnotí autoradiografickou metodou.

V průběhu experimentální tavby procházel slitek značený uvedenými radionuklidy křem dvou scintilačních sond s NaI(Tl) detektory propojených s měřicími soupravami NZQ 713-T a NZQ 727-T, analogový výstup z měřiče četnosti byl graficky plynule registrován dvoustupým zapisovačem. Znalost rychlosti posuvu slitku a skutečného času průchodu zářiče okolo detektorů umožnila výpočet hloubky pádu jednotlivých zářičů.

Části slitku obsahující použité radionuklidy byly po dělení proměřeny scintilačním NaI(Tl) detektorem s použitím oloveného kolimátoru. V místech výskytu jednotlivých zářičů a z míst se zvýšenou aktivitou byly odebrány vzorky slitku. Z těchto byly v mechanických dílnách připraveny podélné a příčné řezy, ze kterých byly pořízeny autoradiogramy na materiál Agfa Structurix D7P a fotografická dokumentace.

Na základě vyhodnocených autoradiogramů byly z vybraných míst slitku vrtáním připraveny vzorky oceli pro spektrometrická měření na systému s polovodičovým Ge(Li) detektorem a mnohakanálovým analyzátozem TN-4500. Výsledky měření umožnily spolehlivě identifikovat použité radionuklidy a ve spojení s analýzou autoradiogramů semikvantitativně určit jejich koncentraci.

Metodou stanovení hloubky a tvaru tekutého jádra kontislitku pomocí olova značeného radionuklidem ^{124}Sb lze použít pro radiální (stanovena hodnota délky 706 cm příp. 771 cm) i vertikální (1230 cm příp. 1240 cm) typ zařízení pro plynulé odlévání. Konec segregáčního kužele lze z autoradiogramů určit přímo nebo aproximací z tvaru tekutého jádra. Metoda však vyžaduje přibližnou znalost hloubky jádra a je časově i materiálově velmi náročná.

Způsob stanovení hloubky tekutého jádra pomocí zářičů umístěných v pouzdrech z těžkotavitelných kovů nespĺnil očekávání, i když detekce zářičů při průchodu okolo sond je relativně snadná. Vzdálenost zachycení zapouzdřených zářičů od konce segregáčního kužele není konstantní a nemůže sloužit jako směrodatný údaj o délce tekuté fáze ve slitku.

Provozní pokusy prokázaly, že nejvhodnějším způsobem pro stanovení hloubky tekutého jádra je kombinace obou popsaných metod značení. Přesnou polohu zářiče lze určit pomocí vnějších detektorů a skutečnou hloubku tekutého jádra stanovit na základě analýzy autoradiogramů několika řezů slitku provedených v blízkosti zachyceného zářiče.

VYUŽITÍ SPEKTROMETRIE ZÁŘENÍ GAMA PŘI SLEDOVÁNÍ CHLORACE KARBIDU TANTALU

Miloš Vaníček. Jirí Mayer

Výzkumný ústav hutnictví železa, Dobruška

Zvyšování technické a ekonomické úrovně výroby, urychlení inovačních procesů na základě nových vědeckotechnických poznatků a v neposlední řadě i racionálnější využívání materiálových a energetických zdrojů se projevuje mimo jiné i v stále stoupajících požadavcích na jakost kovových materiálů. K zdárnému řešení těchto problémů přispívá i získání informací o mikročistotě a fázovém složení oceli.

K izolaci sekundárních fází z ocelí se užívá celá řada separačních technik. Jednou z nich je i metoda přímé chlorace, která slouží především k odstraňování balastních fází (např. karbidů, sulfidů, nitridů apod.) při izolaci oxidických vměstků ze základní kovové matrice. Znalost průběhu a optimalizace podmínek chlorace při izolačním procesu je důležitým faktorem. Tato potřeba vedla k realizaci experimentu využívajícího radioaktivních indikátorů ke sledování průběhu chlorace karbidu tantalu.

Karbid tantalu (kubická, rentgenograficky čistá modifikace) byl aktivován v reaktoru ÚJV po dobu 20 min. za vzniku radionuklidu ^{182}Ta . Aktivovaný materiál byl zředěn v poměru 1 : 3,7 neaktivním karbidem tantalu a z takto získané zhomogenizované směsi byly připraveny standardy i vlastní vzorky pro chloraci. Chlorace vzorků karbidu tantalu byla prováděna na chloračném vakuovém zařízení postupu běžně užívaným při izolaci oxidických vměstků z oceli.

K měření aktivity všech vzorků zpracovaných v průběhu experimentu byla použita metoda spektrometrie záření gama s využitím systému TN 4500 s polovodičovým Ge(Li) detektorem. Spektrometrická měření byla realizována v určitých momentech jednotlivých etap procesu chlorace - vstupní materiál po sušení v horkovzdušné sušárně, izolát po sublimaci a na závěr izolát vyžeháný. Celkem bylo v rámci experimentu provedeno 11 serií chlorací (vždy po čtyřech vzorcích) pro různé teploty (200-500 °C) a časy chlorace (1-5 hodin). Spektrometrická měření byla prováděna vždy 2x. Souběžně s měřením aktivit vzorků bylo prováděno i zjišťování jejich hmotností.

Na základě získaných výsledků byly určeny funkční závislosti stupně zchlorování karbidu tantalu na reakční teplotě a čase chlorace. Získané poznatky přispívají k hlubšímu teoretickému poznání chloračního procesu a prakticky jsou realizovány při optimalizaci procesu izolace nekovových fází z ocelí.

SPEKTROMETRICKÝ MONITOR PLYNNÝCH VÝPUSTÍ Z JADROVEJ ELEKTRÁRNE

Vladimír Kapišovský, Igor Kubík, Štefan Ševečka
Výskumný ústav jadrových elektrární, Jaslovské Bohunice

Zabezpečenie vysokej citlivosti monitorovania rádiojódu a vzácnych plynov vo výpustiach z ventilačného komína jadrovej elektrárne je možné s využitím kumulatívnej metódy, čiže záchytu monitorovaných rádionuklidov na sorpčných materiáloch. Zariadenia využívajúce uvedenú metódu boli už v minulosti uvedené do experimentálnej prevádzky. Získané skúsenosti viedli k vytvoreniu nového monitorovacieho systému, ktorý pozostáva z upravených detekčných blokov NE 3502 TESLA a vyhodnocovacej časti zostavenej z jednotiek CAMAC. Jeden merací kanál je použitý pre monitorovanie rádiojódu, druhý pre monitorovanie vzácnych plynov. Pre meranie bola zvolená prstencová geometria, pričom sorpčná náplň sa nachádza vo výmenných kazetách. Signály zo scintilačných detektorov sú vedené na sumačný obvod a na analógovo-číslícový prevodník s triedením spektier do dvoch oblastí inkrementačnej pamäti. Vyhodnocujúci program beží pod operačným systémom reálneho času. Zaisťuje kontinuálne sledovanie koncentrácií ^{131}I , ^{133}Xe , ^{135}Xe a ^{85}Kr vo výpustiach elektrárne. Ďalej kontroluje prekročenie autorizovaných limitov a vyhodnocuje výpuste za 24 hodín. Trendy je možné sledovať v tvare histogramov za uplynulých 24 hodín. Systém poskytuje niektoré služby pre kontrolu činnosti zariadenia a pri jeho nalaďovaní. Ako výstupné zariadenie je použitý displej SM 7202 s pripojenou mozaikovou tlačiarňou.

^{110m}Ag V CHLADIVU PRIMÁRNÍHO OKRUHU JADERNÉ ELEKTRÁRNY TYPU VVER-440

Jana Burclová, Jozef Beňa, Vladimír Pokorný
Výzkumný ústav jadrových elektrární, Jaslovské Bohunice

Otakar Bárta
Ústav jaderného výzkumu, Řež

Při sledování transportu korozních produktů v primárním okruhu byly v případě ^{110m}Ag zjištěny oproti ostatním korozním produktům anomálie v chování (jiná kinetika uvolňování, tvorba koloidů). Výskyt a rozložení ^{110m}Ag na povrchích zařízení primárního okruhu ukazuje, že vyšší aktivity jsou na chladnějším povrchu; rozpustnost sloučenin stříbra je pravděpodobně opačně teplotně závislá než rozpustnost magnetitu.

Rozložení stříbra po hloubce korozní vrstvy ukazuje na významnou roli přechodových režimů při transportu ^{110m}Ag .

Vzhledem na převážný výskyt stříbra v koloidní formě představuje ^{110m}Ag radiologicky významný nuklid, přítomný v období revize a výměny paliva v aerosolech v provozních prostorech.

Pro určení možného zdroje stříbra na JE byla stanovována analytická koncentrace stříbra v chladiivu resp. v korozních produktech. Orientační koncentrace Ag^+ byla určena na základě stanovení jodu ve formě jodidů ve vzorcích chladiiva, při vlastním analytickém stanovení stříbra byla využita extrakce stříbra dithizonem.

KONCENTROVÁNÍ A SEPARACE VYBRANÝCH RADIONUKLIDŮ ZE VZORKŮ VOD SPOLEČNÝM SRÁŽENÍM

Mojmír Obdržálek

Ústav krajinné ekologie ČSAV, České Budějovice

Jozefa Líšková, Stanislav Janečka, Ondřej Slávik

Výzkumný ústav jadrových elektrární, Jaslovské Bohunice

V souvislosti s využitím jaderné energie je potřebné sledovat úroveň radioaktivity v hydrosféře, zejména ve vodách přímo ovlivňovaných provozem jaderných elektráren. Obsah radionuklidů ve vodách je obvykle velmi nízký, proto je třeba analyzovat velkoobjemové vzorky, řádově 10 - 100 l. Pro tento účel byly upraveny srážecí metody stanovení vybraných radionuklidů v mořské vodě [1, 2] tak, aby bylo možné stanovit nejvýznamnější dlouhodobé radionuklidy ^{90}Sr , ^{137}Cs a ^{60}Co ve vodách ovlivněných provozem jaderných elektráren [3]. Srážecí postup byl dále rozšířen i na mangan a stříbro, tj. tak, aby byl použitelný i pro ^{54}Mn a $^{110\text{m}}\text{Ag}$, jejichž stanovení může být aktuální.

Princip - radionuklidy se srážejí spolu se svými nosiči a směsná sraženina se po oddělení dále zpracovává. Sr a Mn se srážejí jako uhličitany, Cs a Co ve formě směsných hexakynoželeznanů a Ag jako chlorid, přičemž se využívá spolupůsobení $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Radiostopovací technikou byla odzkoušena řada postupů společného srážení Sr, Mn, Cs a Co v základní modifikaci - tj. bez přídavku stříbra - a také s přídavkem stříbra. Sr, Mn, Cs, Co a Fe se přidávají v roztoku ve formě chloridů nebo dusičnanů, Ag ve formě dusičnanu.

Jako nejvýhodnější se ukázal tento postup, uvedeny jsou přídavky činidel na 1 l vzorku, při analýze jiných objemů se množství použitých činidel úměrně zvětší nebo zmenší :

2,5 ml 4 M HNO_3 + 10 mg Sr^{2+} + 10 mg Mn^{2+} + 5 mg Cs^+ + 15 mg Co^{2+} + etalonový roztok radionuklidu (+ 10 mg Ag^+) + 5 mg Fe^{3+} + 5 ml 1 M CaCl_2 + 5 ml 0,4 M $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ + 5 ml 1,6 M Na_2CO_3 , 2 hodiny stání + 12 g krystalové sody - obchodní preparát na praní, přidává se po rozpuštění v malém množství vzorku za tepla. Po přídavku každého činidla se vzorek důkladně zamíchá.

Postup byl vypracován na vzorcích destilované vody a ověřen rovněž radiostopovací technikou na vzorcích pitných a povrchových vod. V destilované vodě, v pitné vodě z Jaslovských Bohunic a v povrchových vodách odebraných z odpadního kanálu, který vede z areálu jaderných elektráren v Jaslovských Bohunicích a ústí do Dudváhu a z řek Dudváh, Váh, Žitava, Hron, Vltava a Jihlava se výtěžek srážení Sr, Mn, Cs a Co pohyboval od 93 do 98 %, přičemž přídavek stříbra zlepšoval sedimentaci sraženiny. V pitné vodě z Třnava a z obce Kočín v okrese Třnava přídavek stříbra zvyšoval výtěžek srážení z 90 % na 97 % a rovněž zlepšoval sedimentaci sraženiny. Výtěžek srážení stříbra nebyl zjišťován, vzhledem k nerozpustnosti

AgCl lze předpokládat, že bude prakticky kvantitativní.

Po usazení sraženiny na dně nádoby lze většinu roztoku nad sraženinou slít nebo odtáhnout a sraženinu od zbytku roztoku oddělit filtrací, centrifugací, nebo odpařením. Tento postup lze využít při velkoobjemové analýze [3].

Literatura :

- [1] Ivanova, L.M. : Radiochimija 5 (1967) 622
- [2] Čumičev, V.B. - Škuro, V.N. : Metodika radiochimičeskogo analiza stroncija - 90, cezija - 137, kobalta - 60, cinka - 65 iz odnoj proby morskoy vody. Soobščeniye na zasedanii grupy SEV. Nepublikované materiály.
- [3] Slávik, O. a kol. : Vyhodnotenie a analýza radiačnej situácie na JE a v okolí, záverečná správa k riešeniu úlohy A 01 - 125 - 107/ 05.01.04. Správa VÚJE č. 98/84, Jaslovské Bohunice 1984.

VÝPOČET ÚČINNOSTI POLOVODIČOVÉHO DETEKTORU ZÁŘENÍ GAMA PŘI MONITOROVÁNÍ AKTIVITY MÉDIA PROTÉKAJÍCÍHO VÁLCOVÝM POTRUBÍM

Tomáš Bouda

VZUP, k.p., Výzkumný a vývojový ústav, Stráž pod Ralskem

Provozní aplikace polovodičové gamaspektrometrie (radiální kontrola v jaderné energetice, řízení procesu zpracování uranových rud) vyžadují účinnostní kalibraci detektoru pro různé podmínky měření, jak z hlediska složení matrice vzorku, tak z hlediska geometrického uspořádání "měřené médium - detektor". V praxi však není možné zhotovit etalony pro všechny možné případy. Cílem práce bylo vyvinout postup výpočtu detekční účinnosti nejčastějšího případu, kdy je osa detektoru kolmá na osu monitorovaného potrubí, kterým prochází měřené médium (roztoky, rmuty, plyny).

Výpočet absolutní píkové účinnosti E_p nebyl prováděn přímo, ale prostřednictvím celkové účinnosti E_t , která byla počítána simulační metodou Monte Carlo. Účinnost E_t vyjadřuje pravděpodobnost toho, že emitované kvantum gama dopadne na citlivý objem detektoru (zohlednění geometrického uspořádání a absorbce ve všech prostředích mezi bodem emise a místem dopadu na detektor) a že v tomto objemu dojde k jakékoliv interakci spojené se změnou energie kvanta (zohledněna odezva detektoru). Veličina E_t není sice přímo měřitelná, ale lze ji poměrně snadno vyčíslit i na malém počítači, pokud známe hodnoty lineárního součinitele zeslabení dané linie gama (bez započtení koherentního rozptylu). Účinnost E_p je úměrná E_t . Za předpokladu, že koeficient úměrnosti nezávisí na geometrickém uspořádání "zdroj - detektor", lze z vypočtených hodnot E_t snadno určovat hodnoty E_p , známe-li hodnotu E_p alespoň pro jednu soustavu. Algoritmus výpočtu E_t zahrnuje: generování náhodného místa emise v objemu vzorku - generování směru emise kvanta (generuje se v takovém prostorovém úhlu, při kterém lze očekávat dopad na detektor) - výpočet drah, které kvantum urazí v jednotlivých prostředích (s výhodou je použito sférických souřadnic) - výpočet pravděpodobnosti, že kvantum nebude absorbováno a že dopadne na detektor - výpočet pravděpodobnosti interakce v objemu detektoru; získané dílčí pravděpodobnosti se průměrují pro velký počet aktů emise a tím se získá hodnota E_t .

Výpočty byly prováděny na počítači PDP-11/34a (DEC, USA) programem CYLMC napsaném v jazyku FORTRAN IV. Doba výpočtu pro 100000 simulačních aktů činila cca 2000 s (pro jednu energii). Chyba E_t závisí na vzdálenosti mezi trubkou a detektorem a je nepřímo úměrná druhé odmocnině z počtu simulačních aktů. Praktické ověření vyvinutého algoritmu bylo provedeno pomocí dvou válcových modelů obsahujících roztok uranu. Modely byly proměřeny v různých vzdálenostech od detektoru. Byl používán Ge(Li) detektor napojený na gamaspektrometrický systém Jupiter 80 (Canberra, USA). Naměřené četnosti impulsů v píku linie 1001,4 keV (emitované ^{234m}Pa , dceřiným produktem ^{238}U) velmi dobře odpovídaly vypočteným hodnotám. V práci jsou

prezentovány též výsledky některých modelových výpočtů, které měly ocenit závislost měřené četnosti impulsů na délce potrubí, na vzdálenosti od detektoru, na výšce hladiny v potrubí. Souhlas naměřených a vypočtených hodnot potvrdil, že je prakticky splněn předpoklad o nezávislosti koeficientu úměrnosti mezi E_p a E_t na geometrickém uspořádání.

Vyvinutá metodika umožňuje výpočet píkovej detekční účinnosti E_p libovolné soustavy "detektor - válcové potrubí", známe-li účinnost E_p alespoň pro jedné geometrické uspořádání (např. pro bodový zářič). Algoritmus lze snadno modifikovat pro jiné geometrické tvary měřeného média.

TESTOVÁNÍ TECHNICKÝCH PARAMETRŮ POLOVODIČOVÝCH PLANÁRNÍCH DETEKTORŮ

Jaroslav Benada, Jaromír Špaček
Ústav nerostných surovin, Kutná Hora

Pro spektrometrická měření v oblasti rentgenového záření a měkkého záření gama se ve velké míře používají polovodičové planární detektory a neustále se rozšiřuje okruh jejich uživatelů. Vzhledem k tomu, že zakoupení polovodičového detektoru je nákladnou záležitostí (cca 150 - 250 tisíc Kčs), je vhodné, aby se uživatel přesvědčil o jeho kvalitě kontrolou parametrů udávaných výrobcem. Z těchto parametrů se obvykle ověřuje energetická rozlišovací schopnost (FWHM), zatímco hodnoty dalších parametrů se s důvěrou přijímají.

Pro ověření parametrů udávaných výrobcem a dalších vlastností jsme provedli detailní proměření čtyř Si(Li) a tří HPGe planárních detektorů od výrobců Canberra, PGI a ÚJV Řež.

Pomocí úzkých kolimovaných svazků záření radionuklidů ^{55}Fe , ^{109}Cd a ^{241}Am byly sledovány následující charakteristiky:

- rozlišovací schopnost
- velikost, symetrie a tvar aktivní plochy detektoru a jeho homogenita
- tloušťka citlivé oblasti
- tloušťka mrtvé vrstvy a vstupního beryliového okénka
- závislost spektrometrických vlastností na vloženém vysokém napětí.

Pomocí širokých svazků záření těchto radionuklidů byly dále sledovány sumární charakteristiky :

- přítomnost pík charakteristického rentgenového záření prvků z konstrukčních materiálů
- celková detekční a spektrometrická účinnost.

Získané výsledky nám umožnily přesvědčit se o správnosti výrobcem udávaných parametrů a objektivně posoudit kvalitu měřených detektorů.

GRAFICKÉ PROSTRIEDKY PRE SPEKTROMETRIU NA BÁZI POČÍTAČA SM 4-20

Ondrej Jančík, Vladimír Kapišovský, Jozef Beňa
Výskumný ústav jadrových elektrární, Jaslovské Bohunice

Cieľom práce bolo vytvoriť na počítači SM 4-20 prostriedky pre zobrazovanie a manipuláciu so spektrami, ktoré do počítača môžu byť zavedené z rozličných zdrojov, napr. z distančného spektrometra, lokálneho spektrometra v systéme CAMAC alebo ľubovoľného spektrometrického systému, prípadne pamäťového média. Použitie technické prostriedky pozostávajú z rámu CAMAC riadeného jednotkou NL 2106, farebného monitora MC- 6-A-RGB a riadiacej jednotky monitora CAM 3.10-11. Základnými vlastnosťami zobrazovacieho systému je rozlíšenie 256 x 512 bodov, 8 farieb, možnosť zobrazenia dvoch histogramov v bodovom alebo čiarovom tvare, zobrazenie textovej alebo semigrafickej informácie v rastrí 32 x 64 znakov. Interakcia s operátorom prebieha prostredníctvom konzoly SM 7202. Predvídaná je možnosť interakcie pomocou špeciálnej funkčnej klávesnice. Programové vybavenie bolo realizované pod operačným systémom DOS RV-V2.

SPEKTROMETRIE ZÁŘENÍ GAMA PŘI VYSOKÝCH ČETNOSTECH MĚŘENÍ

Ivan Obrusník, Zbyněk Horák
Ústav jaderného výzkumu, Řež

Při gamaspektrometrických měřeních za velmi vysokých četností je obtížné správně korigovat ztráty impulsů způsobené mrtvou dobou systému i efektem nakupe- ní impulsů. Proto byly podrobněji zkoumány možnosti spektrometrie záření gama za takovýchto podmínek s použitím nového spektrometru firmy Nuclear Data.

Použitý gamaspektrometrický systém se skládal z koaxiálního HP Ge detektoru (Princeton Gamma Tech.) s předzesilovačem, tvarovacího zesilovače Ortec 673 s hrad- lovaným integrátorem a pile-up rejectorem, 400 MHz konvertoru Enertec 7166 a z mno- hokanálového analyzátoru ND66 (Nuclear Data), vybaveného možností přičítání více impulsů najednou (add- N -option). Mezi zesilovač a konvertor byl zařazen speciál- ní NIM modul ND599 (Nuclear Data) pro "bezztrátové" měření (LFC) navržený Westpha- lem [1], který pracuje na principu virtuálního pulsního generátoru.

Při použití tvarování zesilovače 0.25 μ s (hradlovaný integrátor) je možné s uvedeným systémem měřit spektra gama až do integrálních četností ca 100 000 imp/s. Spektra záření gama a především správnost určení ploch píků byla sledována násle- dujícím experimentem. Referenční zářič ^{88}Y (energie 1836 keV) s integrální četnos- tí ca 700 imp/s byl měřen (vždy třikrát po 20 min) za postupně se zvyšující mrtvé doby systému tak, že se celková integrální četnost měnila v rozsahu 700 až 100 000 imp/s. Četnost byla zvyšována postupným přibližováním silného zářiče ^{60}Co . Pokus ukázal, že v uvedeném rozsahu četností nebyla zjištěna odchylka plochy píku referenčního zářiče od správné hodnoty vyšší než 2 % (plocha píku byla 46 000 im- pulsů). I když využití hradlovaného integrátoru dává o něco horší rozlišení než použití běžného tvarování, nezávisí toto rozlišení prakticky na četnosti. Rovněž nedošlo za podmínek experimentu k posunu polohy referenční linky. S rostoucí čet- ností měření však poněkud vzrůstá statistická chyba měření, což je v soulase s teorií "bezztrátového" měření podle Westphala.

Použitý spektrometr záření gama s LFC modulem tedy umožňuje správné měření spekter záření gama (určení ploch linek) za vysokých četností měření a to i při měnící se mrtvé době měření. Využití spektrometru tohoto typu může přinést výhody v řadě aplikací např. v metodě NAA (především s využitím krátkodobých radionukli- dů) a všude tam, kde je třeba měřit spektra záření gama za vysokých a měnících se četností měření.

Literatura :

[1] G.P. Westphal, J. Radioanal. Chem. 70(1982) 387

OPTIMALIZACE PROGRAMOVÉHO VYBAVENÍ GAMASPEKTROMETRICKÉHO SYSTÉMU NUCLEAR DATA

Jiří Faltejsek, Zbyněk Horák, Jan Kučera, Ivan Obrušník
Ústav jaderného výzkumu, Řež

Základem programového vybavení gamaspektrometrického systému firmy Nuclear Data (ND) řízeného počítačem PDP 11/34A s operačním systémem RSX 11M v.4.1 jsou soubory programů BASIC ANALYSER, PEAK ANALYSIS, NAA ANALYSIS, NID ANALYSIS a PLDT.

Úpravy programového vybavení byly zaměřeny na usnadnění obsluhy systému a snížení nároků na paměť při vyhodnocování měření uchováváním pracovních souborů s mezivýsledky místo souborů určených pro tisk.

V souboru programů BASIC ANALYSER, který je určen pro nastavení parametrů a pro základní operace se zapsaným spektrem, byl rozšířen program PARS (určený pro zápis, změnu a tisk údajů hlavičky spektrálního souboru) začleněním programů FWHM (popis rozlišení detektoru) a ENERGY (energetická kalibrace). Program byl dále rozšířen i o možnost zadávat povely z řádku, kterým byl program volán. Stejně byl upraven i program MCACOM zajišťující komunikaci počítače s analyzátozem.

V souboru programů PEAK ANALYSIS, který je určen pro vyhledávání píků ve spektru, byl rozšířen výstup základního programu PEAK o zápis redukované hlavičky se jménem souboru, kde je uloženo spektrum, začátkem a dobou měření.

V souboru programů NAA ANALYSIS určeném pro výpočet výsledků neutronové aktivační analýzy byl rozšířen program NAPARS, který umožňuje zadávání parametrů pro výpočet, o možnost zadávání hodnot energií gama-linek analyzovaných nuklidů a jejich poločasů z knihovny. Další úpravy umožnily použít archivovaných pracovních souborů. Proto byly upraveny řídicí programy START a NEXT tak, aby bylo zajištěno správné přiřazování souborů logickým jednotkám při výpočtu. Zároveň byly sestaveny nepřímé povelové soubory zajišťující správné přiřazení a pojmenování souborů i testování existence pracovních souborů. Pro zkrácení výpisu výsledků byl sestaven program SUMTAB, který vytiskne výsledky do přehledné tabulky.

Navržené změny umožňují ušetřit při archivaci pracovních souborů přibližně 50 % paměti proti archivaci původních výstupních souborů. Dále umožňují převést časově nejnáročnější program PEAK mimo sekvenci programu při výpočtu NAA, nejčastěji přímo k zápisu spektra.

STANOVENÍ KOREKCE PRO SKUTEČNÉ SUMACE PŘI SPEKTROMETRICKÝCH MĚŘENÍCH METODOU MONTE CARLO

Pavel Dryák, Petr Kovář, Ladislav Kokta
Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

Při spektrometrických měřeních záření emitovaného radionuklidu se složitějším rozpadovým schématem dochází ke zmenšení plochy píků totální absorpce m.j. v důsledku současné detekce kaskádních fotonů. Naměřená plocha píku A_s fotonu 1 souvisí se skutečnou plochou A_0 vztahem :

$$A_s = A_0 - A_0 \cdot \eta_{\text{tot}}^{(2)} \cdot p_{12}$$

kde $\eta_{\text{tot}}^{(2)}$ je totální účinnost detekce koincidujícího fotonu 2 a p_{12} je pravděpodobnost koincidenčního vyzáření fotonu 1 a 2. Úhlové korelace nejsou v uvedeném vztahu uvažovány. Koinciduje-li foton 1 s dalšími fotony, je celkové zmenšení plochy A_0 dáno součtem analogických příspěvků každého koincidujícího fotonu.

Veličinu η_{tot} je snadné určit experimentálně. Potíže vznikají při stanovení hodnot p_{12} pro složitější rozpadová schémata. Proto byl v ÚVVVR vypracován program využívající metodu Monte Carlo. Program simuluje statisticky akt rozpadu podle zadaného schématu rozpadu. Výsledkem simulace procesu rozpadu je seznam fotonů imitovaných v průběhu rozpadu. Počet koincidencí je průběžně sumován a slouží ke stanovení hodnot p .

Program bere v úvahu parametry rozpadu dostupné z literárních údajů jako jsou : výtěžky fotonů, syčení hladin dceřinného radionuklidu rozpadem, konverzní koeficienty, emise fotonů X.

Uvedenou metodou byly stanoveny honoty p pro radionuklidy ^{60}Co , ^{59}Fe , ^{152}Eu , $^{166\text{m}}\text{Ho}$, ^{88}Y , ^{133}Ba . Výsledky budou uvedeny.

Z důvodů dosažení statistické směrodatné odchylky důležitých přechodů menší než 1 % bylo zapotřebí simulovat zpravidla $10^5 - 3 \cdot 10^6$ historií podle složitosti rozpadového schématu.

Program byl vypracován v jazyce FORTRAN, výpočet pro jeden radionuklid trval zpravidla 1 - 24 hodin.

VYJÁDŘENÍ FYZIKÁLNÍCH VLASTNOSTÍ LAURENTOVOU ŘADOU ZÍSKANOU LINEÁRNÍ METODOU NEJMENŠÍCH ČTVERCŮ

Pavel Dryák

Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

K vyjádření závislosti nějaké fyzikální veličiny na jiné je často užíván polynom, jehož koeficienty jsou stanoveny metodou nejmenších čtverců a to jako výsledek řešení soustavy lineárních rovnic. Závislost má tvar

$$F/x/ = a_0 + a_1x + a_2x^2 + \dots$$

V příspěvku je vyložena metoda stanovení koeficientů složitější závislosti typu

$$F/x/ = a_{-2} \frac{1}{x^2} + a_{-1} \frac{1}{x} + a_0 + a_1x + a_2x^2 + \dots$$

Jedná se o úsek Laurentovy řady. Je ukázáno, že koeficienty nové řady je možno získat rovněž lineární metodou nejmenších čtverců pouze zobecněním obvyklé metody pro získání koeficientů polynomu. Závislost byla vyzkoušena na příkladu aproximace závislosti energetické kalibrace polovodičového spektrometru tj. polohy píku totální absorpce na energii kalibračních linek.

ZKUŠENOSTI S PROVOZEM MNOHOKANÁLOVÉHO ANALYZÁTORU CANBERRA 90

Petr Kovář, Pavel Dryák, Ladislav Kokta
Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

V roce 1986 byl v ÚVVVR uveden do provozu nový spektrometrický systém, jehož základ tvoří mnohokanálový analyzátor CANBERRA 90. V současné době jsou k dispozici dva konvertory CI 8076, připojením dalších konvertorů je možno v budoucnu měřit až na sedmi nezávislých vstupech. Systém dále obsahuje počítač PDP 11 - MICRO s jednotkou pro 2 floppy disky (2 x 512 kb) a Winchester diskem (31 Mb) a tiskárnu LA 100, kterou lze použít i jako terminál.

Analyzátor CANBERRA 90 má 16 384 kanálů a používá se též jako videoterminál pro počítač PDP 11 - MICRO. Obrazovka je osmibarevná a většina funkcí analyzátoru je ovládána novým způsobem přímo z obrazovky. Popisu analyzátoru a jeho jednotlivých funkcí je věnován předložený příspěvek.

VYHODNOCENÍ SKANOVACÍHO MĚŘENÍ Ge(Li) DETEKTORU SROVNÁNÍM S VÝPOČTEM METODOU MONTE-CARLO

Vladimír Hnatowicz

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Petra Kožárová

Matematicko-fyzikální fakulta UK, Praha

Detekční účinnosti germaniových detektorů záření gama se určují buď experimentálně pomocí vhodných standardů nebo výpočtem. Druhý způsob je možné využít pouze v případě, kdy jsou s dostatečnou přesností známy rozměry a tvar detektoru. Ukazuje se bohužel, že skutečné rozměry a tvar aktivní části detektorů se často značně liší od hodnot udávaných výrobcí. Experimentálně se reálný tvar aktivní části zjišťuje skanováním detektoru v různých směrech úzkým, kolimovaným svazkem záření gama [1]. Interpretace naměřených závislostí odezvy detektoru na poloze resp. směru dopadu skanovacího svazku není zcela jednoznačná vzhledem ke konečným rozměrům skanovacího svazku a složitému mechanismu absorpce záření gama v okrajových částech detektoru.

Skanovací měření na koaxiálních Ge detektorech byla simulována metodou Monte-Carlo s cílem vyjasnit závislost skanovacích diagramů na reálných rozměrech detektoru, průměru skanovacího svazku a energii záření gama. Výpočty byly prováděny upraveným programem [2] v jazyce Fortran pro počítač EC 1040. Výpočet skanovacího diagramu v jednom směru ($E = 316$ keV, 30 bodů, statistická přesnost 5 %) trvá cca 1 min.

Z výpočtů mimo jiné vyplývá, že pro skanovací svazky o průměru 1 - 2 mm leží skutečný okraj aktivní oblasti o 0.3 - 0.5 mm dále od osy detektoru než bod odpočítající polovinu náběhu skanovacího diagramu. Porovnání vypočtených a změřených skanovacích diagramů prokázalo správnost výpočetního postupu. Skutečné rozměry aktivní části detektoru je možné určit opakovaným výpočtem a srovnáním vypočteného a naměřeného skanovacího diagramu. Přitom se parametry detektoru vstupující do výpočtu postupně mění tak, aby se dosáhlo co nejlepší shody mezi výpočtem a měřením. Dosavadní výsledky ukazují, že výpočty metodou Monte-Carlo mohou být velmi užitečným prostředkem pro vyhodnocení skanovacích měření.

Literatura :

- [1] C.Birattari, A.Salomone, Nucl.Instr. and Meth. 174 (1980) 391
- [2] V.Hnatowicz, Nucl.Instr. and Meth. 142 (1977) 403

VPLYV VLASTNOSTÍ NÍZKOPOZAŽOVÝCH TIENIACICH KRYTOV NA RÁDIONUKLIDOVÚ ANALÝZU

Jaroslav Staniček

Katedra jadrovej fyziky, Matematicko-fyzikálna fakulta Univerzity Komenského,
Bratislava

Metodiku merania a experimentálne zariadenia používané vo fyzike nízkych gama-rádioaktivít možno v mnohých prípadoch s úspechom použiť i na rádionuklidovú analýzu.

Napriek lepším vlastnostiam detektorov a lepšej kvalite nízkopozážových gama-spektrometrov používaných vo fyzike nízkych gama-rádioaktivít, mnohé merania nemožno realizovať ak nepoužijeme kvalitný nízkopozážový tieniaci kryt, ktorý potlačí prírodné pozadie na čo najvyššiu mieru. Potlačenie pozadia je dôležité, pretože sledované efekty sú častokrát na úrovni prírodného pozadia. Taktiež presnosť experimentálnych výsledkov závisí okrem použitia kvalitnej detekčnej a výpočtovej techniky aj od úrovne prírodného pozadia.

Na konferenci IAA 84 sme zverejnili základné charakteristiky a tieniace účinky nízkopozážového tieniaceho krytu, ktorý sme vybudovali na našom pracovisku [1].

Potlačenie prírodného pozadia pasívnym tienením pri meraní jednodokryštálovým Ge(Li) spektrometrom sa prejavilo tým, že veľkosti minimálnej merateľnej aktivity (MMA) vypočítané pre tieniaci kryt sú 4 až 5-krát nižšie, než pre nepotlačené pozadie. Nad energiou 2,7 MeV veľkosti MMA určené z meraní mimo krytu a v kryte sú zrovnateľné. Je to spôsobené tým, že v tejto oblasti spektra nie sú už prírodné žiariče.

MMA sa pri danej účinnosti, pozadí a relatívnej štandardnej odchýlke mení v závislosti na celkovej dobe merania. Z časovej závislosti pomeru MMA určených mimo krytu a v kryte jednoznačne vyplýva, že použitie nízkopozážového tieniaceho krytu je veľmi dôležité v experimentoch, ktorých celková doba merania je väčšia než $5 \cdot 10^4$ s. Toto je dôležitý fakt, nakoľko celková doba merania vo väčšine experimentoch fyziky nízkych gama-rádioaktivít je niekoľkonásobne väčšia.

Analýza výsledkov a porovnanie experimentálnych podmienok pri meraniach s nízkopozážovým tieniacim krytom a bez neho jednoznačne ukazujú, že vo fyzike nízkych gama-rádioaktivít nízkopozážový tieniaci kryt experimentálne podmienky merania zlepšuje a teda jeho vlastnosti je veľmi výhodné použiť i pri rádionuklidovej analýze.

LITERATÚRA :

[1] Staniček J. : Súhrny referátov Seminára o inštrumentálnej aktivačnej analýze, IAA 84, Klučenice (1984) 22

MIKROPOČÍTAČ SAPI-1 VE FUNKCI MNOHOKANÁLOVÉHO ANALYZÁTORU IMPULZŮ

Bohdan Špaček

Ústav nerostných surovin, Kutná Hora

Úvodní část referátu se zabývá problematikou použití mnohokanálových analyzátorů impulzů v provozní technické praxi, zejména ve spojitosti s radioizotopovou rentgen-fluorescenční analýzou. Dochází k závěru, že je zapotřebí zajistit cenově dostupné, pro konkrétní aplikace snadno přizpůsobitelné mnohokanálové analyzátory. Ve shodě s obecným trendem ve vývoji těchto analyzátorů je zvažována možnost jejich realizace s použitím mikropočítačové techniky československé výroby. Stručně se popisují vlastnosti mikropočítače SAPI-1, který byl vybrán pro konstrukci. Problematice impulzního analogově-číslíkového převodníku a jeho připojení k SAPI-1 včetně popisu příslušných stykových obvodů je věnována další část textu. Pokračuje se rozбором možností zobrazování měřených a změřených spekter a je popsána deska grafického displeje s rozlišením 512 x 256 bodů, kterou byl mikropočítač pro daný účel doplněn. Závěr je věnován zpracování a výstupu naměřených dat, prezentaci vlastností realizovaného exempláře.

VYHODNOCOVÁNÍ RADIOCHROMATOGRAMŮ NA SAMOČINNÉM POČÍTAČI

Miroslav Hošpes, Vratislav Svoboda, Stanislav Vávra
Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioisotopů, Praha

V příspěvku je popsán současný stav automatického zpracování chromatografických dat samočinným počítačem na odboru analytické chemie v ÚVVVR.

Nejvíce pozornosti je věnováno popisu programu EVAP, jenž numericky vyhodnocuje chromatogramy radioaktivních látek přenesené do počítače způsobem on-line a zaznamenané na některém vnějším paměťovém mediu. Při sestavování tohoto programu bylo hlavním požadavkem, aby program spolehlivě nacházel jakékoliv, tj. i částečně rozlišené píky jako složky multipletů a aby výpočet jejich ploch nebyl podmíněn úspěšností jejich aproximace některou analytickou funkcí.

Výsledky zpracování dat jsou dokumentovány řadou grafických výstupů, které je možno kdykoliv získat spolu se standardními tabulkami nalezených píků a jejich základních parametrů.

Programy jsou užívány pro kontrolu čistoty značených sloučenin, které jsou v ÚVVVR vyráběny.

HODNOCENÍ DDLEHLOSTI MNOHOPARAMETRICKÝCH VÝSLEDKŮ RADIOANALYTICKÝCH METOD

Pavel Podracký

Ústav geologie a geotechniky ČSAV, Praha

Při statistickém zpracování výsledků analýz jedné veličiny poskytují testy významnosti odchytky odlehlé hodnoty od ostatních prvků výběru (např. test Grubbův, Deanův a Dixonův atd.) závažné informace o pravděpodobném výskytu hrubé chyby.

Většina moderních radioanalytických metod poskytuje na výstupu mnohoparametrické výsledky (např. koncentrace řady prvků ve zkoumaném objektu), pro které použití výše uvedených postupů vede ke ztrátě informace.

Navržený postup dovoluje ověřit předpoklad o přítomnosti hrubé chyby v jednotlivém výsledku serie paralelních analýz a zhodnotit význam každého z prvků mnohoparametrického vektoru výsledků pro zjištění odlehlosti.

Kromě kontroly reprodukovatelnosti výsledků používaného metodického postupu analýz lze uvedený postup využít i k výběru optimálních podmínek experimentu.

RADIONUKLIDOVÁ ČISTOTA VYBRANÝCH RADIOFARMAK, DOVÁŽENÝCH OD ČSSR
A VYRÁBĚNÝCH V ÚJV ŘEŽ

Josef Šilar

Ústav biofyziky a nukleární medicíny fakulty všeobecného lékařství UK, Praha

Je provedeno souhrnné hodnocení kvality radiofarmak, vyrobených v r. 1980 - 1985 v ÚJV Řež, z hlediska radionuklidové čistoty.

Jsou uvedeny hodnoty procentuální aktivity kontaminantů- zářičů beta- gama a X, dlouhodobých "čistých" zářičů beta, zářičů s vysokým zastoupením konverzních elektronů a zářičů alfa v radiofarmakách :

^{131}I	-	hippuranu	
$^{113\text{m}}\text{In}$	-	eluátů z izotopových generátorů	^{113}Sn - $^{113\text{m}}\text{In}$
^{67}Ga	-	citrátu	
^{201}Tl	-	chloridu	
^{123}I	-	jodidu sodného a	
$^{99\text{m}}\text{Tc}$	-	technecistanu sodného.	

Výpočet procentuální aktivity kontaminantů- zářičů beta- gama a X byl proveden na základě hodnocení spekter, naměřených pomocí spektrometru se stíněným Ge(Li) detektorem, -"čistých" beta zářičů a zářičů s vysokým zastoupením konverzních elektronů metodou jednorázové filtrace vrstvou 1 mm Al a odečtením spekter, měřených pomocí odparků radiofarmak a stíněného scintilačního detektoru s krystalem $\text{CaF}_2(\text{Eu})$ Ø 25 x 5 mm, -zářičů alfa, měřených pomocí odparků radiofarmak a spektrometru s Si- detektorem s povrchovou barierou nebo se stíněným scintilačním detektorem s krystalem CsI(Tl). Měření byla prováděna při krátkodobých i dlouhodobých prodlevách (až 3 roky) od referenčního data radiofarmak.

Výsledky jsou porovnány s hodnotami procentuální aktivity kontaminantů, stanovených v dovezených radiofarmakách téhož typu z PLR, SSSR a od firmy Amersham Ltd, Anglie. Všechny dosud prověřené dodávky radiofarmak z ÚJV Řež vyhověly požadavkům čs.lékopisu nebo garantovaným hodnotám maximálně přípustné procentuální aktivity kontaminantů v atestech zahraničních výrobců.

ALFASPEKTROMETRICKÉ STANOVENÍ RADONU A THORONU

Antonín Komínek, Jiří Mrnušík
Výzkumný ústav stavebních hmot, Brno

Ke stanovení radioisotopů radonu a jejich dceřiných produktů se využívá řada metod a také řada rozdílných detektorů. Současný rozvoj mikroelektroniky umožňuje využití přenosných 256 kanálových analyzátorů pro kontinuální monitorování některých dceřiných produktů radonu a thoronu v ovzduší, t.j. isotopů polonia s nukleovým číslem 218, 216, 214 a 212 včetně ^{212}Bi pomocí alfaspektrometrie. Jako detektorů se využívá křemíkových polovodičových detektorů s povrchovou bariérou.

K přístrojům tohoto typu patří i "Radon gas analyzer", typ 400, vyráběný firmou EDA Instruments v Torontu, který vedle měření umožňuje i výpis hodnot a signalizaci překročených úrovní ekvivalentní rovnovážné koncentrace radonu a thoronu, eventuelně volného radonu. Přístroj byl použit pro měření ovzduší bytů, laboratoří, společenských místností, sklepů, instalačních šachet i jeskyní, ale je navržen i pro měření exhalace radonu ze vzorku výrobků stavebních hmot. Proti údajům prospectu nedosahuje přesnosti $0,02 \text{ pCi.l}^{-1} \text{ Rn}$ t.j. $0,74 \text{ Bq.m}^{-3}$ a algoritmus výpočtu koncentrace volného thoronu z ThA je v přístroji zrušen, takže RGA 400 koncentraci volného radonu neudává. Pro měření exhalace radonu a thoronu je navržen přístroj podle Thomase, Filgase a Lengera, pracující při stanovení plošné i měrné (hmotnostní) exhalace s vyšší přesností ovšem v diskontinuálním režimu.

STANOVENÍ PŘÍRODNÍ RADIOAKTIVITY STAVEBNÍCH MATERIÁLŮ

Jiří Mrnušík, Antonín Komínek
Výzkumný ústav stavebních hmot, Brno

Měření radioaktivity přírodních stavebních materiálů je nezbytnou součástí prevence a ochrany životního prostředí a prostředí v bytech. Zjišťování aktivity velkého počtu surovin a výrobků se zúčastní řada laboratorů ministerstva stavebnictví, pro něž bude předložen návrh metodiky stanovení ^{40}K , ^{226}Ra , ^{232}Th . Metodika navazuje na polskou směrnici č. 230. Stanovení se provádí v oblasti energií 1,46 MeV pro ^{40}K , 1,764 MeV pro ^{214}Bi , 2,614 MeV pro ^{208}Tl , pro vzorky uzavřené v 0,6 l Marinelliho nádobách s použitím krystalu $\text{NaI}(\text{Tl})$ 3"x3" a mnohokanálového analyzátoru. Bylo použito programovatelného spektrometrického analyzátoru IN 96 8/500 (Intertechnique).

Navržená metodika by měla být závaznou pro měření aktivity stavebních hmot v laboratorích ministerstva stavebnictví.

VYUŽITÍ MIKROPOČÍTAČŮ V RADIONUKLIDOVÉ RENTGENFLUORESCENČNÍ ANALÝZE

Tomáš Čechák, Jaroslav Klusůň

Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, katedra dozimetrie a aplikace ionizujícího záření, Praha

Rozvoj mikropočítačů umožňuje využít této techniky i v radionuklidové rentgenfluorescenční analýze. V analyzátoch vybavených scintilačními nebo proporcionálními detektory se používá lineární nebo exponenciální závislost mezi měřeným signálem a koncentrací stanovovaného prvku.

Použití mikropočítače jako řídicího a výpočetního členu umožňuje naprogramovat šířku intervalů, ve kterých integrujeme měřené spektrum a využít výpočetních postupů umožňujících eliminaci matricového jevu k výpočtu koncentrace stanovovaného prvku.

Je popsáno zařízení pracující na tomto principu, realizované v odd. lékařské elektroniky UK a příklady jeho použití ke stanovení síry v uhlí.