

ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST PŘI ČSAV - 350

ODBORNÁ SKUPINA

INSTRUMENTÁLNÍCH RADIOANALYTICKÝCH METOD

ČESKOSLOVENSKÁ SPOLEČNOST CHEMICKÁ PŘI ČSAV

ODBORNÁ SKUPINA JADERNÉ CHEMIE

souhrny referátů
KONFERENCE
O INSTRUMENTÁLNÍ
AKTIVAČNÍ ANALÝZE

IAA 91

KLUČENICE
3.-7.června 1991

ČESKOSLOVENSKÁ SPEKTROSKOPICKÁ SPOLEČNOST PŘI ČSAV
ODBORNÁ SKUPINA
INSTRUMENTÁLNÍCH RADIOANALYTICKÝCH METOD
ČESKOSLOVENSKÁ SPOLEČNOST CHEMICKÁ PŘI ČSAV
ODBORNÁ SKUPINA JADERNÉ CHEMIE

souhrny referátů
KONFERENCE
O INSTRUMENTÁLNÍ
AKTIVAČNÍ ANALÝZE

IAA 91

KLUČENICE
3. - 7. června 1991

CONTENTS

Vladimír Hnatowicz SOUČASNÉ TRENDY V INSTRUMENTÁLNÍ ULTRASTOPOVÉ ANALÝZE 3
Jaroslav Frána PROGRAM SPDEMOS PRO OSOBNÍ POČÍTAČE K VYHODNOCOVÁNÍ SPEKTER GAMA 4
Václav Jiránek, Bohumil Štverák, Dalibor Tluchoř INSTRUMENTÁLNÍ NEUTRONOVÁ AKTIVAČNÍ ANALÝZA VYBRANÝCH ŽELEZNÝCH PŘEDMĚTŮ Z OBDOBÍ PŘEMYSLOVCŮ 6
Ivan Obrusník, Menno Blaaw, Peter Bode MOŽNOSTI POUŽITÍ KOMPARÁTOROVÉ METODY S K ₀ -FAKTORY V INAA 7
Jiří Faltejsek, Jan Kučera, Radomil Bludský STANOVENÍ NEČISTOT V KŘEMENNÉM SKLE NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU 9
Dalibor Tluchoř, Václav Jiránek INAA NOVÉHO REFERENČNÍHO MATERIÁLU IAEA-155 "WHEY POWDER" 10
Jan Kvičala, J.Havelka, J.Němec, J.Zeman ZMĚNY HLADIN NĚKTERÝCH STOPOVÝCH PRVKŮ URČOVANÝCH NAA VE ŠTÍTNÝCH ŽLÁZÁCH POSTIŽENÝCH NÁDOROVÝM ONEMOCNĚNÍM 11
Jan Kučera, Ladislav Soukal STANOVENÍ As, Cd, Cu, Hg, Mo, Sb a Se V BIOLOGICKÝCH REFERENČNÍCH MATERIÁLECH RADIOCHEMICKOU NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU 13
Otábor Kocman, Jan Kučera, Věra Spěváčková STUDIUM VYLUHOVÁNÍ PRVKŮ Z ELEKTRÁRENSKÝCH POPÍLKŮ NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU A ATOMOVOU ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIÍ 15
Ivan Obrusník, Peter Bode, Menno Blaaw ENAA S VYUŽITÍM MĚŘENÍ STUDNOVÝM Ge(Li) DETEKTOREM 17
Jan Kučera, Anthony R.Byrne, Bořivoj Kracík STANOVENÍ NÍZKÝCH KONCENTRACÍ Ni (a Co) V BIOLOGICKÝCH MATERIÁLECH RADIOCHEMICKOU NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU A RŮZNÝMI ZPŮSOBY GAMA-SPEKTROMETRICKÉHO MĚŘENÍ 18
Jan Kvičala, J.Havelka, V.Zamrazil KORELACE ZMĚN VYBRANÝCH STOPOVÝCH PRVKŮ MĚŘENÝCH NAA A RŮSTOVÉHO HORMONU V SĚRU V PRŮBĚHU ORÁLNÍHO GLUKÓZOVÉHO TOLERANČNÍHO TESTU 20
Jaroslav Frána, Antonín Maštálka PŘEDBĚŽNÉ HODNOCENÍ VÝSLEDKŮ RFA RANĚ STŘEDOVĚKÝCH BRONZOVÝCH KOVÁNÍ Z ČESKOSLOVENSKEHO ÚZEMÍ 21

Vladimír Hnatowicz, Vladimír Havránek, Jiří Kvítek, Ivan Obrusník STANOVENÍ KYSLÍKU V POVRCHOVÝCH VRSTVÁCH PRUŽNÝM ROZPTYLEM PROTONŮ A ČÁSTIC ALFA	25
Ladislav Kocbach, A. Erdal, Jiří Kvítek, Ivan Obrusník, Vladimír Hnatowicz SLEDOVÁNÍ SLOŽENÍ VODY Z ROPNÝCH VRTŮ METODAMI PINNÉ A XRF	27
Jaroslav Frána PROGRAM RFA PRO OSOBNÍ POČÍTAČE K VYHODNOCENÍ SPEKTER RFA A VÝPOČTU OBSAHŮ SLOŽEK VE SLITINÁCH TYPU BRONZŮ	28
F.Bečvář, L.Lešták, I.Novotný, J.Otenšlégr, I.Procházka POUŽITÍ METODY ZPOŽDĚNÝCH KOINCIDENCÍ γ-γ PŘI VYKLIKOVÉ STRUKTURY PEVNÝCH LÁTEK	29
Stanislav Pospíšil, Bruno Sopko, Eva Havránková, Zdeněk Janouš Jan Koníček, Jaroslav Pavlů MALÝ DETEKTOR POMALÝCH NEUTRONŮ	29
Zdeněk Formánek VÝSLEDKY MĚŘENÍ PŘIROZENÉ RADIOAKTIVITY SEVEROČESKÝCH UHLÍKŮ	32
Jiří Mayer STUDIUM VLIVU GEOMETRIE MEZIPÁNVE NA PROUDĚNÍ OCELI POMOCÍ RADIOAKTIVNÍCH INDIKÁTORŮ	33
Miloš Vaníček, Jiří Mayer STANOVENÍ DISTRIBUCE EXOGENNÍCH NEČISTOT V PRODUKTECH Z NEUKLIDNĚNÉ OCELI S VYUŽITÍM RADIONUKLIDŮ	35
Jiří Bartošek, Jan Mašek, John R. Cox LETECKÝ SPEKTROMETR GR-820	37
Ladislav Kolář SPEKTROMETRICKÝ SYSTÉM CELOTĚLOVÉHO POČÍTAČE	38
Miloš Vidra POLOVODIČOVÉ DETEKTORY PRO RF ANALÝZU	39
Pavel Podracký MOŽNOSTI ODHADU CHARAKTERISTIKY POLOBY A VĚKOVÝCH SOUBORŮ RADIOGEOCHEMICKÝCH DAT HAMPELOVOU A REVERZNÍ METODOU	41

SOUČASNÉ TRENDY V INSTRUMENTÁLNÍ ULTRASTOPOVÉ ANALÝZE

Vladimír Hnatowicz,
Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Meze detekce dosahované běžnými instrumentálními technikami se obvykle pohybují v oblasti koncentrací ppb - ppm. Podstatně nižších mezí detekce dosahují některé novější analytické postupy založené na selektivní excitaci analyzované látky a rafinovanější analýze sekundárního záření, ionizovaných atomů resp. jiných produktů analytického procesu.

V informativní přednášce jsou analyzovány nejvýznamnější faktory ovlivňující meze detekce a současné možnosti špičkových analytických technik jsou demonstrovány na nízkopozadových měřeních radioaktivního rozpadu a některých aplikacích metody RIS (resonance ionization spectroscopy) [1] a AMS (accelerator mass spectrometry) [2].

Literatura

- [1] G.S.Hurst a dr., Rev. Mod.Phys. 51 (1979) 767.
- [2] W.Wolfli, Nucl.Instr. and Meth. B29 (1987) 1.

PROGRAM "SPDEMOS" PRO PC K VYHODNOCOVÁNÍ SPEKTER GAMA

Jaroslav Frána

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

V návaznosti na analyzátorový systém AccuSpecB fy. Nuclear Data (nyní ve skupině Canberra) byl vypracován program pro osobní počítač (PC) na vyhodnocování spekter záření gama. Záměrem bylo vytvoření soustavy variant, umožňujících použít vysoce interaktivní až plně automatický režim zpracování. K výpočtům je použita nelineární metoda nejmenších čtverců, aproximující experimentální spektrum součtem analyticky zadaných tvarů píků (Gauss) s lineárním nebo parabolickým pozadím. Program je napsán v Turbo Pascalu a vyžaduje v současnosti monitor s grafikou EGA nebo VGA.

- Vstupní data: spektrum a pomocný soubor se základními údaji.

Spektrum: a) zápis kódovaný podle Nuclear Data (768 byte hlavičky s údaji o měření, plus spektrum se 4 byte/kanál;

b) spektrum ve formě ASCII tabulky;

c) spektrum zkomprimované z varianty a) nebo b) programem DEKOD, kdy je průměrně 2 byte/kanál. V obou případech se buď zkopíruje nebo vytvoří hlavička stejné struktury jako v bodě a).

Pomocný soubor obsahuje údaje o variantě zpracování, název spektra a základní údaje o parametrech měření (pokud nejsou čteny přímo z hlavičky zápisu spektra). Údaje v hlavičce spektra je možné připravovat během měření, nebo je kdykoliv později upravovat programem PRASE. V pomocném souboru je možné zadat neomezené množství spekter, která se pak postupně vyhodnocují.

Spektra je možné prohlížet:

a) jako celek v log nebo odmocninovém (sqrt) měřítku, s možností detailního zobrazení libovolného úseku;

b) v úsecích po 280 kanálech, přičemž jsou seskupovány píky do multipletů pro následující rozklad na jednotlivé píky (v manuálním režimu);

c) detailně zpracovávaný úsek (zobrazitelný rozsah do 150kanálů, maximálně 19 píků), kdy je možné libovolně měnit zadání (rušit píky, přidávat, měnit rozsah kanálů v úseku, měnit tvar pozadí).

Režimy prohlížení mezivýsledků jsou:

a) po každé iteraci;

b) po konečném výpočtu v úseku;

c) použití demonstračního režimu s automatickým vyhledáváním píků, dodatečným hledáním nenalezených píků a se zobrazováním každé iterace;

d) zcela automatický režim, při kterém se zobrazuje pouze textově stav výpočtu.

K vyhledávání je použita filtrace spektra hlazenou druhou derivací. Dodatečně jsou v počítaných úsecích analyzovány rozdíly mezi experimentálním a vypočteným spektrem a doplněny slabé nebo nerozlišené píky.

Standardní výstup výsledků jde na tiskárnu (s možností přeměrování na diskový soubor). Volitelný je výstup na disk ve formátu vhodném pro databázové programy nebo ve formátu potřebném pro další použití v programech aktivací analýzy.

Součástí vstupních dat může být soubor se seznamem kalibračních energií a s údaji potřebnými k přiřazení píků izotopům. Je možné volit variantu, při níž jsou při výpočtu vynechávány úseky, neobsahující žádnou energii identifikačního seznamu.

Přesnou kalibraci je možné získat při dvou průbězích spektrem. V prvním z nich se zadají pouze silné dobře definované píky, z jejichž poloh a pološířek se vypočtou koeficienty polynomu 2.st. pro kalibraci pološířky (v druhém průběhu se stává pološířka stabilním parametrem) a polynomu 3.st. pro energetickou kalibraci. Koeficienty je možné uložit do souboru a použít je ve vyhodnocení následujících spekter, čímž se zrychlí a zpřesní výpočet. Jinak jsou vždy volenými parametry fitace (včetně singletů) polohy píků, jejich intenzity a dva nebo tři parametry pozadí.

Průměrná rychlost zpracování je přibližně 2 - 3 sekundy/pík (cca $(1.5^n - 1)_s$ na multiplet, kde n je počet píků v multipletu).

Případný zájemce může získat demonstrační verzi na disketě s řadou reálných spekter. Předpokládá se komerční nabídka buď jednorázovou cenou za neomezené používání, nebo formou jednorozhodných splátek, s bezplatným poskytnutím drobných inovací.

INSTRUMENTÁLNÍ NEUTRONOVÁ AKTIVAČNÍ ANALÝZA VYBRANÝCH ŽELEZNÝCH PŘEDMĚTŮ Z OBDOBÍ PŘEMYSLOVCŮ

Václav Jiránek, Bohumil Štverák, Dalibor Tlučoř
Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

INAA byla použita k analýze historicky cenných železných předmětů z období Přemyslovců - meče korunovačního zv. Svatováclavský (okolo r. 1346), Svatoštěpánského meče (10.stol.), přílby zv. Svatováclavská (10.stol.), zbroje svatováclavské, sestávající ze dvou částí košile (loriky) z kroužkovaného ocelového pletiva a ocelového pláštíku s límcem (10.stol.) a kování rohů zdobených řezbami z Klenotnice Pražského hradu.

Byly analyzovány vzorky o hmotnosti 1-20 mg a v nich sledovány koncentrace 16 prvků. Z výsledků analýz vyplývá, že všechny předměty jsou z poměrně čistého železa, bez legujících příměsí Cr, Co, W a u všech předmětů s výjimkou obroučky helmice pravděpodobně i Mn. Čepele Svatováclavského i Svatoštěpánského meče nebyly v místě odběru vzorku povrchově zdobené, jsou z velmi čistého železa (>98%) a významně se liší v obsahu Cd a Ni.

V kalotě helmice byl nalezen o řád vyšší obsah Au a Ag, ale obsah Hg byl v mezích pozadí. Zdá se pravděpodobné, že nebyla zdobena zlacením ani stříbřením a vyšší obsah těchto prvků lze přičíst spíše kontaminaci, jejímž zdrojem může být obroučka helmice. V té byl nalezen vysoký obsah Ag, Au, Hg i Cu. Protože poměr koncentrací Ag/Au odpovídá přirozenému obsahu Au v Ag, je pravděpodobné, že obroučka byla zdobena stříbrem a mědí. Kov kaloty i obroučky je z vysoce čistého železa, rozdílné koncentrace Cr a Ni svědčí o různém původu obou částí helmice.

Kroužková košile je z vysoce čistého železa bez jakýchkoliv stop po zdobení Ag, Au nebo Cu. Límec byl zdoben zlatem a mědí (poměr Au/Ag svědčí pouze o zlacení). Vzorky odebrané z košile a límce se významně liší v obsahu Co, Ni a zejména W a to ukazuje na rozdílný původ základních materiálů.

Obroučka i řetěz rohu jsou rovněž z vysoce čistého železa. Obsah Ag je asi řád nad pozadím, ale je natolik nízký, že nelze jednoznačně říci, zda povrch předmětů byl stříbřen. Základní materiály se liší v obsazích Cd, Co, Cr a W a pravděpodobně jsou rozdílného původu. Ve všech vzorcích byly stanoveny kolísající obsahy Hf, La a Na.

MOŽNOSTI POUŽITÍ KOMPARATOROVÉ METODY S k_0 FAKTORY V INAA

Ivan Obrusník

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Menno Blaaw, Peter Bode

Interfaculty Reactor Institute, TU Delft, Delft, Nizozemí

Komparátorová metoda standardizace s k_0 -faktory, navržená již v roce 1975 (Simonits a de Corte [1]), se teprve v poslední době začíná prosazovat i v rutinních aplikacích INAA. Přechod na tuto metodu standardizace není pro laboratoře NAA snadný a vyžaduje poměrně výraznou změnu v metodice. V každém pouzdře jsou spolu s analyzovanými vzorky ozářeny vhodné komparátory - např. Au a Zr a indukované aktivity ^{198}Au , ^{95}Zr a ^{97}Zr jsou změřeny polovodičovým Ge detektorem, který je okalibrován na účinnost. Komparátory slouží nejen k určení nezbytných parametrů pro metodu s k_0 -faktory - poměru toku termálních a epitermálních neutronů f a korekce α k vystižení odchylky od ideálního tvaru rozdělení toku epitermálních neutronů - ale také k monitorování toku termálních neutronů ve vybraných místech ozařovacího pouzdra.

V práci je popsáno srovnání přesnosti a správnosti metody INAA s k_0 -faktory se "starší" metodou kalibrace s k -faktory a komparátorem Zn, používanou až dosud rutinním způsobem v laboratoři NAA v IRI Delft. K tomuto účelu byly analyzovány série vzorků 3 atestovaných referenčních materiálů (CRM) - popílků SRM 1633a, sedimentu z řeky Buffalo SRM 2704 a sadového listí SRM 1571 (vše z NIST (USA)). U každé série byly v jednom pouzdře ozářeny spolu se vzorky oba druhy komparátorů: Au-Zr pro k_0 - a Zn pro k -faktory. I další kroky postupu byly pro obě metody standardizace totožné (měření, zpracování spekter atd.). Parametry f a α byly počítány iterační procedurou [2] z výsledků měření použitých Au-Zr komparátorů.

Výsledky ukázaly, že nová metoda s k_0 -faktory dává stejně spolehlivé, tj. přesné a správné, výsledky jako dosud rutinně používaná metoda se Zn komparátorem. Kvalitní výsledky metodou s k_0 faktory jsou však podmíněny pečlivou účinností kalibrací detektoru pro používané geometrie měření, důsledným monitorováním neutronového toku a též provedením korekce na koincidence ve spektrech. Práce ukazuje, že přechod na používání standardizace komparátorovou metodou s k_0 faktory lze zvládnout velmi dobře. Jednou zavedená metoda s k_0 -faktory je pro rutinní analýzy vysoce efektivní a je výhodná

zvláště tam, kde lze očekávat změny parametrů reaktoru či spektrometrického zařízení.

Literatura

- [1] A. Simonits, F. de Corte, J. Hoste: J.Radioanal.Chem. 24(1975)31.
- [2] M. Blaauw, P. Bode, M. de Bruin (v tisku).

STANOVENÍ NEČISTOT V KŘEMENNÉM SKLE NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU

Jiří Faltejsek, Jan Kučera

Ústav jaderného výzkumu, Řež

Radomil Bludský

Výzkumný ústav Sklo-Union a.s., Teplice

Křemenné sklo je významný balicí materiál pro ozařování vzorků v aktivační analýze a důležitý laboratorní materiál pro jiné metody stopové analýzy. Nezkastupitelné postavení křemenného skla v neutronové aktivační analýze (NAA), především pro dlouhodobé ozařování vzorků v jaderném reaktoru, je dáno vysokou radiační odolností, možností hermetického uzavření vzorků, vysokou odolností vůči vnitřnímu tlaku vznikajícímu radioanalytickým rozkladem některých typů vzorků a nízkými koncentracemi aktivace schopných nečistot.

Současné požadavky na snižování mezi stanovitelnosti prvků a na správnost stanovení vedou k nutnosti prověřovat možné zdroje kontaminace vzorků. Jedním z nich může být i kontaminace vzorku od obalu. V případě NAA se nečistoty v obalu vzorku mohou projevit jako slepý pokus (blank), není-li vzorek vyjímán z ozařovací ampule při INAA, a může také dojít ke kontaminaci vzorku kontaktem se stěnami ampule (vyluhováním, difuzí, mechanismem jaderného odrazu). Při RNAA může navíc dojít k vyluhování nečistot ze střepeň ampulí při rozpouštění či rozkladu radiačně destruovaných vzorků.

V této práci byly analyzovány vzorky ampulí z přírodního křemenného skla, které se nejčastěji používají v naší laboratoři, vzorky obdobných ampulí používané v ZFI Lípsko a dále komerční produkty firmy Heraeus Vitreosil (přírodní) a Spectrosil (syntetické křemenné sklo). U některých vzorků bylo studováno i vyluhování nečistot ze střepeň ampulí v běžně používaných mineralizačních směsích kyselin (kyselina dusičná a její směs s kyselinou chloristou nebo sírovou), protože rozbití ampulí a vyloužení vzorků rozkladnou směsí je u silně radiačně degradovaných vzorků někdy jediným způsobem kvantitativního vyjmutí vzorků z ozařovacích ampulí. Kromě analýz hotových ampulí byly analyzovány i technologické vzorky z výroby syntetického křemenného skla v Sklo-Unionu Teplice, které by vzhledem k vysoké čistotě bylo vynikajícím materiálem pro výrobu ampulí pro NAA.

Výsledky stanovení nečistot v křemenných sklech jsou diskutovány z hlediska možnosti využití uvedených typů skel v INAA a RNAA a jsou uvedeny příklady omezení pro stanovení některých prvků pro použití jednotlivých křemenných skel.

INAA NOVÉHO REFERENČNÍHO MATERIÁLU IAEA - 155 "WHEY POWDER"

Dalibor Tlučoň, Václav Jiránek

Ústav pro výzkum, výrobu a využití radioizotopů, Praha

V současné době bylo dokončeno statistické vyhodnocení výsledků kruhových analýz nového referenčního materiálu (RM), připraveného IAEA pod označením IAEA - 155 "whey powder" (sušená syrovátka). Kruhových analýz se zúčastnilo celkem 63 laboratoří z 23 zemí, 9 různými analytickými metodami v jejich 18 variantách bylo v RM stanoveno celkem 36 prvků. Pracoviště radioanalytických metod našeho ústavu se podílelo na kruhových analýzách ve 2.čtvrtletí 1989. Metodou INAA jsme stanovili koncentrace 10 stopových prvků.

Spolu s testovaným RM byl organizátory zaslán vzorek RM sušeného mléka IAEA bez specifikace. Jeho analýzou měla být ověřována věrohodnost jednotlivých stanovení resp. laboratoří.

Po statistickém vyhodnocení byla v tomto novém RM certifikována koncentrace 17 prvků, z toho Mg, Mn, Na a P ve třídě A (nejvyšší) a Br, Cd, Cl, Co, Cr, Cs, Hg, Ni, Pb, Rb, Sc, Se a Zn ve třídě B. Pro další prvky jako Al, As, B, Ca, Cu, Fe, K, S a Sr byly uvedeny pouze koncentrace informativní.

ZMĚNY HLADIN NĚKTERÝCH STOPOVÝCH PRVKŮ URČOVANÝCH NAA VE ŠTÍTNÝCH ŽLÁZÁCH POSTIŽENÝCH NÁDOROVÝM ONEMOCNĚNÍM

J.Kvíčala, J.Havelka, J.Němec a J.Zeman
Endokrinologický ústav, Praha

Stopové prvky se v savčím organismu spoluúčastní mnoha životně důležitých pochodů, zejména aktivačními a inhibičními vlivy na biochemické reakce, na permeabilitu membrán i na imunologický aparát organismu. V průběhu patologických změn tkáně se mohou měnit koncentrace i vzájemné poměry stopových prvků v postižené tkáni v závislosti na změnách biochemických reakcí. Skutečně již takové změny byly pro některé prvky (Zn, Cu, Fe) pozorovány. Otázkou zůstává, zda změny v koncentracích některých stopových prvků mohou přímo vyvolat metabolické odezvy pozorované u jedinců, postižených patologickými změnami některé tkáně.

Malignitě štítné žlázy bylo zatím z hlediska změn metabolismu esenciálních stopových prvků věnováno málo pozornosti. Ve dvou studiích byly sledovány zinek a měď a další studie byla věnována vztahu mezi koncentrací selenu v krevním séru a vývojem rakoviny štítné žlázy. O mnoho více informací není ani o vztahu stopových prvků a zdravé štítné žlázy, resp. o jejich koncentracích v této tkáni.

Lyofilizované vzorky štítných žláz byly v křemenných ampulích ozářeny tokem neutronů asi $4 \cdot 10^{18}$ n.cm⁻². Ozářená tkáň byla destruována varem se směsí HNO₃-HClO₄ a po pěti týdnech od ozáření v ní byly určovány Zn, Fe, Se, Rb, Cs, Co, Cr a Sc podle obsahu příslušných radionuklidů vícekanálovým analyzátozem Ortec 7050 s GeLi detektorem a počítačem LSI II/2. Kontrola analýzy byla prováděna souběžnou analýzou referenčního materiálu IAEA - zvířecího svalu.

V první řadě byly změřeny a statisticky určeny koncentrace sledovaných stopových prvků u 42 štítných žláz osob bez onemocnění štítné žlázy a tím určeny základní porovnávací hodnoty. Dále byly stejným způsobem zpracovány skupiny 10 štítných žláz s karcinomy, 14 s adenomy a 10 thyreotoxických štítných žláz. I v těchto skupinách byly určeny základní statistické údaje, týkající se koncentrace stopových prvků, a poté byly skupiny porovnávány navzájem i s hodnotami stopových prvků ve zdravých štítných žlázách. Bylo nalezeno mnoho rozdílů na hladině významnosti 95% a vyšších, a to jak mezi

kontrolními hodnotami a skupinami postižených štítných žláz, tak mezi jednotlivými skupinami různých onemocnění.

Z výsledků vyplývá značné ovlivnění metabolismu stopových prvků v postižených štítných žlázách v průběhu patologických změn tkáně, které vede ke změnám v koncentracích stopových prvků. Tyto změny však nejsou stejné pro jakékoli choroby, ale liší se podle typu onemocnění. Pozorované změny mohou mít význam spíše pro biologické sledování, než pro klinickou praxi (snad s výjimkou Rb) protože dochází ke značnému překryvu naměřených hodnot u jednotlivých skupin onemocnění.

STANOVENÍ As, Cd, Cu, Hg, Mo, Sb A Se V BIOLOGICKÝCH REFERENČNÍCH MATERIÁLECH RADIOCHEMICKOU NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU

Jan Kučera, Ladislav Soukal
Ústav jaderného výzkumu, Řež

Stanovení většiny prvků, které mají v biologických systémech esenciální nebo toxické účinky je z analytického hlediska náročné, neboť přirozené koncentrace těchto prvků se pohybují ve stopové až ultrastopové oblasti. Do této kategorie se řadí i skupina výše uvedených prvků. Jednou z nejvhodnějších metod pro jejich stanovení je radiochemická neutronová aktivační analýza (RNAA).

Byly vypracovány dvě metody RNAA, z nichž jedna umožňuje současné stanovení As, Cd, Cu, Mo a Sb a druhá současné stanovení Hg a Se. První metoda je založena na rozkladu ozářených vzorků ve směsi kyselin $H_2SO_4 + HNO_3 + HClO_4$ v Kjehldalových baňkách. Po redukci As a Sb do trojmocenství v prostředí 0,02 mol/l KI se radioizotopy As, Cd (v rovnováze s dceřinným In), Cu, Mo a Sb kvantitativně extrahují v jednom extrakčním kroku 0,025 mol/l roztokem diethyldithiokarbamátu zinečnatého ($Zn(DDC)_2$) v chloroformu z prostředí 2-4 mol/l H_2SO_4 . Po promytí spojených organických extraktů 2 mol/l H_2SO_4 neobsahuje organická fáze žádné rušivé aktivity a celou skupinu prvků lze stanovit gama-spektrometrickým měřením. Pro stanovení velmi nízkých koncentrací Cd je však vhodné oddělit tento prvek (v rovnováze s In) z organické fáze reextrakcí 6 mol/l HCl a pro stanovení nízkých koncentrací Mo je žádoucí vyčkat ustavení rovnováhy s dceřinným Tc.

Metoda pro stanovení Hg a Se je založena na rozkladu ozářených vzorků konc. HNO_3 v tlakových teflonových bombách. Hg se kvantitativně extrahuje roztokem 0,01 mol/l $Ni(DDC)_2$ v chloroformu z prostředí 1-2 mol/l HNO_3 . Vodná fáze po extrakci se zahřívá s konc. $HClO_4$ a nasyceným roztokem $MgCl_2$ do bílých dýmů $HClO_4$, Se se redukuje do čtyřmocenství přidávkem horké 6 mol/l HCl a po zředění na 1-2 mol/l $HClO_4 + HCl$ se sráží přidávkem pevné kyseliny askorbové a odfiltruje membránovým ultrafiltrem.

Oba postupy RNAA byly ověřeny analýzou několika druhů biologických referenčních materiálů (RM) a byly použity k certifikačním analýzám nově připravovaných čs. biologických RM.

Vzorky o hmotnosti okolo 200 mg byly ozářeny v ampulích z křemenného skla

20 hodin hustotou toku tepelných neutronů $5.10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ v reaktoru LVR-15 v ÚJV, Řež. Po vymírací době 3-4 dny u první metody a 2-3 týdny u druhé metody byly provedeny příslušné radiochemické separace a gama-spektrometrické měření vyseparovaných frakcí koaxiálními HPGe detektory s relativní účinností 20-23% a rozlišením FWHM 1,7-1,9 keV pro linku 1332,5 keV ^{60}Co . Měřicí doby se pohybovaly od 0,5 do 24 hodin.

Jsou uvedeny výsledky ověřovacích analýz pro RM CZIM Bovine Liver 12-02-01, NBS SRM-1577 Bovine Liver, Bowen's Kale, NBS SRM-1549 Milk Powder, Versieck's 2nd Generation Human Serum a výsledky certifikačních analýz budoucích čs. RM hovězích ledvin, svalu, žitné mouky, pšeničné mouky a dvou typů mléka. Výsledky jsou porovnávány s dosud známými referenčními a literárními hodnotami a jsou diskutovány faktory ovlivňující správnost stanovení na různých koncentračních hladinách.

STUDIUM VYLUHOVÁNÍ PRVKŮ Z ELEKTRÁRENSKÝCH POPÍLKŮ NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU A ATOMOVOU ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIÍ

Ctibor Kocman, Jan Kučera

Ústav jaderného výzkumu, Řež

Věra Spěváčková

Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, Praha

Elektrárenské popílky ze spalování uhlí jsou značným zdrojem znečišťování životního prostředí, zejména v Československu. Při nejčastějším způsobu jejich likvidace skládkováním je důležité znát nejen celkové obsahy prvků, z nichž mnohé jsou pro biologické systémy toxické, ale i vyluhovatelné podíly prvků, které mohou potenciálně přecházet do ekosystémů.

Pro studium vyluhování se uplatní řada analytických metod. Vyluhováním popílků ozářených neutrony v jaderném reaktoru je možné získat informace o chování velkého počtu prvků současně. Proto byla tato problematika zařazena i do mezinárodního výzkumného programu "Použití jaderných a příbuzných analytických metod při studiu znečišťování životního prostředí pevnými odpady" koordinovaného Mezinárodní agenturou pro atomovou energii ve Vídni, jehož se účastníme. Byl navržen jednotný experiment, jenž bude aplikován účastníky programu jednak na referenční materiály (RM) elektrárenských popílků pro kontrolu správnosti údajů o vyluhování prvků, jednak na popílky vznikající spalováním různých druhů uhlí a který spočívá v tomto postupu :

Bylo ozářeno 800 mg čs. RM elektrárenského popílku ECH (ÚRVJT, Košice) hustotou toku tepelných neutronů $5 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ po dobu 5 hodin v reaktoru LVR-15 v ÚJV Řež. Loužení bylo provedeno ve skleněné koloně o vnitřním průměru 10 mm, opatřené nahoře zábrusem pro přívod od peristaltické pumpy a dole fritou a kohoutem. Po 4 dnech vymírání byl ozářený popílek převeden do kolony naplněné zčásti elučním roztokem (aby nedošlo ke vzniku vzduchových bublin) a převrstven 3-4 cm elučního roztoku. Při konstantním průtoku elučního roztoku rychlostí 1,5-2 ml/min (lineární rychlost průtoku 0,6-0,8 cm/min) bylo odebráno 20 frakcí výluhu po 7 ml, jejichž aktivita byla měřena koaxiálním HPGe detektorem (relativní účinnost 11 %, rozlišení FWHM 1,75 keV pro linku 1332,5 keV ^{60}Co) po vymírací době 4-6 dnů a 1 měsíc a porovnána s aktivitou současně ozářených standardů prvků. Vyluhování bylo studováno s destilovanou vodou a roztoky H_2SO_4 a HNO_3 o pH 2,5 k simulaci účinků normálního a kyselého

deště. Byly vyhodnoceny jak absolutní koncentrace prvků v jednotlivých frakcích ve formě eluční křivky, tak podíl celkového množství prvků vyloužených v těchto podmínkách k celkovému obsahu prvků v popílku.

Ozářením popílku v reaktoru může dojít k změnám vyluhovatelnosti prvků v důsledku radiacních změn způsobených kombinovaným účinkem záření gama a neutronů, zejména rychlých. Proto byl stejný experiment proveden s neozářeným popílkem a vyluhovatelný podíl vybraných prvků byl stanoven atomovou absorpční spektrometrií a výsledky obou loužicích experimentů byly porovnány.

ENAA S VYUŽITÍM MĚŘENÍ STUDNOVÝM Ge(Li) DETEKTOREM

Ivan Obrusník

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Peter Bode, Menno Blaaw

Interfaculty Reactor Institute, TU Delft, Delft, Nizozemí

Neutronová aktivační analýza s využitím selektivní aktivace epitermálními neutrony (metoda ENAA) byla mnohokrát použita v praxi, neboť umožňuje dosažení lepších mezí detekce při stanovení některých prvků v geologických případně biologických materiálech než běžnější metoda INAA (instrumentální NAA). Avšak toto zlepšení mezí detekce není často tak výrazné, jak by bylo možné očekávat. Je to způsobeno nižšími toky neutronů při ENAA i použitím kratších ozařovacích dob. Zahřívání vzorků během ozařování bývá totiž při ENAA dosti intenzivní a při delších dobách ozařování by mohlo dojít k deformaci ozařovacího pouzdra nebo obalů vzorků.

Cílem práce bylo kompenzovat nízké indukované aktivity při ENAA využitím vysoce účinného měření záření γ studnovým Ge(Li) detektorem a dosáhnout tak lepších mezí detekce a zároveň i lepší přesnosti a správnosti stanovení. Pro ověření možností navrženého postupu byly analyzovány vzorky referenčních materiálů biologického původu a říčního sedimentu. Použitá doba ozařování byla 15 min, doby měření studnovým krystalem se pohybovaly v rozmezí 2-4 hod (3 měření 2, 4 a 10 dní po ozáření). Kalibrace ENAA byla relativní s víceprvkovými standardy stanovovaných prvků. Gradienty toků neutronů v ozařovacím zařízení pro ENAA (Cd stínění) byly určeny pomocí Au-Zr monitorů a metodiky používané při INAA s k_0 -faktory.

Uvedeným způsobem byly stanoveny prvky As, Au, Ba, Cd, Cu, Mo, Ni, Rb, Sb, Se, Sm, U, W, a Zn ve většině vzorků, v některých ještě prvky Ta a Th. Dosažené meze detekce byly pro nedestrukční stanovení uvedených prvků příznivé a potvrdily přínos kombinace ENAA s měřením studnovým detektorem.

STANOVENÍ NÍZKÝCH KONCENTRACÍ Ni (A Co) V BIOLOGICKÝCH MATERIÁLECH RADIOCHEMICKOU NEUTRONOVOU AKTIVAČNÍ ANALÝZOU A RŮZNÝMI ZPŮSOBY GAMA-SPEKTROMETRICKÉHO MĚŘENÍ

Jan Kučera

Ústav jaderného výzkumu, Řež

Anthony R. Byrne

Ústav "J.Stefan", Lublaň, Jugoslávie

Bořivoj Kracík

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Nikl patří ke stopovým prvkům s esenciálními účinky na živé organismy. Spolehlivých údajů o velmi nízkých koncentracích Ni v biologických materiálech zejména v oblasti koncentrací ng/g a nižších, je dosud velmi málo a obsahy Ni jsou certifikovány jen ve velmi omezeném počtu biologických referenčních materiálů (RM) pro nedostatek více vhodných analytických metod.

Neutronová aktivační analýza není často používanou metodou pro stanovení stop Ni v biologických materiálech. Většina autorů používá reakce $^{64}\text{Ni}(n,\text{gama})\ ^{65}\text{Ni}$ ($T_{1/2} = 2,56$ hod), jež však neposkytuje dostatečně nízké meze stanovitelnosti ani při měření NaI(Tl) detektorem, kapalnými scintilátory nebo měřením Čerenkovova záření.

V této práci bylo studováno využití reakce $^{58}\text{Ni}(n,p)\ ^{58}\text{Co}$ ($T_{1/2} = 71$ d) s rychlými neutrony po dlouhodobém ozáření sušených nebo zpopelněných vzorků v centru aktivní zóny reaktoru LVR-15 v ÚJV, Řež s následnou radiochemickou se-parací radioizotopů ^{58}Co a ^{60}Co a gama-spektrometrickým měřením koaxiálním HPGe detektorem, studnovým HPGe detektorem a anticomptonovým spektrometrem.

Vzorky biologických RM IAEA H-9 Human Diet, IAEA A-11 Milk Powder, NBS SRM-i549 Milk Powder a Versieck's 2nd Generation Human Serum o hmotnosti okolo 200 mg sušiny nebo popel odpovídající 800-1000 mg sušiny byly ozářeny v ampulích z křemenného skla 80-90 hodin hustotou toku $1.10^{14}\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ tepelných a $3.10^{13}\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ rychlých neutronů. Po vymírací době 2-3 týdnů byly vzorky mi-neralizovány ve směsi konc. $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ a podrobeny ionexové chromatografii na anexu DOWEX IX8 z prostředí HCl. Radioizotopy ^{58}Co a ^{60}Co byly se-lektivně eluovány 4,5 mol/l HCl a pro gama-spektrometrické měření zkoncentrovány srážením l-nitroso-2-naftolem.

Výsledky stanovení Ni a Co jsou porovnány s dosud známými literárními

hodnotami a je diskutován vliv experimentálních podmínek (navážka vzorku, riziko kontaminace při zkoncentrování vzorku spalováním, účinnost detekce měření linky 811 keV ^{58}Co a velikost pozadí způsobená aktivitou ^{60}Co a přirozeným pozadím u jednotlivých typů detektorů) na mez stanovitelnosti niklu.

KORELACE ZMĚN VYBRANÝCH STOPOVÝCH PRVKŮ MĚŘENÝCH NAA A RŮSTOVÉHO HORMONU V SÉRU V PRŮBĚHU ORÁLNÍHO GLUKÓZOVÉHO TOLERANČNÍHO TESTU

J.Kvíčala, J.Havelka a V.Zamrazil

Endokrinologický ústav, Praha

Při zvýšení hladiny glukózy v séru dojde k řadě koncentračních změn látek ovlivňujících regulaci glukózy. Jedním z hormonů, jichž se tyto změny týkají, je i růstový hormon. V první fázi regulačního mechanismu se koncentrace růstového hormonu prudce snižuje, po poklesu glukózy v séru se opět hladina růstového hormonu v krevním séru zvyšuje. Takto probíhá křivka růstového hormonu i v případě orálního glukózového tolerančního testu (OGTT), kterého bylo použito ke sledování změn vybraných esenciálních stopových prvků, spojených s regulačními mechanismy glukózové homeostáze. Vzhledem k tomu, že v případě dlouhodobých poruch sekrece a metabolismu růstového hormonu a z toho vyplývajících chorob byly pozorovány změny v metabolismu některých stopových prvků, zejména zinku, byly korelovány změny sledovaných stopových prvků se změnami růstového hormonu při OGTT.

V 0, 60 a 120 minutách OGTT byly metodou NAA bez chemické separace měřeny koncentrace Zn, Se, Fe, Rb, Cs, Co a Sc v krevním séru. Po lyofilizaci bylo sérum v křemenných ampulích ozářeno tokem neutronů asi $4 \cdot 10^{16}$ n.cm⁻². Sérum bylo rozpuštěno ve směsi H₂SO₄ - H₂O₂ a po 5 týdnech změřeno a vyhodnoceno na

vícekanálovém analyzátoru Ortec 7050 s Ce(Li) detektorem a počítačem LSI II/2. Kvalita analýzy byla kontrolována souběžnou analýzou referenčního materiálu IAEA (zvířecí sval). Koncentrace růstového hormonu byla měřena metodou RIA v 0, 30, 60, 120 a 180 minutách.

Relativní a absolutní změny sledovaných prvků v různých časových úsecích OGTT byly statisticky korelovány s koncentracemi hormonu a jeho změnami. Byla nalezena řada významných korelací v různých fázích OGTT jak na hladině vyšší než 95% (70), tak i blížících se této hranici, tj. mezi 90 a 95% významnosti (53). Nejvíce korelací bylo nalezeno pro Cs (30) a Zn (25).

Z časového sledu korelovaných veličin je zřejmé, že vzájemné působení mezi hormonem a stopovými prvky je alespoň pro některé prvky oboustranné a při dlouhodobém působení rozdílných hladin by mohlo vést k fyziologickým změnám včetně možnosti klinického nálezu.

PŘEDBĚŽNÉ HODNOCENÍ VÝSLEDKŮ RFA RANĚ STŘEDOVĚKÝCH BRONZOVÝCH KOVÁNÍ Z ČESKOSLOVENSKÉHO ÚZEMÍ

Jaroslav Frána, Antonín Maštalka
Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Ve spolupráci s Dr. Profantovou z Archeologického ústavu ČSAV v Praze bylo rentgenfluorescenční metodou studováno složení téměř 1000 předmětů z avarsko-slovanského až velkomoravského období. Bronzová kování opasků a koňských postrojů jsou velmi charakteristickým ozdobným výrobkem této doby a jsou v současnosti předmětem rozsáhlého výzkumu i v Rakousku a Maďarsku. Záměrem výzkumu bylo zjistit, zda lze pomocí složení slitin určit výrobní okruhy, případně vázat toto složení na určitý časový úsek, či prokázat návaznost na jiné kulturní oblasti.

Tyto ozdoby se vyskytují především na pohřebištích v jezdeckých hrobech lidí vyšší společenské úrovně. Často bývají v hrobě i desítky předmětů nesporně stejného původu a tudíž mohou dát odhad homogenity materiálů a výrobních postupů tehdejší metalurgie. Prokázalo se, že složení značně kolísá i u tvarově zcela totožných předmětů. Zřejmě značně kolísala kvalita surovin i dodržování receptů při výrobě.

Kromě základních složek mědi a cínu je u velké části produkce charakteristické značné množství olova a v mnoha případech i zinku. Z grafů rozložení četností předmětů v koncentračních intervalech vyplývá nejpravděpodobnější složení přibližně s 10 % cínu, zatímco u olova se vyskytují dvě výrazná maxima u obsahu 2 % a 10 %. Lze tedy uvažovat dvě materiálově odlišné skupiny: s vysokým a nízkým obsahem olova. Na žádném z pohřebišť nebyly nalezeny předměty výlučně jen z jedné z těchto skupin a stejně není možné prokázat ani jednoznačnou časovou souvislost. Ze statistiky zastoupení je možné považovat za značně pravděpodobné:

- u vzorků archeologicky datovaných do 7. a poč. 8.st. je značně vyšší výskyt olovnatých bronzů;
- máloolovnaté bronzy jsou na Moravě mnohem častější než olovnaté (v předvelkomoravském období - hlavně Mikulčice a Olomouc) a v 9.st. je zde tendence k přechodu na téměř čistou měď;
- na pohřebištích jz. Slovenska převažují olovnaté bronzy (většinou nejde o nejmladší avarské období);

- velmi rozsáhlá přičiště v Komárně (některá dosud i nepublikovaná) obsahují téměř bez výjimky neolovnaté bronzy se značným zastoupením zlacených předmětů a to bez ohledu na časový horizont (i tento fakt potvrzuje archeologicky předpokládané výjimečné či dokonce autonomní postavení Komárna jako jednoho z nejvýznamnějších center avarské říše);

- publikované analýzy z Rakouska a centrálního Maďarska vykazují hlavně olovnaté bronzy;

- zlacené předměty vykazují asi z 95 % velmi nízký obsah Pb. Zlacení bylo prováděno amalgamací, vrstva o síle několika mm má poměr Au : Hg obvykle blízký 10 : 1. Jen ve velmi řídkých případech nebyla rtuť pozorována;

- v řadě případů lze hovořit spíše o mosazi než o bronzu, když je cín vzájemně nahražován zinkem;

- analýzou natavenin na úlomcích tyglíků z Mikulčic byla jednoznačně potvrzena místní výroba. Jeden tyglík obsahoval převážně zinek. Analýza strusky v tyglíku, nalezeném na hradišti vrchu Rubín u Podbořan dosvědčuje i tam místní výrobu, i když bronzové výrobky z této doby jsou v Čechách dosti vzácné.

STANOVENÍ KYSLÍKU V POVRCHOVÝCH VRSTVÁCH PRUŽNÝM ROZPTYLEM PROTONŮ A ČÁSTIC ALFA

Vladimír Hnatowicz, Vladimír Havránek, Jiří Kvítek, Ivan Obrusník

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Stanovení kyslíku a jeho hloubkových koncentračních profilů je důležité při studiu korozních procesů, vysokoteplotních supravodičů, pasivačních vrstev v polovodičové technologii atd. K nedestructivnímu stanovení kyslíku v povrchových vrstvách do hloubky cca 1 μm se využívají jaderné reakce $^{16}\text{O}(\text{d},\text{p})^{17}\text{O}$, $^{18}\text{O}(\text{p},\alpha)^{15}\text{N}$ a pružný rozptyl protonů a částic α . Postupy založené na pružném rozptylu mají výhodu v jednoduchosti použitého procesu a z toho plynoucí jednoduchosti metod vyhodnocení analýz a spolehlivosti výsledků. Nevýhodou při stanovení kyslíku a dalších lehkých prvků jsou poměrně vysoké meze detekce, které jsou důsledkem přímé úměrnosti účinného průřezu pružného rozptylu Z^{-2} . Tento nedostatek lze částečně vyrovnat využitím rezonančního rozptylu částic, který se pozoruje při vyšších energiích částic, kdy vlivem jaderných sil dochází k podstatnému zvýšení účinných průřezů rozptylu na lehkých jádrech nad klasickou Rutherfordovu hodnotu.

Různé postupy stanovení kyslíku a jeho hloubkových koncentračních profilů založené na pružném rozptylu protonů a částic α byly aplikovány na sadu vzorků tvořených vrstvami polykrystalického Si (tloušťky 100 - 300 nm) dopovaného kyslíkem (koncentrace 10 - 70 at.%) s cílem porovnat jednotlivé metody a stanovit reálně dosažitelné meze detekce. Experimenty byly provedeny na elektrostatickém urychlovači ÚJF ČSAV v Řeži a na elektrostatickém urychlovači KN4000 HVEC na Philipps University v Marburgu (SRN).

Reálně meze detekce pro stanovení kyslíku v uvedených vrstvách se pohybují od 10 at.% u klasické metody RBS s částicemi α , přes hodnotu 3 at.% při použití rezonančního rozptylu 2.3 MeV protonů až po nejpříznivější hodnotu 0.5 at.%, dosažitelnou při využití výrazné 3.03 MeV rezonance při pružném rozptylu $^{16}\text{O}(\alpha,\alpha)^{16}\text{O}$. Koncentrační hloubkové profily kyslíku lze zjišťovat klasickou metodou RBS s hloubkovým rozlišením 10 - 20 nm nebo rezonančním rozptylem částic α s hloubkovým rozlišením 40 - 50 nm.

SLEDOVÁNÍ SLOŽENÍ VODY Z ROPNÝCH VRTŮ METODAMI PIXE A XRF

Ladislav Kocbach, A. Erdal

Fyzisk Institut Universitetet i Bergen, Norsko

Jiří Kvítek, Ivan Obrusník, Vladimír Hnatowicz

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Změna prvkového složení vody v podmořských ropných vrtech může signalizovat důležité situace při těžbě ropy. Proto byly zkoumány možnosti využití instrumentálních radioanalytických metod založených na detekci Rentgenova záření - metody PIXE a metody rentgenfluorescenční analýzy (XRF) s radioizotopovým zdrojem ^{241}Am . Metoda PIXE je podstatně citlivější a lépe se hodí pro výzkumnou část projektu, zatímco metoda XRF je experimentálně mnohem méně náročnější, a proto se lépe hodí pro rutinní analýzy v terénu.

Pro analýzy byly odebrány vzorky vody ze dvou odlišných ropných vrtů a pro srovnání byla odebrána i mořská voda z Norského moře. Pro PIXE byly vzorky připraveny jako tenké v podobě odparků malých objemů vody na folii z Mylaru. Vzorky byly předem nadopovány definovaným množstvím roztoku yttria (vnitřní standard). Ve spektrech byly kvantitativně určeny prvky Ca, K, Ba, Br a Sr. Pro srovnání byly nadopované vzorky vod analyzovány i metodou radioizotopové XRF. V tomto případě byly vzorky vod měřeny ve speciálních nádobkách se dnem z Mylarové folie a objemem 5 ml. Stanovovány byly zejména prvky Ba, Br a Sr.

Výsledky ukázaly, že pro signalizaci možného průniku mořské vody do oblasti vrtu se nejlépe hodí průběžné stanovování prvků Sr a Ba. Koncentrace těchto prvků jsou ve vodách z vrtů mnohem vyšší než v obyčejné mořské vodě. Analyzované vzorky vody z vrtů obsahují až 8000 krát více Ba a 12 krát více Sr než srovnávaná mořská voda. Z práce vyplývá vhodnost obou nedestrukčních instrumentálních radioanalytických technik pro řešení problémů ropného průmyslu. Metodu XRF bude možné používat přímo na místě v oblasti ropných vrtů. Uvedené výsledky byly experimentálně získány v ÚJF v rámci spolupráce s norskými odborníky.

PROGRAM "RFA" PRO OSOBNÍ POČÍTAČE K VYHODNOCENÍ SPEKTER RFA A VÝPOČTU OBSAHŮ SLOŽEK VE SLITINÁCH TYPU BRONZŮ

Jaroslav Frána

Ústav jaderné fyziky ČSAV, Řež

Interaktivní program využívá nelineární fitaci rentgenovských píků zvolených prvků v měřeném spektru. Ze zadané dvoubodové kalibrace jsou v každém zadaném úseku vypočteny rozdíly poloh píků, které se mohou vyskytovat v tomto úseku. Ve fitaci jsou pak volnými parametry tato skupinová poloha, pološířka a parametry pozadí. V seznamu možných píků jsou čtyři energie K-serie a deset energií L-serie uvažovaných prvků.

V programu jsou zahrnuty dva typy zobrazení: přehledný obraz části spektra v délce 600 kanálů a detailní obraz fitace s přibližně 120 kanály. V první části je možné zadáním prvku získat označení jemu odpovídajících píků. Dále se zadává seznam prvků, které by se mohly vyskytovat ve vzorku. Kurzorem se vyznačují hranice zpracovávaného úseku. Následuje zobrazení počátečních podmínek a fitace. Postup je možné automatizovat při použití souboru, obsahujícího seznam prvků a úseků.

Po skončeném vyhodnocení spektra je možné přejít buď na zpracování dalšího spektra, nebo vstoupit do druhé části programu, přizpůsobované analýzám kovových vzorků s budícím zdrojem ^{241}Am .

Kvantitativní vyhodnocení vychází z předpokladů:

a) Budící zdroj ^{241}Am je reprezentován diskrétním spektrem. Uvažuje se 6 nejsilnějších složek v něm. Přímé zastoupení jejich intenzit není možné změřit vzhledem k vysoké aktivitě zdroje a proto jsou pro polohu vzorku odhadovány nepřímo ze stupňů v kalibrační křivce, získané měřením odezvy nasycených vrstev prvků.

b) V přítomnosti aspoň dvou prvků se projevují vzájemné absorpční i sekundární budící jevy, způsobující někdy i značně nelineární závislosti intenzit čar prvků na jejich koncentraci ve směsi. Porovnáním poměru odezvy čistého prvku k odezvě ve vzorku se získá první přibližný odhad jeho zastoupení. Při zpětném přepočtu s uvážením absorpce budícího a emitovaného záření i sekundárního buzení dostaneme jiný poměr intenzit jednotlivých prvků. Postupnými korekcemi lze asi v 5 iteracích dospět ke stabilním, již se neměnicím výsledkům. Jako zdroj sekundárního buzení se uvažují dvě nejsilnější čáry každého

prvku. Předpokladem je jednotkový součet všech koncentrací.

Program umožňuje zadat 4 kombinace rentgenovských čar, např. v bronzu kombinovat ve výpočtu intenzity K_{α} a K_{β} mědi a cínu, konečný výsledek vznikne zprůměrováním.

Při zadání 8 prvků trvá výpočet asi 10 sekund.

Měření referenčních slitin dávalo výsledky, lišící se od udávaných téměř vždy o méně než 5% hodnoty.

POUŽITÍ METODY ZPOŽDĚNÝCH KOINCIDENCÍ γ - γ PŘI VÝZKUMU STRUKTURY PEVNÝCH LÁTEK

F.Bečvář, L.Lešták, I.Novotný, J.Otenšlégr, I.Procházka
Matematicko-fyzikální fakulta Univerzity Karlovy, Praha

Popisuje se versatilní zařízení, určené k měření doby života pozitronů, anihilujících v pevných látkách, a ke studiu časově závislých úhlových korelací γ - γ , porušených v důsledku hyperjemných interakcí jaderné sondy s vnitřními elektrickými nebo magnetickými poli v pevných látkách. Údaje o dobách života pozitronů poskytují informaci o hustotách elektronů, zatímco porušené korelace γ - γ umožňují studovat precesní pohyb jaderné sondy a z jeho charakteristik pak určit velikost a směr magnetického pole, jakož i velikosti složek tenzoru gradientu vnitřního elektrického pole v různých místech krystalické mřížky. Primárními experimentálními daty v těchto měřeních jsou časová spektra zpožděných koincidenčí γ - γ .

Zařízení je tvořeno detektory γ -záření na bázi scintilačních krystalů BaF_2 , rychlo-pomalým elektronickým systémem a počítačovým vybavením pro nabírání a zpracování naměřených dat.

V důsledku řady metodických vylepšení, popsanych v tomto příspěvku, bylo dosaženo vysokého časového rozlišení (FWHM=119 ps pro kaskádu γ - γ ^{60}Co s energiemi 1173 a 1332 keV) a rovněž tak přijatelného energetického rozlišení (FWHM=7,5 % pro $E_\gamma=662$ keV), srovnatelného s rozlišením tradičních scintilátorů NaJ(Tl) . Zmíněná vylepšení zahrnují speciální úpravu povrchu monokrystalů BaF_2 , úpravu rychlých diskriminátorů pro atypické signály, produko-
vané těmito monokrystalami, a v neposlední řadě i optimalizaci geometrie zářiče vůči detektorům.

Zvláštní pozornost se věnuje absolutní kalibraci časové škály a stanovení případných nelinearit. Byla vypracována originální metoda, jež umožňuje provádět precizní časovou kalibraci s libovolně krátkým časovým krokem. Tuto metodu je možno aplikovat i v jiných experimentech.

Diskutují se některé otázky metodologického charakteru, zejména pokud jde o způsob konfigurování rychlo-pomalého systému a jeho napojení na akviziční systém - v daném případě systém v modulárních jednotkách CAMAC, řízený pomocným řadičem, jenž je ekvivalentní počítači třídy PDP-11/70. Je popsáno programové vybavení pro oba typy experimentů, t.j. pozitronovou anihilaci a

porušené úhlové korelace γ - γ .

Uvádějí se konkrétní příklady experimentů, uskutečněných na popsaném zařízení : studium anihilace pozitronů v radiačně poškozených ocelích reaktorových nádob a zkoumání prostorové symetrie krystalické mřížky supravodiče $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ pomocí porušené úhlové korelace γ - γ při deexcitaci jaderné sondy ^{111}Cd .

MALÝ DETEKTOR POMALÝCH NEUTRONŮ

Stanislav Pospíšil, Bruno Sopko, Eva Havránková, Zdeněk Janout,

Jan Koniček, Jaroslav Pavlů

Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT, Praha

V referátu je popsán detektor pomalých neutronů založený na detekci tritonů z reakce ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{T}$. K vlastní detekci se využívá křemíkový detektor s povrchovou vyprázdňenou citlivou detekční oblastí o hloubce menší než 100 nm [1]. Detektor představuje v podstatě křemíkovou diodu provozovanou s předpětím v závěrném směru, která je vytvořena na křemíkovém čipu z bezdislokačního FZ křemíku typu N s resistivitou 1300 - 2500 Ωcm . Výroba probíhá tzv. planární technikou, kdy se využívá maskovacích a pasivačních vlastností SiO_2 na povrchu křemíkového čipu [2]. Čipy mají čtvercový tvar a jsou v různých velikostech. Pro naše účely byly použity dvě rozměrové verze křemíkového detektoru s plochou 28 mm^2 nebo 56 mm^2 . Tloušťka čipu je 0,3 mm. Kontaktní přívoody jsou lepeny k sběrným elektrodám na čipu jednosložkovým vodivým epoxidovým lepidlem. Základní spektrometrické parametry křemíkových detektorů jsou uvedeny v tabulce.

Tabulka

Plocha detektoru [mm^2]	Rozměry detektoru [mm]	Šum [keV]	Závěrný * proud [nA]	FWHM ** [keV]
28	5,3 x 5,3	< 12	5	< 150
56	7,5 x 7,5	< 30	15	< 150

* při závěrném předpětí 30 V

** pro energii částic alfa 5,5 MeV

Vrstvička konvertující neutrony na nabitě částice je vytvořena nanášením lihové suspenze obohaceného ${}^6\text{LiF}$ (89% ${}^6\text{Li}$) s nepatrnou příměsí pojidla na

hliníkovou podložku. Její průměr je 0,5 cm, tloušťka je volena podle potřeby v rozmezí od $0,5 \text{ mg/cm}^2$ do 5 mg/cm^2 . Je umístěna v těsné blízkosti vstupního okénka křemíkového detektoru.

Celková konstrukce detektoru tepelných neutronů byla navržena nově tak, aby ve srovnání s dřívějšími konstrukcemi [3], [4] detektor vyhověl následujícím požadavkům:

- byl celkově malých rozměrů;
- vnášel minimální poruchu do neutronového pole v měřeném místě při měření v silně moderujícím či tkáňově-ekvivalentním prostředí.

Z toho vyplynulo, že ke konstrukci byly vybrány převážně materiály s nízkým hmotnostním číslem a relativně málo absorbující neutrony. Nosná část těla detektoru je z polyethylenu umístěného v tenkém pouzdře z čistého hliníku. Pouzdro slouží k elektrické stínění, k zajištění světlotěsnosti a k fixaci konverzní vrstvičky u křemíkového detektoru. Z pouzdra je vyveden koaxiální kabel. Rozměry pouzdra jsou 15 mm průměr, 17 mm výška. Tloušťka jeho stěny je 0,4 mm. Další miniaturizace detektoru je dosažitelná zmenšováním rozměrů křemíkového čipu, přívodního kabelu a je omezoována pouze technologickými možnostmi při výrobě těla neutronového detektoru. Signál z detektoru může být bezprostředně zpracován přenosným přístrojem PSDN popsáním v [5]. Vnitřní účinnost detektoru pro detekci tepelných neutronů závisí na rozměru a tloušťce konverzní vrstvičky a je takto volitelná v rozmezí od $\approx 0,17$ do ≈ 17 .

K hlavním přednostem popsaného neutronového detektoru patří:

- nízká citlivost k registraci záření gama;
- nízká citlivost k registraci rychlých neutronů;
- známá energetická závislost $1/v$ účinnosti detektoru pro detekci pomalých neutronů;
- dlouhodobá stabilita účinnosti detekce neutronů, poměrně snadná možnost stanovení absolutní účinnosti detektoru;
- malá úhlová závislost detekce pro pomalé neutrony (podle úhlu dopadu svazku neutronů na detektor).

Uvedené přednosti vycházejí především z výsledků prací [3], [4] a jsou v současné době detailně ověřovány i pro nový konstrukční typ detektorů. Pro zájemce jsou detektory komerčně dostupné na FJFI. Možnosti praktického užití detektoru jsou především pro měření a monitorování neutronových toků ve smíšených n-gama polích, zvláště v silně moderujícím prostředí, např. v neutronové dozimetrii, pro měření v neutronové a reaktorové fyzice, pro potřeby bórové zachytové terapie a podobně.

Literatura:

- [1] Dlouhý,Z.; Pospíšil,S; Wilhelm,I. :Způsob určování látek bohatých na vodík. Patent na vynález, patentová listina č. 148558, Praha,1973
- [2] Sopko,B.;Pavlů,J.;Halaj,J.;Rothbauer,M.: Aplikace planární technologie na vysokoohmový křemík. II. vědecká konference EF SVŠT, Bratislava, 1990, str. 25
- [3] Hůlka,J.; Kánský,Z.; Janout,Z.; Pospíšil,S.: Detektor tepelných neutronů využívající křemíkový polovodičový detektor s povrchovou bariérou. Acta Polytechnica - Práce ČVUT v Praze, 8 (IV.1) 1980, str. 93 - 105
- [4] Hůlka,J.;Hrdlička,Z.;Janout,Z.;Pospíšil,S.;Kánský,Z.; Prouza,Z.: Měření distribuce hustoty toku tepelných neutronů v objektu modelujícím lidské tělo pomocí polovodičového křemíkového detektoru. Jaderná energie 31, 1985, str. 376 - 380
- [5] Pospíšil,S.;Janout,Z.;Hiršl,P.;Fukátko,T.;Jursík,J.: Přenosná souprava pro detekci pomalých neutronů. Jaderná energie 31, 1985, str. 352 - 354

VÝSLEDKY MĚŘENÍ PŘIROZENÉ RADIOAKTIVITY SEVEROČESKÝCH UHLÍ

Zdeněk Formánek

Výzkumný ústav pro hnědé uhlí, Most

Vzorky uhlí byly po podrcení na zrnitost menší než 5 mm naplněny do Marinelliho nádob, utěsněny a po 20 dnech měřeny polovodičovým detektorem LÚJV. umístěným v ocelovém stínění o tloušťce stěny 120 mm. Impulsy byly zesíleny nábojově citlivým předzesilovačem PETTES, zesilovačem Tesla a analyzovány analogovým analyzátozem NTA 1024, verze 4000. Data z paměti analyzátoru byla speciálním rozhraním (interface - Ing.Špaček) převedena do počítače TNS-AT a zpracována programem GAMAT (Ing.Matzner).

Pro vyhodnocení obsahu radia 226 byly použity čáry 351.9 keV (Pb 214), 609.3, 768.4, 1120.4 keV (Bi 214), pro stanovení thoria čáry 583.1 a 860.4 keV (Th 232) a 727.3 keV (Bi 212). Pro stanovení draslíku byla použita čára 1460.8 keV.

Výsledkem bylo zjištění, že průměrné obsahy Ra 226 v měřených vzorcích byly 20 - 60 Bq/kg, thoria 10 - 40 Bq/kg. Aktivita draslíku 40 závisela na obsahu popela a pohybovala se od hodnot nižších než 10 Bq/kg do 1000 Bq/kg. Byly ovšem nalezeny i vzorky s vysokými obsahy radia - až do 3380 Bq/kg, obsah thoria ani výjimečně nepřekročil 100 Bq/kg.

Vzorky s vysokým obsahem radia byly ale výjimkou - jednalo se o malé úseky z vrtů, vybrané podle výsledků karotáže, které neovlivnily významně průměrnou aktivitu uhlí.

STUDIUM VLIVU GEOMETRIE MEZIPÁNVE NA PROUDĚNÍ OCELI POMOCÍ RADIOAKTIVNÍCH INDIKÁTORŮ

Jiří Mayer

Výzkumný ústav hutnictví železa, Dobrá

Jednou z cest k dosažení vyšší jakosti předlitku u plynulého odlévání oceli je využití mezipánvové metalurgie. Nutné informace o mechanismu proudění oceli v mezipánvi poskytuje využití metody radioaktivních indikátorů přímo v provozních podmínkách.

Experimentální práce se uskutečnily na zařízeních radiálního typu v ŠZ Podbrezová (čtyři licí proudy) a v TŽ Třinec (pět licích proudů).

Pro aktivní označení oceli proudící z výlevky licí pánve byl použit radio-nuklid ^{198}Au . Průběžná detekce indikátoru byla realizována u všech licích proudů na vstupu do krystalizátorů měřičem dávkového příkonu NRG 302-A, naměřené hodnoty byly registrovány šestikanálovým zapisovačem Servogor.

Cílem pokusů v ŠZ Podbrezová bylo stanovení doby setrvání oceli u dvou typů mezipánvi :

- klasická mezipánev s běžnou vyzdívkou,
- experimentální mezipánev s usměrňovači proudění.

Analýzou grafických záznamů, které vyjadřují závislost koncentrace indikátoru na čase, byly u klasické mezipánve zjištěny pro vnitřní licí proudy kratší retenční časy než pro proudy vnější. Instalované usměrňovače v experimentální mezipánvi způsobily takovou změnu mechanismu proudění, že radioaktivní indikátor byl zjištěn dříve na vstupu do vnějších krystalizátorů než u krystalizátorů vnitřních.

Předmětem provozních pokusů v TŽ Třinec bylo ověřit používanou mezipánev z hlediska retenčních časů, mechanismu proudění a homogenizace oceli. Konstrukce mezipánve (velikost, tvar a provedení vyzdívky) není z hlediska homogenizace a současného vstupu oceli do jednotlivých krystalizátorů zcela vhodná. Zaústění dopadu licího proudu oceli z pánve do prostoru mezi třetím a čtvrtým krystalizátorem je příčinou asymetrického rozdělení proudu oceli. Mimořádně krátké retenční časy u středového licího proudu naznačují zkratové proudění v této oblasti.

Výsledky měření ověřujících změny technologických parametrů potvrdily výrazný vliv počtu provozovaných krystalizátorů na mechanismus proudění v me-

zipánvi, vliv ferrostatického tlaku oceli na retenční časy a jejich zkrácení zvýšením rychlosti tažení předlitku.

Využití jaderných metod potvrdilo možnost ovlivnit dobu setrvání oceli v mezipánvi a snížit rozdíly mezi licími proudy. Mezipánev vhodné konstrukce garantuje optimální proudění taveniny a vytváří vhodné podmínky pro separaci nekovových nečistot a vysoký stupeň rafinace oceli, což vede k vysoké čistotě a homogenitě vlastností vyráběných předlitků.

STANOVENÍ DISTRIBUCE EXOGENNÍCH NEČISTOT V PRODUKTECH Z NEUKLIDNĚNÉ OCELI S VYUŽITÍM RADIONUKLIDŮ

Miloš Vaníček, Jiří Mayer

Výzkumný ústav hutnictví železa, Dobrá

Kvalitu hutních výrobků nepříznivě ovlivňuje přítomnost vměstků exogenního původu. Tyto mohou být příčinou takových povrchových vad, které způsobí značnou zmetkovitost výroby.

Metodou radioaktivních indikátorů byly pomocí radionuklidu ^{141}Ce sledovány při lití oceli do kokil dva exogenní zdroje :

- materiál izolačních desek umístěných v hlavě kokily,
- nástřiková hmota pro ošetření licích podložek.

Izolační desky byly nasyceny roztokem s indikátorem a naklínovány nebo vhozeny ve formě úlomků do kokil. Z ingotů byly vyválcovány kruhové sochory a tyto radiometricky proměřeny. Ve zjištěných povrchových vadách byla prokázána přítomnost aktivního materiálu desek. Znečištění materiálem desek bylo soustředěno do sochorů z paty ingotů a bylo úměrné množství značeného materiálu, rozložení vad odpovídalo mechanismu tváření válcováním.

Spektrometrická měření odebraných vzorků potvrdila předpoklad nepříznivého vlivu eroze naklínovaných izolačních desek z hlediska mikročistoty oceli. Přítomnost radionuklidu ^{141}Ce prokázala znečištění celého objemu ingotu s tím, že maximum mikronečistot se zachytilo v patní části ingotu.

Vybrané podložky byly po běžném nástřiku ošetřeny roztokem radioaktivního indikátoru ve vodním skle. Přítomnost radionuklidu ^{141}Ce byla radiometricky zjištěna v bramách vyrobených z ingotů oceli jakosti P 34 N. Výskyt hrubých povrchových vad byl spíše výjimečný. Distribuce znečištění mikrověstky byla sledována na odebraných vzorcích plechu metodami elektrolytické izolace vměstků s následnou chlorací při současném použití spektrometrie záření gama.

Výsledky prokázaly, že se jednalo o relativně čistý materiál s mírně zvýšeným znečištěním okraje plechu. Vizualní kontrola místa s mimořádně vysokým obsahem radioaktivního indikátoru vedla k nalezení vady typu jemné vlasové trhliny, ve vzdálenosti asi 6 mm od okraje plechu. Výjimečná situace byla zjištěna u vzorků plechu z hlavové části jednoho ingotu. Byly zde prokázány vysoké rozdíly znečištění po šířce plechu, s maximem ve středové oblasti. Nehomogenita se projevila rovněž vzhledem k tloušťce plechu,

soustředění nástríkové hmoty uvnitř plechu se projevilo formou dvojitosti.

Uvedené příklady potvrdily výjimečné možnosti metody radioaktivních indikátorů pro ověření vlivu exogenních zdrojů vměstků na vznik povrchových vad i na celkové znečištění oceli.

LETECKÝ SPEKTROMETR GR-820

Jiří Bartošek, Jan Mašek

Geofyzika s.p., Brno

John R.Cox

Exploranium G.S.Ltd., Bolton (Toronto)

Ve spolupráci výše uvedených firem byl vyvinut nový mnohokanálový spektrometr gama, převážně určený pro terénní pozemní a letecká měření s více velkoobjemovými detektory NaI(Tl). Proti až doposud užívaným systémům má GR-820 řadu vlastností, které podstatným způsobem zvyšují přesnost měření, zrychlují a zjednodušují obsluhu a umožňují přímé spojení prakticky se všemi druhy počítačů.

Spektrometr umožňuje současně připojení až 16 detektorů s celkovým objemem až 66 litrů, přičemž libovolná část může být konfigurována pouze pro měření kosmického záření a radonu. Systém zpracovává samostatně signály z jednotlivých detektorů, čímž je umožněna průběžná nezávislá stabilizace zesílení. Přesná digitální stabilizace založená na fitování stabilizačního píku Gaussovskou křivkou umožňuje používat ke stabilizaci i slabě zářící přirozené radioaktivní radionuklidy, jako je draslík nebo thorium. Stabilizace je plně automatická a operátor se může kdykoli během měření přesvědčit o její správné funkci.

Vlastní spektrometr má 256 nebo 512 kanálů, 50 MHz Wilkinsonův konvertor s korekcí na mrtvou dobu a na "pile-up" mezi jednotlivými detektory. Dva vestavěné mikropočítače řídí celou činnost systému včetně průběžné kontroly rozlišovací schopnosti jednotlivých detektorů. Spektrometr má vysoce kontrastní grafický elektroluminiscenční displej 640 x 200 bodů, který může zobrazovat jednotlivá nebo sumační spektra, časový průběh 4 zájmových spektrálních oblastí, informace o průběhu měření a chybové zprávy.

Spektrometr je ovládán přehlednou 21 tlačítkovou klávesnicí nebo externě počítačem. Spojení s počítačem je standardně přes sériový kanál RS-232, přes paralelní kanál nebo rozhraní IEEE-488 (tzv. HP Bus). Data se přenášejí průběžně s periodou 1 až 999 sekund. Tyto vlastnosti se projeví výrazně při použití spektrometru při leteckém geofyzikálním průzkumu a při monitorování životního prostředí.

SPEKTROMETRICKÝ SYSTÉM CELOTĚLOVÉHO POČÍTAČE

Ladislav Kolář

Ústav jaderného výzkumu, Řež

Celotělový počítač ÚJV (Nuclear Enterprises NE 815) byl doplněn spektrometrem Nuclear Data s analyzátozem ND66, osobním počítačem a systémem programů ASAP. Bylo nutné celý systém nainstalovat, prověřit a doplnit základní ovládací mechanismus tak, aby mohlo probíhat rutinní měření s minimálními požadavky na obsluhu.

Pro ovládání analyzátoru a ukládání naměřených dat bylo nutné vytvořit program NAITL. Program využívá velice jednoduchou techniku (obdobnou jako vlastní systém ASAP) předávání řízení jednotlivým obslužným programům pomocí dávkových (batch) souborů typu BAT, používaných standardně v operačním systému MS DOS. Program generuje zároveň příkazové soubory pro ASAP pomocí menu (neboť každému obslužnému programu lze předat najednou celý soubor instrukcí).

Druhý vyvíjený program SPL bude po svém definitivním dokončení zpracovávat výsledky měření. Protože původní program PEAK v ASAPu se ukázal jako nevhodný při vyhodnocování spekter z velkého krystalu NaI(Tl), bylo třeba od základu vyřešit všechny funkce. V první fázi program umožňuje ruční vyhodnocení spekter, v druhém kroku pak lze provést fitaci pomocí spekter kalibračních zářičů. Program používá knihovny nuklidů a speciální model pro výpočet všech sledovaných dozimetrických veličin. Výsledky měření jsou automaticky ukládány do několika typů souborů pro roční hlášení, průběžné hodnocení depozice a hlášení o pozitivních kontaminacích profesionálních pracovníků. To je vlastně současně s možností trvalého ukládání změřených dat a jednoduché obsluhy celého analyzátoru největší výhodou nového systému.

POLOVODIČOVÉ DETEKTORY PRO RF ANALÝZU

Miloš Vidra

Ústav jaderného výzkumu, Řež

Príspevek se zabývá vlastnostmi nízkoenergetických systémů pro měření Rentgenova záření a měkkého záření gama s vysokou rozlišovací schopností, jež byly vyvinuty v ÚJV Řež. Jsou uvedeny výsledky dosažené s planárními detektory Si(Li) a HPGe o aktivním průměru 4 - 15 mm. Dále je uvedena závislost rozlišovací schopnosti vybraných systémů pro energii 5,9 keV na impulsové zátěži pro dva typy předzesílovačů - s pulsní optoelektronickou vazbou a s vazbou typu "drain-feedback".

MOŽNOSTI ODHADU CHARAKTERISTIKY POLOHY A VARIABILITY SOUBORŮ RADIOGEOCHEMICKÝCH DAT HAMPELOVOU A BIWEIGHT METODOU

Pavel Podracký
Geologický ústav ČSAV, Praha

Při vyhodnocování radiogeochemických dat je poměrně častý výskyt souborů s význačnými odchylkami od modelové normální, resp. lognormální distribuce. Pro stanovení charakteristiky polohy a variability se v těchto případech osvědčují robustní Hampelův a biweight odhad.

Obě uvedené metody přiřazují vyšší váhu pozorováním v blízkosti odhadu charakteristiky polohy než těm, které jsou od odhadu vzdálenější, přičemž váha je funkcí

$$u = (\text{pozorování} - \text{odhad polohy}) / \text{odhad rozptylu}$$

kteřou se Hampelova a biweight metoda liší.

Odhadem rozptylu je median absolutních odchylek od odhadu charakteristiky polohy. Odhad charakteristiky polohy je pak váženým průměrem jednotlivých pozorování

$$x_{od} = (\sum w(u_i) \cdot x_i) / \sum w(u_i)$$

Vzhledem k této specifice je pro realizaci výpočtu užívána iterační procedura.

Biweight metoda je vhodná pro vyhodnocení souborů s výskytem extrémních hodnot. Hampelův odhad vyhovuje pro většinu výběrů s chvosty rozdělení delšími než u normální distribuce. Ve srovnání s obecně užívanými metodami představují další krok ke zvýšení věrohodnosti základních charakteristik souborů radiogeochemických dat.

SOUHRNY REFERÁTŮ Z KONFERENCE O INSTRUMENTÁLNÍ AKTIVAČNÍ
AŇALÝZE - IAA 91

Pro Československou spektroskopickou společnost při ČSAV
vydalo odd. VTEI. ÚJV Řež, květen 1991

Editoři: Ing. Ivan Obrušník, CSc a RNDr. Jaroslav Frána, CSc
Náklad 45 ks

CANBERRA-PACKARD-ND LTD

si dovoluje upozornit odbornou spektroskopickou veřejnost na novinky, s nimiž přichází na československý trh:

- HPGe detektory s 15-timěsíční zárukou
- Portable Plus - přenosný spektrometr nové generace
- SAMPO/90 - světově uznávaný program pro analýzu spekter gama, výsledek 25-letého vývoje se širokým okruhem aplikací - nyní i pro IBM/PC
- AlphaWorks - kvalitní SW pro analýzu spekter alfa
- HT/1000 - alfa/beta spektrometrický systém pro vysokou produktivitu práce
- 2101 TRP - nízkošumový nábojový předzesilovač typu 'Transistor Reset'
- X/Genie System - prostředek k použití X-terminálů v sítích DEC
- Radon Counting - čip VLSI pro konstrukci vlastních měřičů radonu
- Ultra/Lege - systém pro X-Ray analýzu s vysokým rozlišením
- 3590 - vysokokapacitní disková paměť pro analyzátor S-35 Plus
- Model 717 - přenosné olověné stínění detektorů
- Abacos/PC - IBM-PC SW pro vyhodnocování měření na celotělových počítačích

Kromě uvedených produktů nabízí firma Canberra ucelenou stavebnici svých osvědčených modulů pro stavbu libovolných alfa/beta/gama/X spektrometrických systémů - od detektoru po mnohakanálový analyzátor, vybavený dokonalým SW.

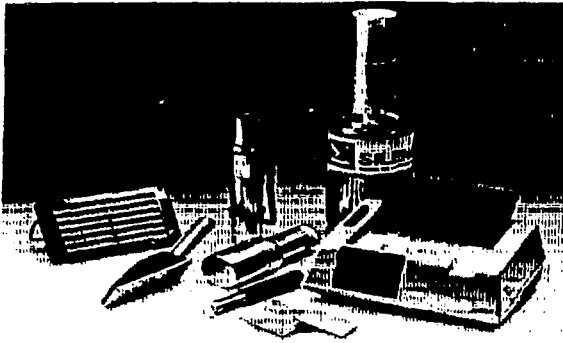
V této souvislosti upozorňujeme na cenově i funkčně optimální realizaci MCA na základě Vašeho PC, vybaveného některou z 9 různých analyzátorových desek typové řady:

- AccuSpec
- Canberra 100

Nejvýhodnější ekonomickou specifikaci Vašeho nového systému i doplnění stávající aparatury pomůže pro Vás připravit naše pražské konzultační středisko, které můžete kontaktovat na adrese:

Farského 4, 170 00 Praha 7, tel.: (02)879128, fax: (02)803273

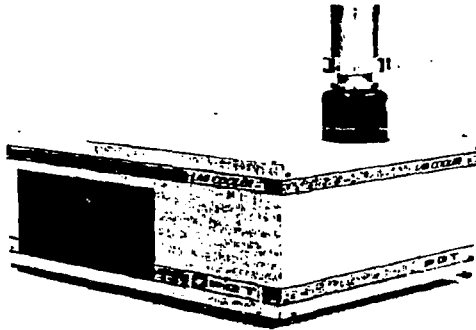
Zde obdržíte kdykoliv informace o nových produktech firmy, cenách i dodacích podmínkách a servisu.



SILENA "SNIP"

NUCLEAR INFORMATION PROCESSOR

- Multichannel analyser of spectral data from either NaJ(Tl) or HPGe detectors
- Multiscaler
- Single or dual ratemeter
- Single or dual scaler timer

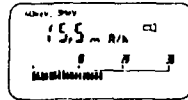
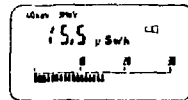
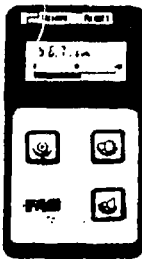


PGT LABCOOLER

Eliminates forever the need for liquid nitrogen with HPGe detectors.

- absolutely no degradation in resolution
- low cost
- compact size
- long service life
- easy installation
- quiet operation

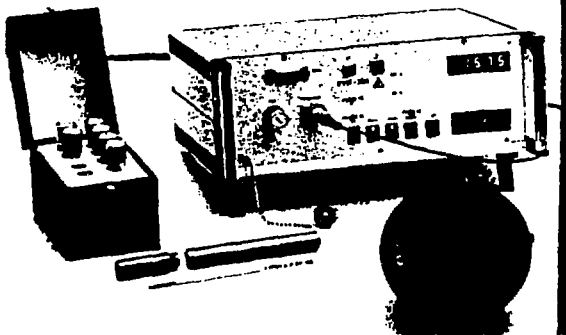
Easy to use, technically advanced



RADIAMETER FH 40 F

5 measuring instruments in one

- Dose rate measurements
- Dose rate warning
- Dose integrator
- Dose warning
- Contamination meter with external probes



SECONDARY STANDARD CALIBRATION SYSTEM

- meets performance requirements of a secondary standard for exact measurements of X and gamma radiation at protection levels
- used for calibration of health physics instrumentation
- Reference class dosimeter IQ4 for measurements of dose rate or dose by using a high-ohmic resistor or capacitor
- ionization chambers 0.02 ccm to 10 litres volume available
- excellent long term stability and reproducibility
- very low energy dependence
- protection against humidity by use of a thermostatically controlled heated amplifier