

UNIVERZA V LJUBLJANI
FAKULTETA ZA MATEMATIKO IN FIZIKO
ODDELEK ZA FIZIKO
FIZIKALNA MERILNA TEHNIKA

Valentin Počkaj

***VPLIV NEHOMOGENO PORAZDELJENE AKTIVNOSTI
OBSEVANEGA VZORCA V REAKTORJU TRIGA NA
REZULTATE k_0 -INAA***

Zaključna naloga

MENTOR: prof. dr. Žiga Šmit
SOMENTOR: doc. dr. Radojko Jaćimović
Ljubljana, 2015

I. IZJAVA O AVTORSTVU IN OBJAVI ELEKTRONSKE OBLIKE ZAKLJUČNEGA DELA

Spodaj podpisani Valentin Počkaj izjavljam:

- da sem zaključno nalogo z naslovom »Vpliv nehomogeno porazdeljene aktivnosti obsevanega vzorca v reaktorju TRIGA na rezultate k_0 -INAA« izdelal samostojno pod mentorstvom prof. dr. Žige Šmita in somentorstvom doc. dr. Radojka Jačimovića,
- da je elektronska oblika dela identična s tiskano obliko in
- da Fakulteti za matematiko in fiziko Univerze v Ljubljani dovoljujem objavo zaključne naloge v elektronski obliki na spletnih straneh.

Ljubljana, 23.9.2015

Podpis:

II. ZAHVALA

Doc. dr. Radojku Jaćimoviću se zahvaljujem za vso strokovno pomoč in podporo pri praktičnem delu, izdelavi zaključne naloge ter ves vložen čas in trud. Zahvaljujem se tudi prof. dr. Žigi Šmitu in ostalim zaposlenim na Fakulteti za matematiko in fiziko Univerze v Ljubljani ter na Institutu Jožefa Stefana, ki so mi kakorkoli pomagali. Prav posebej bi se zahvalil svoji družini, ki mi je omogočila šolanje in me veskozi podpirala, ter prijateljem, saj je bil študij zaradi njih veliko lažji.

III. IZVLEČEK

Zaključna naloga govori o uporabi k_0 -standardizacijske metode nevtronske aktivacijske analize (k_0 -INAA) na praktičnem problemu. V mojem primeru je bil poudarek na študiji vpliva nehomogeno aktiviranega vzorca sedimenta valjaste oblike različnih debelin (4 in 7 mm). Vzorca certificiranega referenčnega materiala BCR-320R Channel Sediment smo obsevali v vrtiljaku reaktorja TRIGA Mark II Instituta Jožef Stefan. Zaradi postavitve vzorca pri obsevanju na dnu obsevalnega kanala v vrtiljaku reaktorja, ki je nameščen na polovici višine reaktorske sredice, prihaja do nehomogenega obsevanja v aksialni smeri (spodnji del vzorca se bolj aktivira od zgornjega dela). Posledično z uporabo standardne procedure k_0 -INAA izračunamo večje vsebnosti elementov, kot v primeru, če vzorec pri meritvi na HPGe detektorju obrnemo »na glavo«.

Pri debelejšem vzorcu (debeline 7 mm) smo zaznali trend povišane koncentracije izmerjenih elementov pri običajni postavitvi v primerjavi z meritvami pri obrnjeni postavitvi vzorca. Ta se giblje okoli 3% za večino preučevanih elementov. Pri tanjšem vzorcu (debeline 4 mm) je bila ta razlika pričakovano nižja in se je gibala okoli 1%.

Ključne besede: k_0 -instrumentalna nevtronska aktivacijska analiza (k_0 -INAA), reaktor TRIGA, detektor sevanja gama, prostorska nehomogenost obsevanega vzorca

III. ABSTRACT

The final report presents the application of k_0 -standardization method of neutron activation analysis (k_0 -INAA) on a practical problem. In my case, the emphasis was on the study of the impact of inhomogeneous activated sediment sample, which has cylindrical shape of various thickness (4 and 7 mm). The samples of certified reference material BCR-320R Channel Sediment were irradiated in the carousel of the TRIGA Mark II reactor of Jožef Stefan Institute. Due to the placement of the sample during the irradiation at the bottom of radiation channel in the carousel of the reactor, which is located at half-height of the reactor core, there is an inhomogeneous radiation in the axial direction (the lower part of the sample is more activated than the upper part). Consequently, using the standard procedure k_0 -INAA, a higher content of the elements is calculated, like a the sample on HPGe detector is turned "upside down" during the measurement.

For a larger sample (7 mm thick), we observed the trend of increased concentrations of the measured elements in the normal layout compared to the measurements at the inverted pattern. This is around 3% for the majority of the studied elements. In a smaller sample (4 mm thick), this difference was smaller, as expected, and was around 1%.

Keywords: k_0 -instrumental neutron activation analysis (k_0 -INAA), TRIGA reactor, detector for gamma rays, spatial inhomogeneity of an irradiated sample

PACS: 28.20-v, 28.50.Dr,

IV. KAZALO

I. IZJAVA O AVTORSTVU IN OBJAVI ELEKTRONSKE OBLIKE ZAKLJUČNEGA DELA	2
II. ZAHVALA.....	3
III. IZVLEČEK.....	4
III. ABSTRACT.....	4
IV. KAZALO	5
1. UVOD	6
2. SIMBOLI IN SLOVAR IZRAZOV.....	7
3. TEORETIČNE OSNOVE	9
3.1. VRSTE AKTIVACIJSKE ANALIZE	10
3.2. OPIS HITROSTI JEDRSKE REAKCIJE TIPA (n, γ).....	10
3.2.1. FUNKCIJSKA OBLIKA PRESEKA.....	11
3.2.2. FUNKCIJSKA OBLIKA HITROSTI FLUENCE NEVTRONOV.....	12
3.3. AKTIVACIJSKA ENAČBA	13
3.3.1. k_0 -STANDARDIZACIJA.....	14
3.3.2. KOMPARATORKI FAKTOR A_u	14
3.3.3. CELOTEN KORELACIJSKI FAKTOR.....	15
3.4. SPEKTROMETRIJA GAMA.....	15
3.4.1. FOTOEFEKT.....	16
3.4.2. COMPTONOV POJAV.....	16
3.4.3. TVORBA PAROV.....	16
3.4.4. ATENUACIJA ŽARKOV GAMA.....	17
3.5. REAKTOR TRIGA MARK II.....	18
3.6. DELOVANJE DETEKTORJA.....	20
3.7. IZKORISTEK GERMANIJEVEGA DETEKTORJA CA5A	22
3.8. STANDARD	22
4. EKSPERIMENTALNI DEL	23
4.1. PRIPRAVA VZORCEV	23
4.2. OBSEVANJE.....	24
4.3. MERITVE.....	24
4.4. OBDELAVA PODATKOV	25
4.5. REZULTATI	30
4.5.1. ALIKVOT R0600.....	30
4.5.2. ALIKVOT R0601.....	34
5. ZAKLJUČEK	37
6. STVARNO KAZALO	38
7. SEZNAM LITERTURE	39
DODATEK I: k_0 -BAZA JEDRSKIH PODATKOV.....	40
DODATEK II: TABELE MERITEV ALIKVOTOV	42
DODATEK III: TABELA MERITEV MONITORJEV	43

1. UVOD

Namen zaključne naloge je na praktičnem problemu spoznati se z k_0 -standardizacijsko metodo nevtronske aktivacijske analize (k_0 -INAA) in uporabo reaktorja TRIGA Mark II pri obsevanju vzorcev. Praktično usposabljanje in meritve obsevanih vzorcev so bile opravljene na Institutu Jožef Stefan (IJS) na Odseku za znanosti o okolju (O-2).

Metodo k_0 se na O-2 uporablja za določanje elementne sestave v različnih vzorcih iz okolja in je v uporabi več kot 30 let. Metodo so raziskovalci IJS/O-2 optimizirali in je v rutinski uporabi za raziskovalne namene ter tudi za tržne raziskave. Leta 2009 so k_0 -metodo akreditirali po ISO/IEC 17025:2005 pri Slovenski Akreditaciji in pridobili akreditacijsko listino št. LP-090 (<http://www.slo-akreditacija.si/files/accreditation/260/pdf/lp090.pdf>) za 31 elementov periodnega sistema za različne vrste vzorcev organskega in anorganskega izvora (biološki vzorci, hrana, goriva, tla, sedimenti, minerali, blata čistilnih naprav, itd.). Za vzdrževanje listine IJS/O-2 nenehno izvaja potrebne aktivnosti na posodabljanju metode in nadaljnjem razvoju le-te. V okviru zagotavljanja in kontroli kakovosti rezultatov se na O-2 uporablja certificiran referenčni material BCR-320R Channel Sediment, ki ga je proizvedel Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM) iz Belgije.

Za namen mojega usposabljanja smo uporabili k_0 -metodo in izračunali vsebnosti elementov v certificiranem referenčnem materialu BCR-320R po standardnem delovnem navodilu (SDN-O2-K0(01)), ki je del akreditacijske listine LP-090. Želeli smo preveriti, kakšen vpliv ima prostorsko nehomogeno obsevan vzorec v vrtiljaku reaktorja TRIGA na končne rezultate analize k_0 -metode. V ta namen smo odtehtali dva alikvota vzorca v različno velikih polietilenskih ampulah in jih skupaj s standardom Al-0.1%Au (IRMM-530R) v obliki sendvičev obsevali v reaktorju TRIGA. Po obsevanju smo izmerili velikost inducirane sevanja gama na absolutno umerjenem HPGe detektorju v različnih legah vzorca (normalno in obrnjeno »na glavo«). Izmerjene spektre gama smo obdelali s programom HyperLab, ki izračuna neto površine vrhov v spektru in pripravi vhodne podatke za nadaljnjo analizo s programom Kayzero for Windows (KayWin[®]), ki nam izračuna vsebnost elementa v vzorcu.

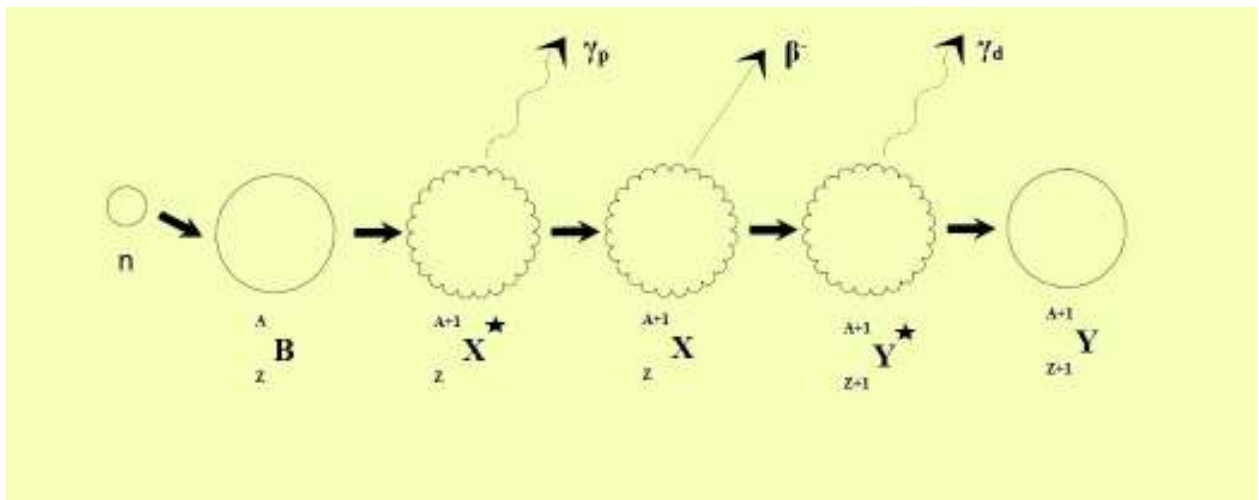
Pri primerjavi dobljenih rezultatov smo ugotovili, da pri običajni postavitvi vzorca na HPGe detektorju dobimo večjo koncentracijo merjenih elementov, kot v primeru, ko smo vzorec obrnili »na glavo«. To lahko pojasnimo s prostorsko nehomogenostjo obsevanosti vzorca zaradi aksialnega gradienta nevtronskega fluksa v obsevalnem kanalu.

2. SIMBOLI IN SLOVAR IZRAZOV

- A → aktivnost [s^{-1}];
A_p(E) → pogostost generiranja žarkov γ v vzorcu;
A_{sp} → specifična pogostost sunkov [$s^{-1} g^{-1}$];
B → ozadje;
C → faktor razpada radionuklida med meritvijo;
CPAA → aktivacijska analiza z nabitimi delci;
D → faktor razpada;
E → energija nevtronov [eV];
ENAA → aktivacijska analiza z reaktorskimi epitermičnimi nevtroni;
 \bar{E}_r → efektivna resonančna energija [eV];
E _{γ} → energija gama [eV];
f → razmerje med hitrostna fluenc termičnih in epitermičnih nevtronov;
F_{burn} → faktor izgorelosti jeder tarče in nastalega nuklida;
F_c → komparacijski faktor za Au;
F_{c-used} → srednje vrednosti F_c-faktorja za monitor, ki leži nad in pod obsevanim alikvotom;
F_{Cd} → faktor kadmijeve prepustnosti za epitermične nevtrone;
F_{totcorr} → celotni korekcijski faktor standardne procedure k₀-metode;
FNAA → aktivacijska analiza s hitrimi nevtroni;
G_e → faktor korekcije za lastno ščitenje za epitermične nevtrone;
G_{th} → faktor korekcije za lastno ščitenje za termične nevtrone;
I₀ → resonančni integral [cm^2];
I₀(α) → resonančni integral za $1/E^{1+\alpha}$ epitermični spekter [cm^2];
k_{0,x}(y) → faktor k₀ za y v odvisnosti od x;
M → molska masa [g mol⁻¹];
NAA → nevtronska aktivacijska analiza;
N_p → število izmerjenih sunkov v vrhu celotne energije, korigirano za izgube pulzov;
N₁ → število obsevanih jeder v tarči;
PAA → aktivacijska analiza s fotoni;
PGNAA → aktivacijska analiza s takojšnjimi nevtroni;
P/T → razmerje med številom sunkov v vrhu in celotnim številom sunkov v spektru;
Q₀ → razmerje med resonančnim integralom in presekom za referenčno hitrost nevtronov $v_0=2200$ m s⁻¹;
Q₀(α) → razmerje med resonančnim integralom ($1/E^{1+\alpha}$) in presekom za referenčno hitrost nevtronov $v_0=2200$ m s⁻¹;
R → hitrost jedrske reakcije tipa (n,γ) [s^{-1}];
R_{Cd} → kadmijevo razmerje;
R_e → hitrost reakcije (n,γ) z epitermičnimi nevtroni [s^{-1}];
R_{th} → hitrost reakcije (n,γ) s termičnimi nevtroni [s^{-1}];
R_x → specifična hitrost reakcije (n,γ) na jedro nuklida tarče [s^{-1}];
S → faktor nasičenja;
t_d → čas razpada [s];
t_{irr} → čas obsevanja [s];
t_m → čas meritve, merilni čas [s];
T_n → temperatura nevtronov [K];
TNAA → aktivacijska analiza z reaktorskimi termičnimi nevtroni;
T_{1/2} → razpolovni čas [s];

$v \rightarrow$ hitrost nevtronov [m s^{-1}];
 $v_0 \rightarrow$ referenčna hitrost nevtronov, 2200 m s^{-1} [m s^{-1}];
 $w \rightarrow$ masa monitorja [g];
 $\alpha \rightarrow$ parameter, ki opisuje odstopanje epitermičnega spektra nevtronov od idealne ($1/E$) porazdelitve;
 $\varepsilon_p \rightarrow$ izkoristek detekcije v vrhu celotne energije;
 $\Theta \rightarrow$ delež nuklida v izotopski sestavi elementa;
 $\lambda \rightarrow$ razpadna konstanta [s^{-1}];
 $\delta(E) \rightarrow$ presek za reakcijo (n, γ) z nevtroni energije E [cm^2];
 $\delta(v) \rightarrow$ efektivni presek za reakcijo (n, γ) z nevtroni hitrosti v [cm^2];
 $\delta_0 \rightarrow$ presek za nevtrone pri referenčni hitrosti $v_0=2200 \text{ m s}^{-1}$ [cm^2];
 $\varphi \rightarrow$ hitrost fluence nevtronov [$\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$];
 $\varphi_{\text{th}} \rightarrow$ hitrost fluence termičnih nevtronov [$\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$];
 $\varphi_e \rightarrow$ hitrost fluence epitermičnih nevtronov [$\text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$];

3. TEORETIČNE OSNOVE



Slika 1: Shematski prikaz jedrske reakcije preko vmesnega jedra, ki ga spremlja oddajanje žarkov gama in razpad β^- .

V osnovi delimo jedrske reakcije na dve vrsti: direktne reakcije in reakcije preko vmesnega jedra. Direktna reakcija poteka takoj ob vstopu projektila v tarčo. Običajno tako reakcijo zapišemo kot: $B + a \rightarrow Y + b$, pri čemer je B tarča, a projektil, Y in b pa novonastala delca. Reakcija poteka med 10^{-22} in 10^{-23} s, kar je enako času preleta projektila skozi jedro.

Za nas je bolj zanimiva t.i. reakcija preko vmesnega jedra. Večja verjetnost, da reakcija poteče, je takrat, ko ima projektil (v našem primeru nevtron) ustrezno energijo, torej, ko so energijski nivoji jedra primerljivi z energijo nevtrona. Tipična reakcija je shematsko prikazana na sliki 1. Nevtron (označen s črko n), zadene jedro (B) z masnim številom A in vrstnim številom Z . Pri tem nastane nestabilno vmesno jedro (X^*), ki višek energije odda preko žarka γ (γ_p - »prompt gamma«) ter tako preide v radioaktivno jedro. Sledi β^- razpad, pri čemer se nevtron v jedru (n), pretvori v proton (p), elektron (β^-) in elektronski antinevtrino. Slednja dva se izsevata, pri čemer se vrstno število poveča za 1, masno število pa ostane nespremenjeno. Omenjeni razpad lahko zapišemo kot: $n \rightarrow p + \beta^- + \bar{\nu}$. Jedro nato preide v vzbujeno stanje ter izseva enega ali več zapoznelih žarkov γ (γ_d - »decay gamma«), ki imajo določeno karakteristično energijo in jakost. Slednje lahko zaznamo in izmerimo z detektorji in na podlagi tega ugotovimo, s katerim elementom je projektil reagiral. Reakcijo preko vmesnega jedra lahko zapišemo tudi: $B + a \rightarrow X^* \rightarrow Y + b$. Vmesno jedro ima življenjsko dobo od 10^{-16} do 10^{-14} s, medtem ko prehod iz vzbujenega v osnovno stanje lahko poteka od nekaj sekund do več let, kar pa je odvisno od razpolovne dobe radionuklidov.

3.1. VRSTE AKTIVACIJSKE ANALIZE

Pri določanju elementne sestave različnih snovi se večkrat poslužujemo t.i. aktivacijske analize, kjer z zunanjim sevanjem povzročimo preoblikovanje nuklida v osnovnem stanju v radioaktiven nuklid. Pri tem se glede na vhodno sevanje uporabljajo tri različne metode:

- Aktivacijska analiza z nevtroni (NAA-Neutron Activation Analysis),
- Aktivacijska analiza z nabitimi delci (CPAA-Charged-Particle Activation Analysis),
- Aktivacijska analiza s fotoni (PAA-Photon Activation Analysis);

Na Odseku za znanost o okolju (O-2), ki je del Instituta Jožef Stefan, se uporablja NAA analiza, saj lahko z njo sočasno določamo elementno sestavo za 68 elementov, kar predstavlja približno 70% vseh elementov periodnega sistema. Ena izmed glavnih prednosti je velika prodornost nevtronov in obstoj takojšnjih in zakasnelih žarkov γ (prompt in decay gamma), ki nam omogočajo analizo s spektroskopijo gama. Poleg tega je metoda zelo občutljiva, saj lahko izmerimo vsebnost elementov do 10^{-12} g na gram analiziranega vzorca.

Po energiji nevtronov delimo NAA še na štiri metode:

- Aktivacijska analiza z nizkoenergijskimi nevtroni (PGNAA-Prompt Gamma Neutron Activation Analysis), pri kateri merimo takojšnje žarke γ in so energije nevtronov običajno manjše od 0,001 eV,
- Aktivacijska analiza s termičnimi nevtroni (TNAA-Thermal Neutron Activation Analysis), pri kateri merimo zakasnele žarke γ ,
- Aktivacijska analiza z epitermičnimi nevtroni (ENAA-Epithermal Neutron Activation Analysis), pri kateri odfiltriramo termične nevtrone in izkoristimo resonančne reakcije ter merimo zakasnele žarke γ ,
- Aktivacijska analiza s hitrimi nevtroni (FNAA-Fast Neutron Activation Analysis), pri kateri uporabljamo izvore nevtronov z visokimi energijami brez moderatorjev za upočasnjevanje, merimo žarke γ .

Poleg osnovnih metod se je pojavilo več različic aktivacijske analize, pred približno 40 leti tudi ko-standardizacijska metoda, ki temelji na eksperimentalno določenih jedrskih konstantah k_0 in Q_0 , ki sta neodvisni od obsevalnih naprav in samega detektorja [1, 2].

Pri ko-metodi poleg germanijevega detektorja potrebujemo še večkanalni analizator (MCA) skupaj z ostalimi elektronskimi komponentami. Bistveno je, da je germanijev detektor absolutno umerjen, kar lahko eksperimentalno storimo s točkastimi viri gama sevanja z znanimi aktivnostmi. Ker nekateri elementi oz. radionuklidi sevajo žarke z različnimi energijami, običajno dobimo v spektru okoli 200 vrhov. Za njihovo obdelavo uporabljamo program HyperLab [3]. Po končani analizi spektra dobljene podatke obdelamo še s programom Kayzero for Windows KayWin[®] [4], ki nam poda prisotne elemente ter njihovo koncentracijo v analiziranem vzorcu. Primer praktične uporabe programov je prikazan v nadaljevanju [1].

3.2. OPIS HITROSTI JEDRSKE REAKCIJE TIPA (n, γ)

V homogeni in izotropni fluenci nevtronov je hitrost jedrske reakcije tipa (n, γ) definirana kot:

$$R(v)dv = N_1 \sigma(v) \varphi(v) dv \quad (3.1)$$

kjer je: - N_1 : število obsevanih jeder v tarči nuklida,

- $\sigma(v)$: verjetnost reakcije, t.j. efektivni presek za reakcijo (n, γ) nuklida z nevtroni s hitrostjo v , enota cm^2 ,

- $\varphi(v)$: hitrost fluence nevtronov na enoto hitrostnega intervala (v [cm^{-3}]) pri hitrosti nevtronov v (v [cm^{-1}]) in je močno odvisna od mesta obsevanja;

Enačbo (3.1) lahko na energijskem intervalu zapišemo kot:

$$R(E)dE = N_1\sigma(E)\varphi(E)dE \quad (3.2)$$

pri čemer je $\sigma'(v) = \sigma(E)$, saj je to lastnost materiala in je neodvisna od skale. Prav tako velja enakost $R'(v)dv = R(E)dE$.

Nevtroni v jedrskem reaktorju imajo širok razpon hitrosti (energij). Pri integraciji na intervalu $[0, \infty]$, dobimo hitrost jedrske reakcije, od tu pa nato izračunamo specifično hitrost reakcije na jedro tarče. Ta je definirana kot:

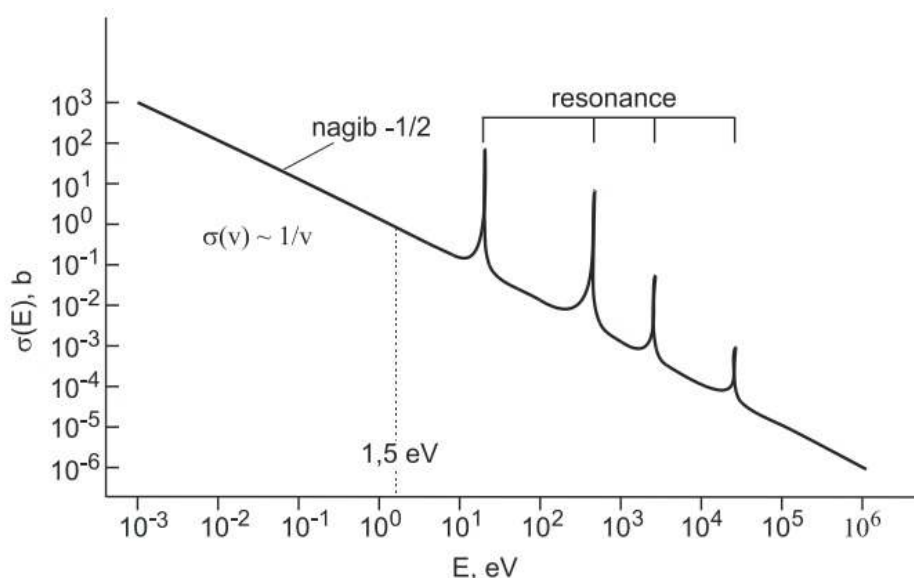
$$R_x = \frac{R}{N_1} = \int_0^\infty \sigma(E)\varphi(E)dE \quad (3.3)$$

3.2.1. FUNKCIJSKA OBLIKA PRESEKA

V energijskem območju pod 1,5 eV lahko presek σ za reakcijo (n, γ) v odvisnosti od energije opišemo s $\sigma(v) \propto \frac{1}{v}$ oziroma s $\sigma(E) \propto \sqrt{\frac{1}{E}}$. Nagib premice je $-\frac{1}{2}$, pri čemer izračunamo presek kot:

$$\sigma = \sigma_0 \frac{v_0}{v} = \sigma_0 \sqrt{\frac{E_0}{E}} \quad (3.4)$$

Pri določenih energijah nad 1,5 eV se pojavi resonanca, kjer je presek za zajetje nevtrona bistveno večji.



Slika 2: Presek za reakcije (n, γ) v odvisnosti od energije nevtronov [1].

3.2.2. FUNKCIJSKA OBLIKA HITROSTI FLUENCE NEVTRONOV

Porazdelitev $\varphi(E)$ v odvisnosti od energije E razdelimo na 3 območja:

1. Fisijski spekter ali spekter hitrih nevtronov.

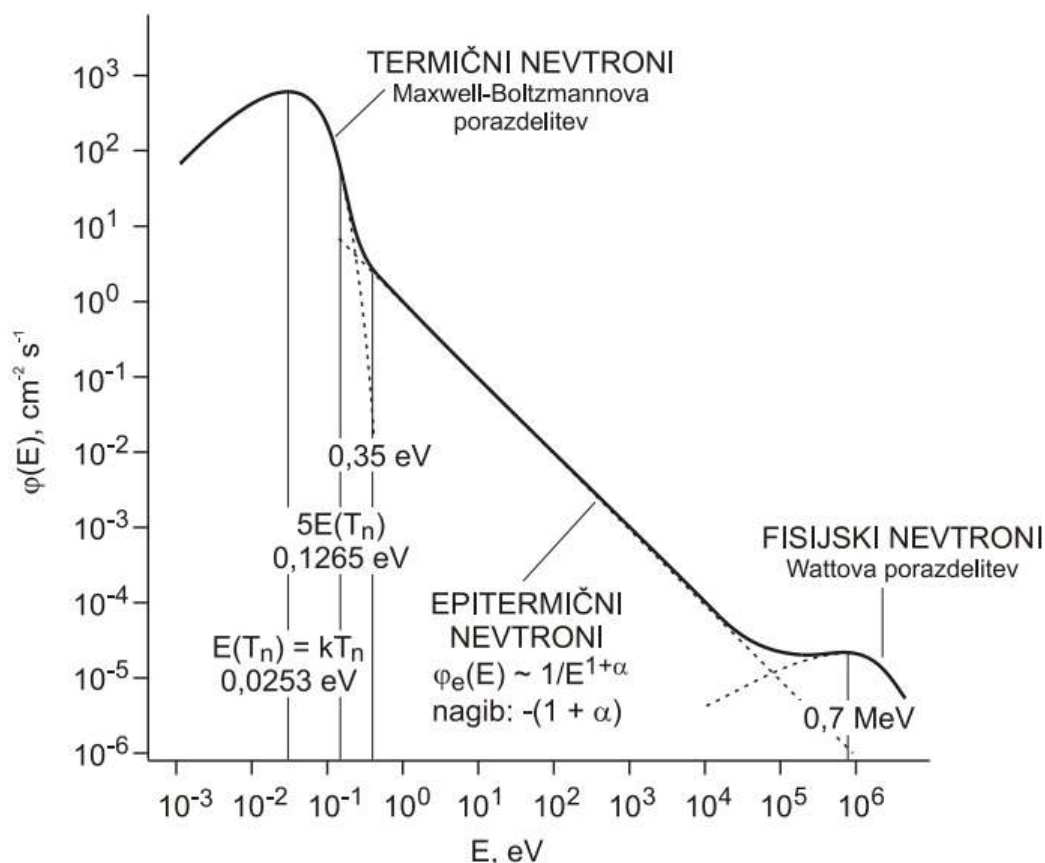
Energije nevtronov so okoli 0,7 MeV, porazdelitev pa opisuje Wattova enačba. Pri visokih energijah je presek $\sigma(E)$ v primerjavi s presekom termičnih nevtronov majhen in ga lahko zanemarimo, razen v primeru, ko vzorec vsebuje visok delež nekaterih elementov, kot so aluminij, silicij, titan, krom, železo, nikelj, cink...

2. Epitermični (vmesni) spekter nevtronov.

Pri idealnih pogojih lahko spekter opišemo kot $\varphi_e(E) \propto \frac{1}{E}$, v realnih pa kot $\varphi_e(E) \propto \frac{1}{E^{1+\alpha}}$, pri čemer je α na intervalu (-1, 1) in je v prvi aproksimaciji neodvisen od energije nevtrona.

3. Spekter nizkoenergijskih nevtronov.

Slednji je po procesu moderacije (upočasnjevanja) v termičnem ravnovesju z okolico (moderatorjem). Pri idealnih pogojih spekter opisuje Maxwell-Boltzmannova porazdelitev, ki ima maksimum pri $E(T_n) = kT_n$, kjer je T_n temperatura nevtronov, podana v Kelvinih, k pa predstavlja Boltzmannovo konstanto.



Slika 3: Porazdelitev hitrosti fluence reaktorskih nevtronov v odvisnosti od njihove energije [1].

Sama k_0 -metoda temelji na Høgdahlovi konvenciji, ki jo lahko izpeljemo iz enačbe (3.3), pri čemer integracijo razdelimo na dva dela:

$$R_x = \int_0^{v_{cd}} \sigma(v)\varphi(v)dv + \int_{E_{cd}}^{E_2} \sigma(E)\varphi(E)dE = R_{x,th} + R_{x,e} \quad , \quad (3.5)$$

iz česar izpeljemo $R_{x,th}$, ki je specifična hitrost reakcije za termične, $R_{x,e}$ pa specifična hitrost reakcije za epitermične nevtrone. Z nadaljnjo izpeljavo enačbe pridemo do zapisa Høgdahlove konvencije v obliki (izpeljava je opisana v Jaćimović, R. 2003, str. 17 [1]):

$$R_x = G_{th}\varphi_{th}\sigma_0 + G_e\varphi_e I_0(\alpha) \quad , \quad (3.6)$$

Faktor G_{th} (~ 1) opisuje lastno ščitenje termičnih nevtronov in nam pove, za koliko se zmanjša hitrost fluence zaradi absorpcije termičnih nevtronov znotraj vzorca, na kar pa zelo vpliva sama oblika vzorca. Faktor G_e (≤ 1) označuje lastno ščitenje za epitermične nevtrone. Velikost tega faktorja je odvisna od gostote jeder in resonančnih lastnosti nuklidov. V enačbi (3.6) φ_{th} predstavlja hitrost fluence termičnih, φ_e pa hitrost epitermičnih nevtronov. Resonančni integral označimo z I_0 .

$$I_0(\alpha) = (1eV)^\alpha \int_{E_{cd}}^{\infty} \frac{\sigma(E)dE}{E^{1+\alpha}} \quad (3.7)$$

Oznaka E_{cd} v enačbi (3.7) je faktor kadmijeve prepustnosti za epitermične nevtrone ($=0,55$ eV), α pa opisuje odstopanje epitermičnega spektra od idealne ($1/E$) porazdelitve. Kadmijev plašč uporabimo za prestrzovanje termičnih nevtronov. Problemu lastnega ščitenja se lahko izognemo z uporabo majhnih vzorcev, za monitorje fluence pa uporabimo zlitine z majhnim σ . V našem primeru smo za monitorje uporabili diskaste monitorje, izdelane iz folije iz zlitine Al-0.1%Au.

3.3. AKTIVACIJSKA ENAČBA

Ker hitrosti reakcije ne moremo meriti neposredno, si lahko pomagamo s karakterističnimi žarki γ . Povprečno aktivnost lahko zapišemo kot razmerje števila izmerjenih sunkov (N_p) in časom meritve (t_m), kar lahko izrazimo kot:

$$\frac{N_p}{t_m} = N_1^0 R_{x,1} SDC \quad (3.8)$$

V enačbi (3.8) N_1^0 predstavlja število jeder ob samem začetku obsevanja in ga izračunamo kot:

$$N_1^0 = \frac{wN_A\theta}{M} \quad (3.9)$$

kjer je w masa iskanega elementa v obsevanem vzorcu, N_A je Avogadrovo število, θ delež nuklida v izotopski sestavi elementa, M pa je oznaka za molsko maso.

Če se vrnemo na enačbo (3.8), moramo za izračun aktivnosti poznati $R_{x,1}$, ki je specifična hitrost reakcije za jedro nuklida tarče s presekom za zajetje σ_1 . Presek je pomnožen še s tremi faktorji:

- S je faktor nasičenja in je enak $1 - e^{-\lambda t_{irr}}$, pri čemer je $\lambda = \frac{\ln 2}{t_{1/2}}$, t_{irr} pa čas obsevanja vzorca,

- D imenujemo tudi faktor razpada in je enak $e^{-\lambda t_d}$, pri čemer je t_d čas med končanim obsevanjem in pričetkom meritve,

- C je faktor razpada radionuklida med samo meritvijo in je izražen kot $\left(\frac{1-e^{-\lambda t_m}}{\lambda t_m}\right)$, kjer je t_m oznaka za časovno dolžino meritve. Z nadaljnjo izpeljavo pridemo do izraza (3.10), ki nam pove specifično pogostost sunkov A_{sp} [$s^{-1} g^{-1}$]:

$$A_{sp} = \frac{\theta N_A}{M} \frac{1}{F_{burn}} (G_{th} \varphi_{th} \sigma_0 + G_e \varphi_e I_0(\alpha)) \gamma \varepsilon_p \quad (3.10)$$

kjer je γ verjetnost, da se zgodi izsevanje žarka γ , ε_p pa nam podaja izkoristek detektorja.

Če vzorec obsevamo pod plaščem iz kadmija, ta prestreže termične nevtrone, tako da odpade termični člen. Iz enakega razloga odpade tudi faktor izgorelosti (F_{burn}), saj k izgorevanju veliko bolj prispevajo termični kot pa epitermični nevtroni. Namesto faktorja F_{burn} uvedemo faktor F_{cd} , ki upošteva neidealnost kadmijevega plašča.

Tudi v praksi se lahko izognemo faktorju F_{burn} , če vzorec obsevamo manj kot 20 ur, kar pa velja za večino obsevanj, opravljenih na Reaktorskem Centru Podgorica.

3.3.1. k_0 –STANDARDIZACIJA

Če specifično pogostost sunkov v vzorcu in komparatorju (v našem primeru je to zlato) zapišemo kot razmerje, lahko s preureditvijo enačbe (3.10) pridemo do izraza, ki nam poda maso elementa. Indeks c v enačbi (3.11) označuje komparator, a pa vzorec:

$$W_a = \frac{\left(\frac{N_p/t_m}{SDC}\right)_a}{\left(\frac{N_p/t_m}{SDCW}\right)_c} \frac{1}{k_{0,c}(a)} \frac{G_{th,c} f + G_{e,c} Q_{e,c}(\alpha)}{G_{th,a} f + G_{e,a} Q_{e,a}(\alpha)} \frac{\varepsilon_{p,c}}{\varepsilon_{p,a}} \quad (3.11)$$

V zgornji enačbi predstavlja f razmerje hitrosti fluence termičnih in epitermičnih nevtronov, $Q_0(\alpha)$ pa razmerje med resonančnim integralom $\left(\frac{1}{E^{1+\alpha}}\right)$ in presekom za referenčno hitrost nevtronov v_0 , ki znaša 2200 m s^{-1} . Vrednosti k_0 lahko najdemo v literaturi ali določimo eksperimentalno. Definicija k_0 ne velja le za zlato, preprosto jo lahko razširimo tudi na druge komparatorje po formuli:

$$k_{0,c} = \frac{k_{0,Au(a)}}{k_{0,Au(c)}} \quad (3.12)$$

3.3.2. KOMPARATORSKI FAKTOR Au

Komparatorski faktor označimo kot F_c in je definiran kot:

$$F_c = \frac{A_{sp} 10^{-6}}{k_0 (G_{th} f + G_e Q_0(\alpha)) \varepsilon_p} \quad (3.13)$$

pri čemer je ε_p izkoristek detekcije v vrhu celotne energije. Razmerje med hitrostjo fluence termičnih in epitermičnih nevtronov (f), je pri ENAA enako 0. A_{sp} pa je specifična pogostost sunkov z enoto $s^{-1} g^{-1}$, ki jo izračunamo po formuli:

$$A_{sp} = \frac{N_p/t_m}{SDCW} \quad (3.14)$$

kjer N_p predstavlja število izmerjenih sunkov v spektralnem vrhu, popravljenim za izgubljene pulze, t_m je čas poteka meritve, w masa monitorja (glej sliko 9b), faktorje S , D in C pa smo predstavili v poglavju 3.3. F_c -faktor smo izračunali iz podatkov, pridobljenih z meritvijo monitorjev (glej Dodatek III.). Merili smo število sunkov v vrhu pri energiji 411,8 keV, ki pripada jedru ^{198}Au in se izseva pri prehodu v osnovno stanje. Za vsak monitor smo posebej izračunali F_c -faktor, F_{c-used} pa izračunamo kot aritmetično sredino med monitorjema F_{c1} in F_{c2} , ki med obsevanjem ležita nad in pod alikvotom.

$$F_{c-used} = \frac{F_{c1} + F_{c2}}{2} \quad (3.15)$$

Tako dobljen F_{c-used} nato vnesemo v program KayWin, v okno, ki je namenjeno vnosu podatkov o obsevanju. Glej sliko 16a.

3.3.3. CELOTNI KORELACIJSKI FAKTOR

Celotni korelacijski faktor $F_{totcorr}$ izračunamo s pomočjo podatkov meritev monitorja po naslednji formuli:

$$F_{totcorr} = \left(1 + \frac{F_{sat}}{100}\right) \left(1 + \frac{F_{anorg}}{100}\right) \left(1 + \frac{F_{masaCd}}{100}\right) \left(1 + \frac{F_{geom}}{100}\right) \quad (3.16)$$

kjer F_{sat} predstavlja faktor spremembe fluence nevtronov, F_{anorg} faktor vpliva osnove vzorca pri anorganskih vzorcih (v organskih tega nadomesti F_{org}), F_{masaCd} je faktor vpliva mase Cd plašča na določitev parametra f , F_{geo} pa je geometrijski faktor, odvisen od razdalje med virom sevanja in polprevodniškem Ge detektorjem. Rezultate k_0 -metode je nato potrebno pomnožiti s $F_{totcorr}$.

3.4. SPEKTROMetriJA GAMA

Spektrometrija gama temelji na štetju izsevanih žarkov γ iz radioaktivnih snovi. Žarek γ je visokoenergijski foton, ki nastane z anihilacijo elektrona in pozitrona (osnovnega delca in antidelca), pri čemer se delca izničita, energija pa se izseva v obliki dveh ali treh fotonov. Žarki γ se od rentgenskih žarkov razlikujejo zgolj po izvoru, saj slednji nastanejo ob zaviranju pospešenih elektronov in pri elektronskih prehodih v atomu, žarki γ pa se izsevajo kot višek energije pri jedrskih prehodih. Žarki γ imajo tudi nižjo specifično ionizacijo ter bolj prodorni kot žarki α in β , kar ima za posledico večjo razpolovno debelino, ki je v svincu za žarek z energijo 1 MeV 1 cm, v vodi pa 15 cm, pri čemer je pojemanje eksponentno.

Žarki γ interagirajo s snovjo na tri glavne načine, ki so odvisni od materiala in od energije žarkov.

3.4.1. FOTOEFEKT

Žarek γ izbije iz atoma elektron (v 80% iz lupine K) ter nanj prenese svojo energijo (E_γ), ki se pretvori v vezavno (E_v) in kinetično energijo elektrona (E_e), ki jo izračunamo kot:

$$E_e = E_\gamma - E_v \quad , \quad (3.17)$$

Izpraznjeno mesto zasede elektron iz višje energijske lupine, pri tem pa se izseva žarek X ali Augerjev elektron. Če žarek X uide iz detektorja, ima foto-vrh žarka γ v spektru manjšo energijo. Verjetnost za fotoefekt izračunamo kot:

$$P = Z^{4,5} E_v^{-3} \quad , \quad (3.18)$$

pri čemer Z predstavlja vrstno število, P pa verjetnost dogodka, ki se večja z večanjem vrstnega števila in pada z večanjem energija vpadnega žarka γ .

3.4.2. COMPTONOV POJAV

Žark γ se sipa na prostem elektronu in mu preda del energije. Preostalo energijo odnese sipani žarek γ , pri čemer se mu spremeni tudi smer. Energija sipanega žarka:

$$E'_\gamma = \frac{E_\gamma}{1 + \frac{E_\gamma}{511 \text{keV}}(1 - \cos \rho)} \quad (3.19)$$

Oznaka ρ predstavlja sipalni kot fotona, največ energije pa preda pri trku pod kotom 180° . Sipani žarek lahko ponovno interagira z elektroni v snovi s Comptonovim sipanjem ali s fotoefektom. Ker se energija le delno prenese na snov, se v spektru poleg vrhov pojavi tudi zvezno ozadje. Verjetnost Comptonovega pojava izračunamo po formuli:

$$P = Z E_v^{-1} \quad (3.20)$$

3.4.3. TVORBA PAROV

Energija žarkov γ se v električnem polju atomskega jedra pretvori v par elektron-pozitron. Energija E_γ mora biti večja od $2m_0c^2 = 1022 \text{ keV}$, višek energije se pretvori v kinetično energijo para. Pri prehodu skozi snov se delca upočasnjujeta, ko se pozitron ustavi, se anihilira z elektronom, pri čemer nastaneta dva anihilacijska žarka, vsak z energijo 511 keV. Tvorba in združitve trajata $< 1 \text{ ns}$.

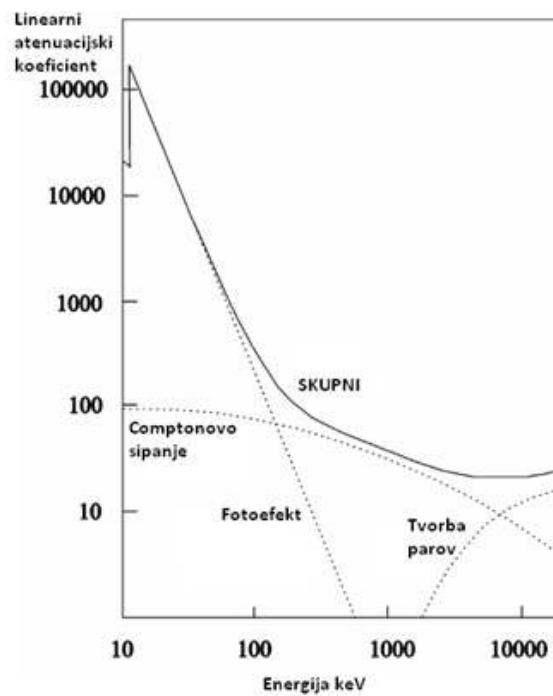
Če anihilacijski žarek uide iz detektorja brez interakcije s snovjo, se odložena energija zmanjša za 511keV. Uideta lahko oba žarka, tako da se odložena energija zmanjša za 1022keV. To vidimo kot vrh spektra (pri 511 keV in 1022 keV) ter jih imenujemo vrh enojnega in dvojnega pobega. Verjetnost za interakcijo s tvorbo parov izračunamo po formuli:

$$P = (Z^2 + Z) \ln E_v^{-1} \quad (3.21)$$

3.4.4. ATENUACIJA ŽARKOV GAMA

Z atenuacijskim koeficientom definiramo stopnjo interakcije vpadnih žarkov γ s snovjo. Atenuacijski koeficient narašča z atomskim številom elementa.. Skupni atenuacijski koeficient (μ_s) je vsota prispevkov zaradi fotoefekta (μ_{FE}), Comptonovega pojava (μ_{CP}) in tvorbe parov (μ_{TP}):

$$\mu_s = \mu_{FE} + \mu_{CP} + \mu_{TP} \quad (3.22)$$



Slika 4: Graf atenuacijskega koeficienta za germanij [5].

Po naslednji formuli pa lahko izračunamo, koliko žarkov γ (N) je prešlo skozi snov:

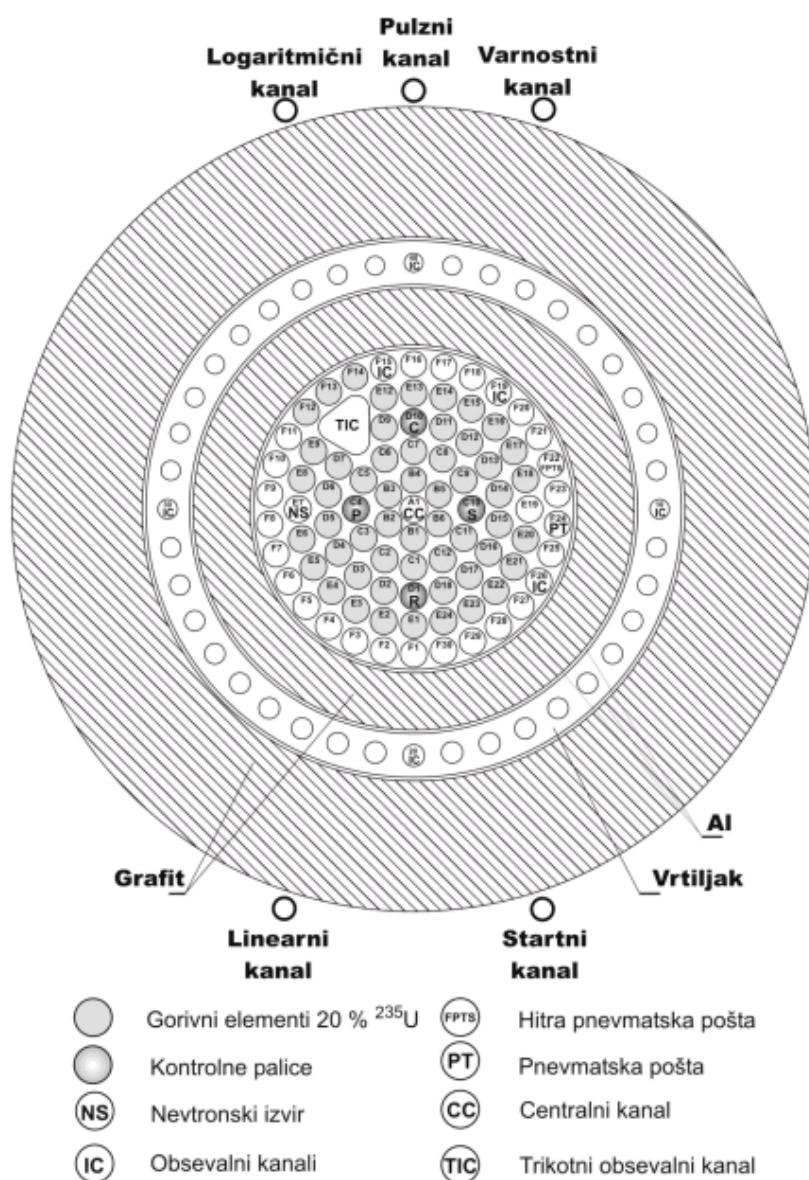
$$N = N_0 e^{-\mu D} \quad (3.23)$$

kjer N_0 pomeni število vpadnih žarkov γ , D pa debelino snovi, skozi katero prehajajo [5].

3.5. REAKTOR TRIGA MARK II

Jedrski reaktor TRIGA Mark II obratuje od leta 1966. Kratica TRIGA nam pove, zakaj se uporablja: »Training« (praktično usposabljanje bodočih upravljavcev za delo v reaktorju), »Research« (raziskovalna dejavnost), »Isotopes« (pridobivanje izotopov) ter »General Atomics«, ki je proizvajalec reaktorja.

Ob maksimalnem obratovanju proizvede 250 kW toplote in ima hitrost fluence nevtronov do $10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Kot gorivo se uporablja zmes urana in cirkonijevega hidrida, reaktor pa je zasnovan tako, da prenese temperature do 1000° C ter je varen tudi ob primeru popolne odstranitve kontrolnih palic ali izteka hladila. Slednje mora imeti dobre toplotne lastnosti (dobro prevajati toploto) in absorbirati čim manj nevtronov. S kontrolnimi palicami nadziramo reaktivnost ter tako nadziramo fluks nevtronov.



Slika 5: Vodoravni prerez reaktorske sredice [1].

Sama sredica leži v aluminijasti posodi višine 6,25 m in radija 1,0 m, napolnjena je z demineralizirano vodo, ki opravlja funkcijo hladila, ščita in moderatorja, s čimer nevtrone upočasnimo na termično območje. Aluminijasta posoda leži v betonskem in biološkem ščitu dolžine 8,2 m, širine 6,6 m in višine 6,55 m. Dostop do sredice je od zgoraj (za potrebe vzdrževanja, zamenjave goriva ...). Reaktor ima 8 kanalov, od tega sta 2 kanala radialna ter 6 eksperimentalnih: dva tangencialna kanala (eden od sredice, drugi od reflektorja) ter velika in mala termalna kolona. Slednja vodi do vroče celice, kjer so v zatesnjenem in zastekljenem prostoru naprave za manipuliranje z visoko radioaktivnimi vzorci.

V sredici sta dve rešetki, v kateri so nameščene gorilne in kontrolne palice ter vertikalni eksperimentalni kanali. Sredico obdaja grafitni reflektor skupaj z vrtiljakom za obsevanje.

Osrednji (aktivni) del sredice je velikosti 40,0x38,1 cm. V njem so gorilne palice premera 3,74 cm in višine 72,0 cm. Gorilne tablete so vstavljene med dve grafitni tableti, vse skupaj pa je oblečeno v nerjaveče jeklo. Uran (^{235}U) je obogaten na 20%, njegov masni delež v gorilnem elementu pa je 12%.

V sami sredici je 5 različnih in neodvisnih kanalov, ki merijo fluenco termičnih nevtronov in primarno sevanje gama.

- STARTNI KANAL je zadolžen za nadzor zagona in izklopa reaktorja, detektor pa je fisijski števec.

- LOGARITMIČNI KANAL meri periodo in moč reaktorja, za detektor pa je vgrajena električno kompenzirana ionizacijska celica, ki ionizacijski tok ojači in mu priredi napetost, ki je sorazmerna vhodnemu toku.

- LINEARNI KANAL meri moč reaktorja, detektor pa je električno kompenzirana ionizacijska celica.

- VARNOSTNI KANAL ima za detektor nekompenzirano ionizacijsko celico, ki meri nevtrone in žarke γ . Tok celica pretvori v napetost, ki je sorazmerna vhodnemu toku nevtronov.

- PULZNI KANAL ima za detektor nekompenzirano ionizacijsko celico, s katero v stacionarnem stanju meri fluenco nevtronov in moč reaktorja, v pulznem stanju pa maksimalno moč ter integral moči.

Poleg naštetih kanalov je v sredici tudi vrtiljak s 40 enakomerno razporejenimi cevmi iz aluminija (dolžina 24,5 cm, premer 3,0 cm). V slednje namestimo vzorce po cevi z oznako IC-40. Če želimo zapolniti vse cevi, moramo vrteti obroč, v katerem obsevamo vzorce - vrtiljak. V vsaki cevi je prostor za dva vzorca. Dno vrtiljaka je na polovici višine sredice, kjer je fluenca termičnih nevtronov največja.

Po obsevanju se vzorci s pnevmatičnim sistemom transportirajo v vročo celico, od tam pa v nadaljnjo obdelavo. Za kratkožive radioaktivne izotope se uporablja sistem pnevmatske pošte, ki deluje po načelu razlike tlakov. Tovrstne vzorce pošljemo na obsevanje v samo sredico. Za še bolj kratkožive izotope (z razpolovno dobo nekaj sekund) je v uporabi sistem hitre pnevmatske pošte (FPTS). Ta takoj po končanem obsevanju transportira kapsulo z vzorcem v laboratorij z detektorjem žarkov γ (to se zgodi v času 0,5-1,0 s). Pri tem ni potrebno odstraniti kapsule.

Poleg zgoraj opisanih kanalov sta v sredici še dva:

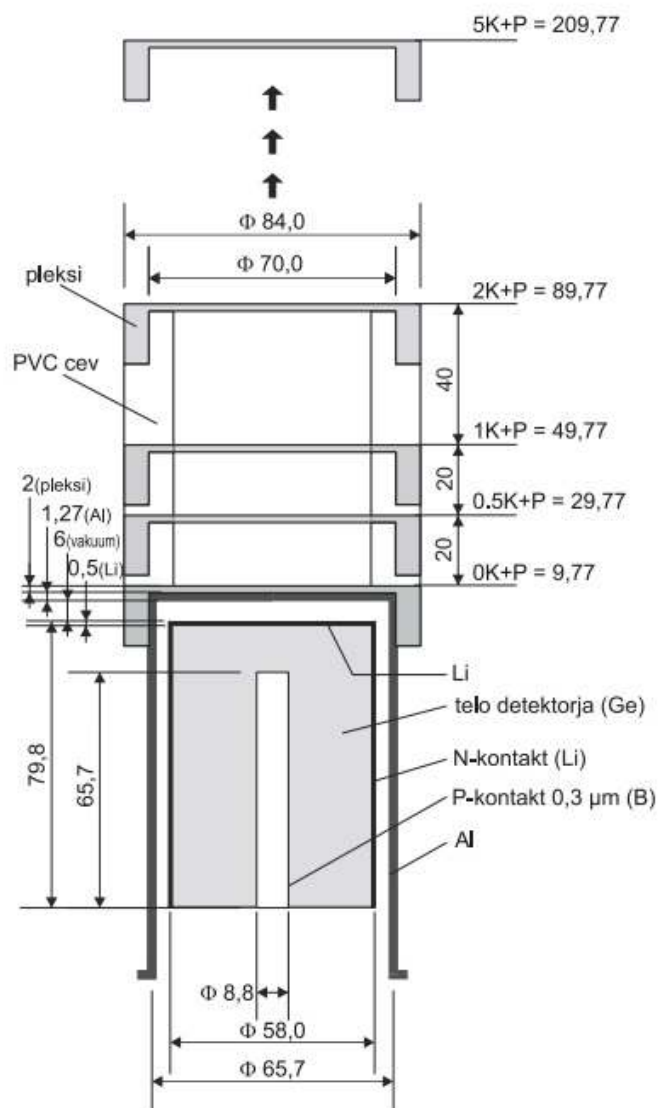
-TRIKOTNI KANAL (TIC), ki je namenjen obsevanju večjih vzorcev do širine 8 cm in dolžine 16 cm. Kanal je obtežen s svincem, ki preprečuje vzgonski sili hladila dvig cevi.

-CENTRALNI KANAL (CC), ki leži v samem centru sredice reaktorja, kjer je fluenca nevtronov največja (reda velikosti $10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$). Manipuliranje z vzorci poteka mehansko [1].

3.6. DELOVANJE DETEKTORJA

V kristalu detektorja se energija žarka γ zaradi interakcije s snovjo pretvori v kinetično energijo elektronov in pozitronov. Ti predajo energijo pri ionizaciji atomov v kristalu. Tvorijo se pari elektron-ion, ki prevzamejo vso energijo žarka γ . Elektroni se gibljejo prosto, v nasprotju z ioni, ki mirujejo. Slednji prevzamejo elektron od sosednjega, pri čemer nastane vrzel. Zaradi vpliva električnega polja se ta premika vse do elektrode, kjer lahko izmerimo naboj. Ta je premo-sorazmeren energiji vpadnega žarka na detektor.

Da vrzeli potujejo čim bolj neovirano, moramo zagotoviti čim večjo čistost kristala. Med elektrodama ne sme teči tok, če ni sevanja. Kristal mora biti tudi površinsko čist, da preprečimo površinske tokove med elektrodama, ter biti v vakuumu. Germanijev detektor je konstantno ohlajen na 77 K, s čimer zmanjšamo šum. Najbolj pogosto se uporabljata dve obliki kristala: koaksialni in planarni. Za slednjega je značilno, da ima boljšo ločljivost pri nizkih energijah in bolj homogeno električno polje.



Slika 6: Vertikalni prerez koaksialnega tipa germanijevega detektorja. Dimenzije so podane v milimetrih [1].

Kakovost (natančnost) detektorja nam poda njegova ločljivost, ki jo lahko izrazimo na več načinov:

- FWHM nam poda širino vrha v spektru na polovici njegove maksimalne višine,
- FWTM nam poda širino vrha na 1/10 maksimalne višine,
- FWFM nam poda širino vrha na 1/50 maksimalne višine;

Razmerje vrha pri 1332 keV za ^{60}Co proti povprečni višini spektra na energijskem intervalu 1040-1096 keV (Comptonov rob) nam prav tako pove kakovost detektorja, pri čemer je zaželeno čim višje razmerje, ki je običajno od 30:1 do 90:1.

Izkoristek detektorja je definiran v primerjavi s scintilacijskim NaI detektorjem za točkast izvor ^{60}Co na oddaljenosti 25,0 cm pri energiji 1332 keV. Tipične vrednosti germanijevih detektorjev so med 10% in 30%.

Sam detektor je obdan s ščitom, ki je običajno iz svinca. Pri absorpciji žarkov γ s fotoefektom seva žarke X v energijskem območju 70-90 keV. Te odstranimo z 1-2 mm plastjo kadmija, ki jih absorbira, ter izseva žarke X z energijo 22 keV, ki jih nato absorbira 0,7 mm plast bakra, ki ponovno izseva žarke X z energijami med 8-9 keV, kar pa je že izven našega merilnega območja.

Visoko napetostni usmernik vzdržuje napetost med elektrodama v kristalu, predojačevalnik zbira naboje, ojači signal in ga pošlje v ojačevalnik. Sunki iz detektorja niso primerni za prenos po kabljih, zato je ta vgrajen v sam detektor. Ojačevalnik signal dodatno ojači. Sunki imajo hitri dvizni in počasni relaksacijski čas, ojačevalnik pa ga preoblikuje v Gaussovo krivuljo. Analogno-digitalni pretvornik izmeri višino sunka, generira število (priredi kanal) ter pošlje signal v računalnik. V času, ko poteka pretvorba, pretvornik ne more sprejemati novih sunkov, kar imenujemo mrtvi čas števca. Dobljene podatke nato obdelamo z ustreznimi programi, kar bomo prikazali v nadaljevanju.

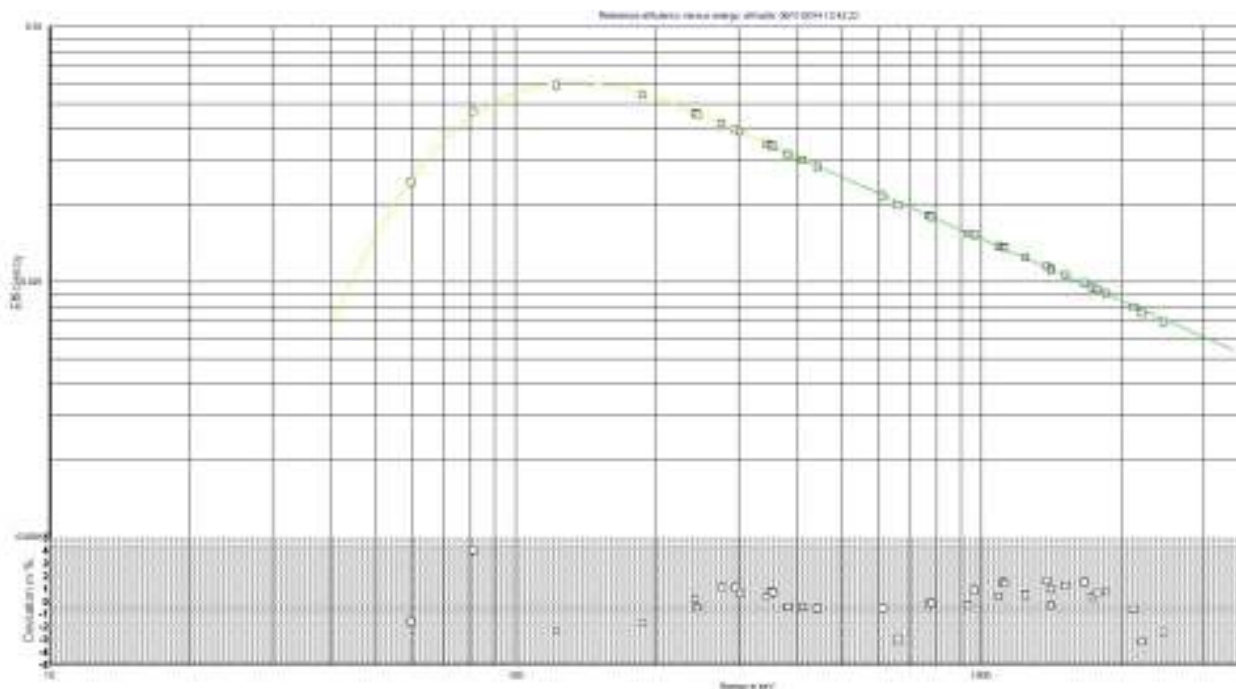
Da lahko dobljene podatke (lego, širino, število sunkov) pretvorimo v nam uporabnejše količine (energijo, ločljivost, aktivnost), je potrebna kalibracija. Slednjo opravimo s certificiranim izvorom sevanja gama, pri katerem poznamo energijo žarkov γ , verjetnost za emisijo posameznega žarka in razpolovni čas. Pri energijski kalibraciji na dovolj širokem območju izberemo 2-3 vrhove in jih primerjamo, prav tako kalibriramo tudi širino vrhov. Kalibracija izkoristka nam omogoča pretvorbo števila sunkov v aktivnost vzorca. Izkoristek je odvisen od dimenzij (velikosti) in gostote vzorca, snovi, oddaljenosti med detektorjem in vzorcem ter energijo izsevanih žarkov γ . Izkoristek izračunamo s formulo:

$$\varepsilon = \frac{\frac{N(E)}{t}}{A_p(E)} \quad (3.24)$$

kjer N predstavlja število izmerjenih sunkov, t čas meritve, $A_p(E)$ pa aktivnost γ v vzorcu [5].

3.7. IZKORISTEK GERMANIJEVEGA DETEKTORJA CA5A

Spodnji graf (slika 7) prikazuje izkoristek germanijevega detektorja CA5A, ki smo ga uporabljali pri naših meritvah. Prikazan je izkoristek v odvisnosti od energije žarkov γ .



Slika 7: Izkoristek detektorja CA5A na referenčni poziciji 16 cm (5K+P).

Grafa lahko razdelimo na dve območji ter ju matematično opišemo s semiempiričnima izrazoma:

Energijsko območje: 40.0 - 363.8 - 3500.0 keV

Prvi interval:

$$\log(\text{eff}) = -34.647444 + 40.789652 \log(e)^1 - 16.842684 \log(e)^2 + 2.272708 \log(e)^3$$

Drugi interval:

$$\log(\text{eff}) = -0.411781 - 0.806491 \log(e)^1$$

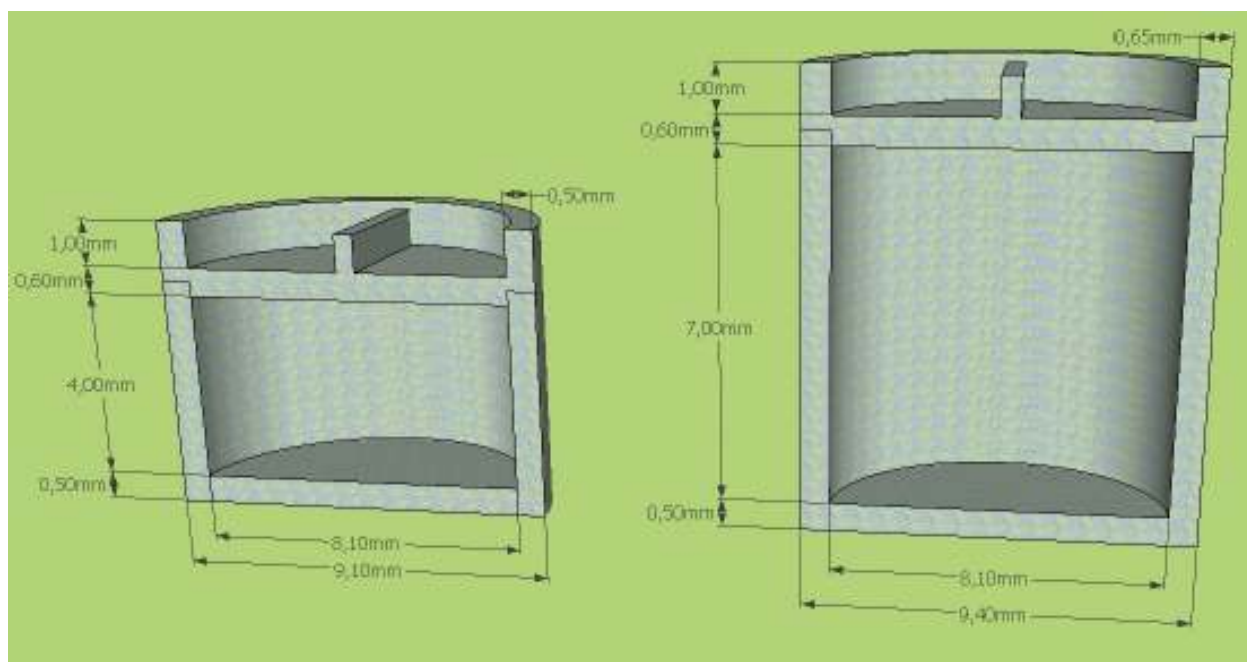
3.8. STANDARD

Za standard (monitor) smo uporabili diske, narejene iz folije, premera 6.7 mm in debeline 0,1 mm. Zlitino, iz katere je narejena folija, je za potrebe k_0 -metode izdelal IRMM. Zaradi dobrega ujemanja teoretičnih in eksperimentalnih podatkov se za komparator uporablja zlato [$^{197}\text{Au}(n,\gamma)^{198}\text{Au}$; $E_\gamma=411,8$ keV]. Vsebnost zlata v zlitini Al-0.1%Au znaša $0,1003 \pm 0,0012$ %, negotovost je podana za 95 % interval zaupanja [6]. Pred obsevanjem moramo standard tudi stehitati (glej sliko 9b), pri čemer pazimo, da ga ne kontaminiramo, kar bi povzročilo napako pri meritvi. Pri pripravi vzorcev na obsevanje standarde in alikvote vstavimo v polietilensko posodo, kamor jih vložimo po načelu »sendviča« (slika 10).

4. EKSPERIMENTALNI DEL

4.1. PRIPRAVA VZORCEV

Za potrebe naloge smo uporabili certificiran referenčni material tipa sediment z oznako BCR-320R, ki je pridobljen po zapletenem postopku in v omejeni količini. V prvem koraku smo najprej poskrbeli za primerno obleko (delovna halja, rokavice ...) ter čisto delovno okolje (z alkoholom smo očistili površino tehtnice ter uporabljeno orodje ...) ter tako preprečili kontaminacijo vzorcev. Nato smo izmerili maso dveh praznih, različno velikih valjastih polietilenskih posodic (glej sliko 9a) ter ju previdno napolnili z sedimentom BCR-320R, ki je v praškasti obliki.



Slika 8: Vertikalni prerez uporabljenih valjastih polietilenskih posodic.

Večji vzorec smo označili z R0600, manjšega pa z R0601. Nato smo vzorca ponovno stehtali, nepredušno zaprli ter nato določili maso sedimenta v posameznem vzorcu.

Oznaka vzorca	Polna posodica (g)	Prazna posodica (g)	Masa snovi (g)
R0600	0,49637	0,16509	0,33128
R0601	0,29396	0,11365	0,18031

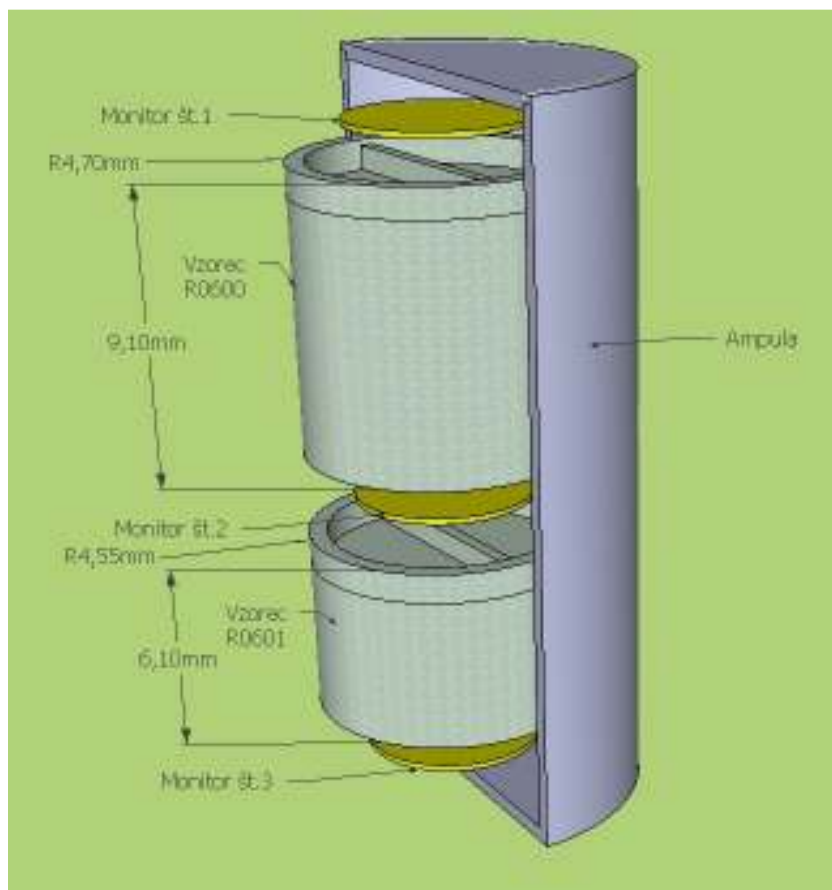
a.)

Oznaka monitorja	Masa monitorja (g)
1	0,00992
2	0,00905
3	0,00999

b.)

Slika 9: Izmerjene vrednosti mas za vzorca (a) in za monitorje (b).

Zatem smo monitorje z varilnikom folije nepredušno obdali s plastično folijo in s tem preprečili medsebojno kontaminacijo ter jih zložili v večji polietilenski tulec. Pri tem smo jih postavili enega na drugega, v vrstnem redu, ki je prikazan na sliki 10. S števili 1, 2 in 3 smo označili posamezne monitorje.



Slika 10: Prikaz postavitve dveh alikvotov in monitorjev.

Še posebej je bilo potrebno paziti, da so geometrijska središča vseh vzorcev ležala na isti geometrijski osi ter jih pri tem tudi fiksirali. S tem smo se izognili morebitnim nezaželenim premikom zaradi manipulacije z vzorcem. Polietilenski tulec smo ovili v plastično folijo ter vse skupaj vstavili v aluminijasto posodo, ki ji rečemo tudi Al-zajček. Tako pripravljene vzorce smo poslali na obsevanje.

4.2. OBSEVANJE

Obsevanje je potekalo 7.8.2014, od 5:05 do 17:05, v vertikalnem obsevalnem kanalu IC-40. Vstavljanje Al-zajčkov je mehansko, iz reaktorja ga izvlečemo s pnevmatskim sistemom. Po končanem obsevanju Al-zajček razstavimo v posebnem prostoru, imenovanem vroča celica, ter z merilcem sevanja preverimo, da nismo izpostavljeni preveliki dozi sevanja pri merjenju obsevanega vzorca.

4.3. MERITVE

Čas pričetka in trajanje meritve, oddaljenost od detektorja ter pozicija vzorca so navedeni v Dodateki II. Datoteke, ki so vsebovale podatke o meritvah, smo poimenovali sistematično. Prvih pet znakov je namenjenih oznaki vzorca (R0600 oz. R0601), šesti znak je *a*, ki predstavlja meritev običajno postavljenega vzorca, *b* pa meritev vzorca, obrnjenega na glavo. Nato je zapisano število od 1 do 4, ki označuje pozicijo meritve oz. če tega ni, pomeni, da je bila meritev opravljena na najvišji poziciji (4K+P). Na koncu smo s pripisom črke *s* označili datoteke, ki so bile opravljene v drugi, s črko *t* v tretji in s črko *c* v četrti meritvi. Če tega podatka ni, datoteka vsebuje podatke iz prve serije meritev.

Meritve so bile opravljene na petih različnih kalibriranih pozicijah ($4K+P=16$ cm, $2K+P=8$ cm, $1K+P=4$ cm, $0,5K+P=2$ cm, $0K+P=0$ cm), pri čemer je P debelina pleksi stekla (2,00 mm), na katerega položimo vzorec, K pa višina PVC cevi, ki znaša 40 mm (glej sliko 6.).

Trajanje meritve je bilo odvisno od oddaljenosti vzorca od detektorja ter od aktivnosti vzorca. Vzorce bližje detektorju smo načeloma merili krajši čas, saj smo v spektru gama zabeležili zadostno število sunkov za detekcijo različnih radionuklidov. Aktivnost vzorca eksponentno pada s pretečenim časom od končanega obsevanja. Tako smo med prvo serijo meritev opravljali meritve vsako uro, nato pa smo med naslednjimi serijami trajanje posamezne meritve zaradi zmanjšane aktivnosti podaljšali na 5-17 ur. Na sliki 11 je prikazan vzorec na HPGe detektorju na poziciji $2K+P$.

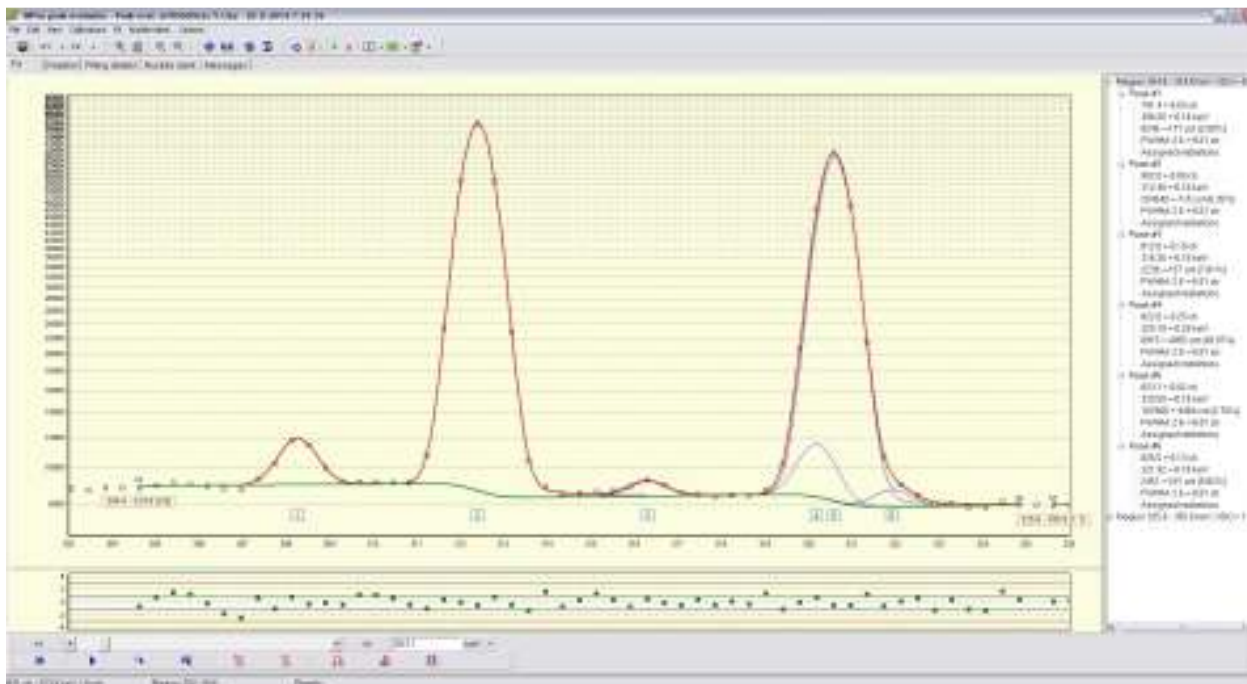


Slika 11: Alikvot na germanijevem detektorju, položen na pleksi steklo (pozicija $2K+P$).

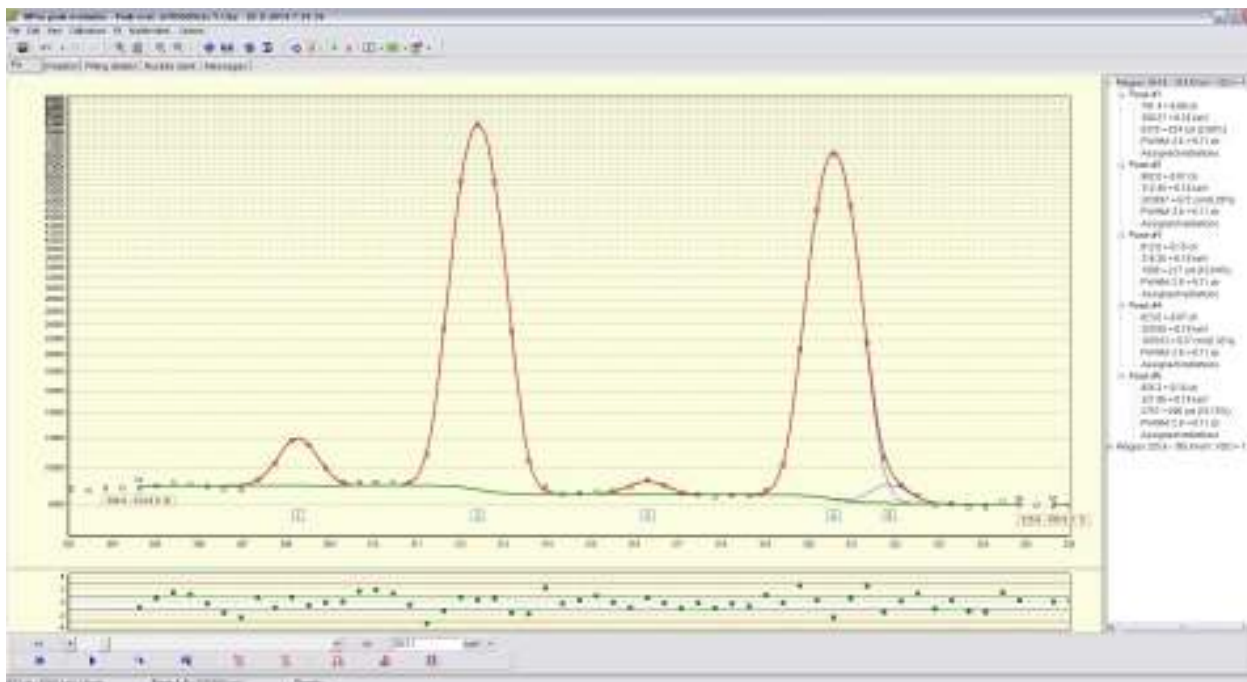
4.4. OBDELAVA PODATKOV

Pri obdelavi podatkov si pomagamo z dvema programoma, KayWin in HyperLab. Slednji nam izriše spekter na energijskem območju med 20 keV ter nekje do 3200 keV. Izrisan graf pregledamo in ročno popravimo, pri tem pa stremimo k temu, da dobimo krivulje, ki se kar se da dobro prilegajo Gaussovi porazdelitvi, s čim manj razpotegnjenimi repi in konstantnim ozadjem. Na sliki 12(a) vidimo štiri glavne vrhe ter zeleno črto, ki predstavlja ozadje, navpična os pa predstavlja število sunkov. Pri obdelavi konkretnega dela spektra smo izbrisali rep med vrhom 2 in 3 ter »vrinjen« vrh 4, ki ima na desni strani navedeno 50% negotovost. Poleg negotovosti lahko na desni strani odčitamo še kanal in energijsko območje vrha, število sunkov ter FWHM vrednost. Vsi ti podatki imajo podano negotovost, prav tako je pod spektrom za vsak kanal vrisana negotovost, sami pa med obdelavo strmimo k temu, da napake čim bolj približamo vrednosti 0. Obdelan spekter prikazuje slika 12b.

Pri preučevanju neenakomerne aktivnosti vzorca smo se ravnali po standardnem delovnem navodilu (SDN-O2-K0(01) [7]). Tako smo združili tri meritve. Iz prve meritve smo uporabili podatke, izmerjene na poziciji $4K+P$, iz druge in tretje pa podatke, izmerjene na poziciji $0,5K+P$.



a.)



b.)

Slika 12: Izsek neobdelanega (a) in ročno popravljenega dela spektra (b) v programu HyperLab, v energijskem območju 304-324 keV.

Po končani obdelavi spektra smo podatke izvozili v program KayWin. Pri tem smo najprej preverili podatke o lastnostih detektorja, kar je zajemalo tip detektorja, dimenzije in gostoto germanijevega kristala ter absorberjev, prisotnih v detektorju (glej sliko 13). Za pozicije, kjer smo opravljali meritve, smo vnesli njihovo oddaljenost od glave detektorja.

Solang/Coincidence Detector Parameters

Detector Code: CA5A
 Comment: Canberra 45%, CA5A (OK,0.5K,1K,2K,ref=4K+P)
 User: IJS, 0-2
 Last Modification: 14/03/2014 16:19:31

Detector Crystal

Detector type: 3: hyper pure with coaxial cavity
 Crystal Material: Germanium Density (kg/m3): 5350.000
 Crystal Radius (mm): 35.450 Height (mm): 49.950
 Cavity/Core Radius (mm): 5.000 Height (mm): 32.000
 Vacuum Gap (mm): 6.156 Pulse Shaping (us): 4.000

Absorbers	Material	Density (kg/m3)	Thickness (mm)
Contact Layer	#Cu	8920.000	0.000
Source Support	PMMA	1180.000	2.000
Detector Can	#Al	2700.000	1.500
Top Dead Layer	#Li	535.000	1.170
Other	#C2H4	900.000	1.000

Platform

Number of positions: 5 Reference Position: 5
 Positions: 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
 Distance A (mm): 0.000 20.000 40.000 80.000 160.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
 Air layer between can and top of the source platform (mm): 0.000

Energies

Number of Energies: 17
 Energy (keV): 40.0 50.0 60.0 80.0 100.0 150.0 200.0 300.0 400.0 500.0
 600.0 800.0 1000.0 1500.0 2000.0 3000.0 3500.0

OK Cancel Print

Slika 13: Vnos specifikacij germanijevega detektorja CA5A

Solang/Coincidence Source Parameters

Comment: Spink_0900 Soil
 User: IJS 012
 Last Modification: 15/05/2014 11:29:31

Vial/Wall Material: #C2H4 Density (kg/m3): 900.000
 Inner Radius (mm): 4.045 Inner Height (mm): 7.000
 Side Thickness (mm): 0.655 Bottom Thickness (mm): 0.500
 Distance (mm): 0.000 (from vial bottom to platform)

Matrix Interpolation Vial Volume (ml): 0.330
 Pay attention to the filling height when using matrix interpolation.
 Matrix interpolation can not be used for point sources.

Source Material: Soil
 Density 1 (kg/m3): 900.0

OK Cancel Print

a.)

Solang/Coincidence Source Parameters

Comment: Austidok.d46.7mm(40.1mm)
 User: IJS 0-2
 Last Modification: 14/03/2014 16:47:27

Vial/Wall Material: - Density (kg/m3): 0.000
 Inner Radius (mm): 3.350 Inner Height (mm): 0.100
 Side Thickness (mm): 0.000 Bottom Thickness (mm): 0.000
 Distance (mm): 0.000 (from vial bottom to platform)

Matrix Interpolation Vial Volume (ml): 0.914
 Pay attention to the filling height when using matrix interpolation.
 Matrix interpolation can not be used for point sources.

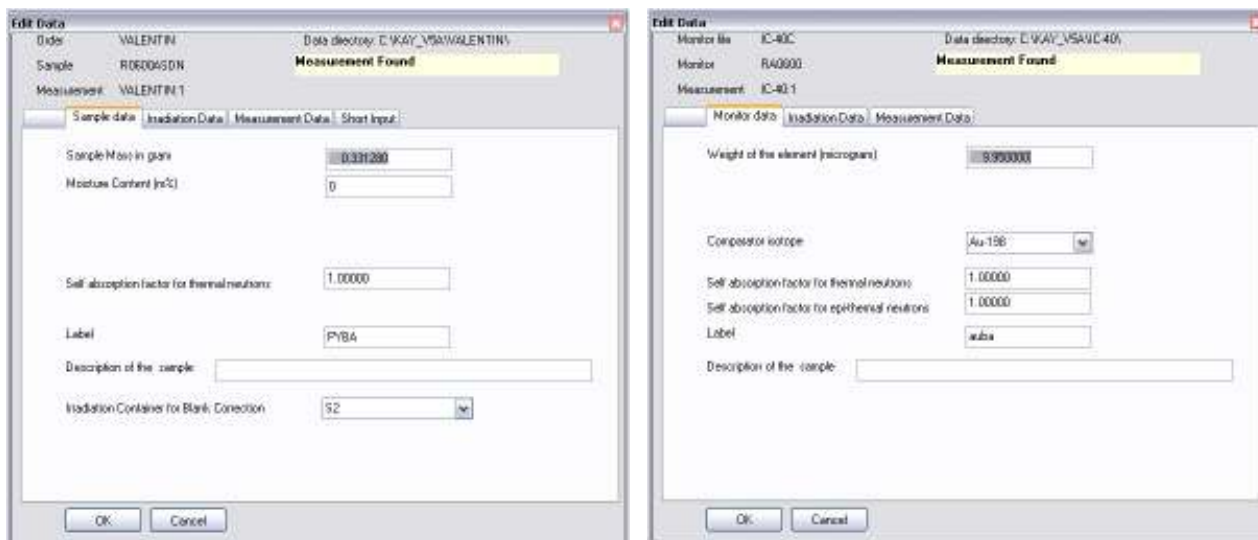
Source Material: BAU
 Density 1 (kg/m3): 2588.9

OK Cancel Print

b.)

Slika 14: Vnos podatkov o polietilenski posodici (a) in dimenzijah monitorja (b).

Na sliki 14(a) je prikazano programsko okno KayWin, kamor smo vnesli dimenzije in podatke o materialu, iz katerega je narejena polietilenska valjasta posodica, v katero smo med pripravo vzorcev dali certificirani referenčni material (BCR-320R). Za slednjega smo za aproksimacijo privzeli sestavo prsti (ang. soil) z 80% deležem CaCO_3 in 20% deležem SiO_2 . Pod b) smo vnesli dimenzije monitorja. Pri obeh smo vnesli še sestavo merjenega materiala in njegovo gostoto. Na sliki 15 je prikazano programsko okno, kamor smo vnesli maso vzorca (a) in maso monitorja (b).

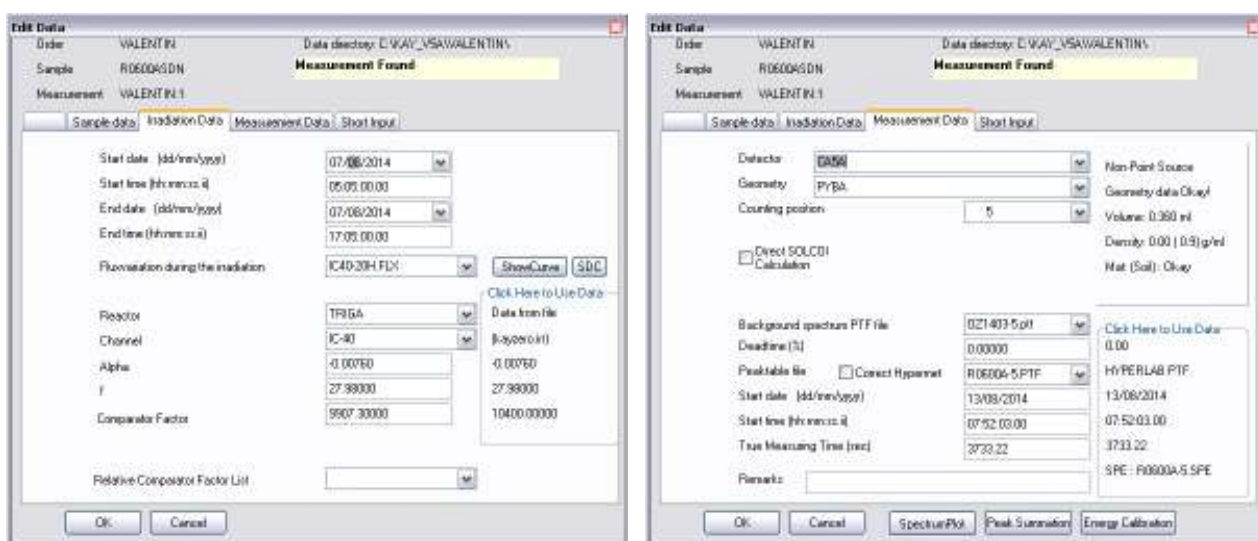


a.)

b.)

Slika 15: Vnos podatkov o masi vzorca (a) in masi monitorja ter vrsti komparatorja (b).

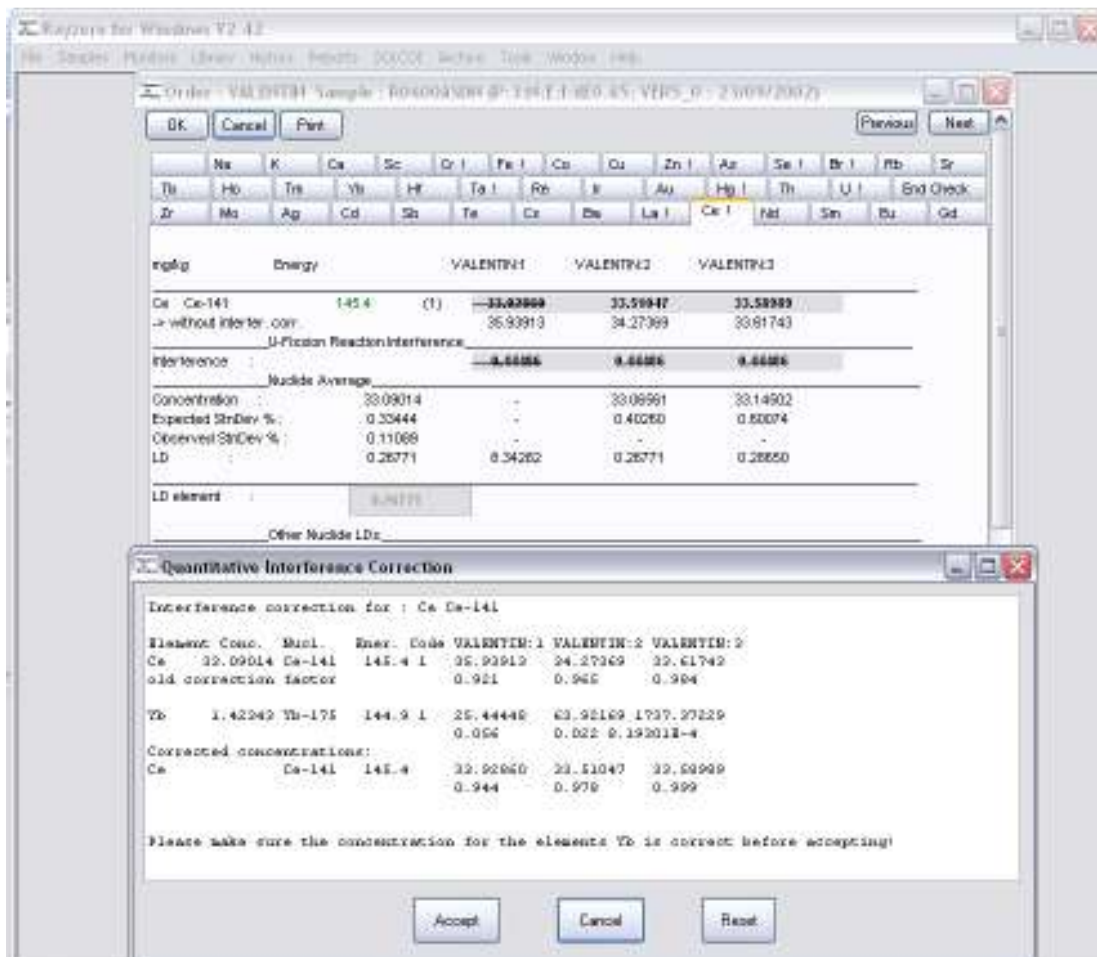
Na sliki 16(a) so vneseni podatki o časovnem poteku in fluksu nevtronov med samim obsevanjem. Naveden je tudi tip reaktorja in kanal, v katerem je potekalo obsevanje, parameter α , razmerje med fluenco termičnih in epitermičnih nevtronov (f) ter komparacijski faktor F_c , ki ga dobimo z monitorji in se izračuna iz povprečja dveh monitorjev (spodnjega in zgornjega). Slika 16 (b) prikazuje vnesene podatke o CA5A detektorju, poziciji, kamor smo postavili alikvot, spektru ozadja ter časovnem poteku meritve.



a.)

b.)

Slika 16: Podatki o poteku obsevanja (a) in opravljene meritvi (b).



Slika 17: Seznam zaznanih elementov, skupaj z upoštevanimi popravki.

Na zgornji sliki 17 je prikazan primer za cerij, ki ima vrh pri $E_\gamma = 145,4$ keV. Upoštevali smo podatke, pridobljene z 2. in 3. meritvijo, ker gre za dolgoživ izotop ^{141}Ce ($t_{1/2} = 46814,4$ min, glej Dodatek I) in se tako izognili vplivu kratkoživih izotopov. Podan je tudi prispevek interferenčne fisijske reakcije urana, ki jo odštejemo od izmerjene vrednosti za cerij. Prav tako odštejemo prispevek iterbija (^{175}Yb), ki je posledica delnega prekrivanja vrhov ^{141}Ce in ^{175}Yb ($E_\gamma = 144,9$ keV). Kratica LD (glej enačbo 4.1) pomeni mejo detekcije, t.j. pri kakšni koncentraciji lahko element oz. radionuklid še zaznamo. V bližini te meje so podatki manj zanesljivi. Na podoben način obdelamo podatke še za preostale elemente ter dobljeno izvozimo v TXT format, ki je prilagojen za uvoz v program Microsoft Excel.

4.5. REZULTATI

4.5.1. ALIKVOT R0600

	corrected	V2.42	20.10.2014		corrected	V2.42	20.10.2014			
	R0600ASDN	R0600ASDN	R0600ASDN		R0600BSDN	R0600BSDN	R0600BSDN		CA5A	
	PYBA	PYBA	PYBA		PYBB	PYBB	PYBB		4K, 0.5K and 0.5K+P	
	mg/kg	mg/kg	mg/kg		mg/kg	mg/kg	mg/kg		Ratio	
El.	Conc.	unc.	LD	Unc. %	Conc.	unc.	LD	Unc. %	PYBA/PYBB	unc, k=1
Ag	0,49	0,07	0,3	13,4	0,42	0,05	0,4	12,1	1,176	0,181
As	23,5	0,8	1,0	3,6	22,6	0,8	1,0	3,6	1,038	0,051
Ba	263	9	9	3,5	254	9	9	3,6	1,035	0,050
Br	81,0	2,8	0,7	3,5	80,1	2,8	0,9	3,5	1,011	0,050
Ca	36077	1292	433	3,6	34928	1256	449	3,6	1,033	0,051
Cd	2,11	0,22	1,93	10,5	2,97	0,25	2,17	8,4	0,710	0,134
Ce	34,2	1,2	0,3	3,5	32,9	1,2	0,3	3,5	1,042	0,050
Co	9,71	0,34	0,02	3,5	9,46	0,33	0,03	3,5	1,026	0,050
Cr	59,5	2,1	0,5	3,5	56,7	2,0	0,5	3,5	1,049	0,050
Cs	4,24	0,15	0,06	3,5	4,11	0,15	0,07	3,5	1,031	0,050
Eu	0,700	0,027	0,007	3,9	0,676	0,027	0,008	4,0	1,036	0,056
Fe	25169	882	31	3,5	24320	853	31	3,5	1,035	0,050
Hf	4,73	0,17	0,04	3,5	4,54	0,16	0,04	3,5	1,043	0,050
Hg	0,902	0,040	0,173	4,4	1,001	0,048	0,178	4,8	0,901	0,065
K	12119	561	1962	4,6	12170	571	2138	4,7	0,996	0,066
La	19,5	0,7	0,1	3,5	19,3	0,7	0,1	3,5	1,011	0,050
Na	9254	324	12	3,5	8941	314	13	3,5	1,035	0,050
Nd	17,3	0,7	0,7	4,0	16,0	0,7	0,7	4,1	1,086	0,057
Rb	64,3	2,7	1,4	4,2	62,0	2,2	1,5	3,5	1,037	0,055
Sb	1,10	0,04	0,04	3,6	1,08	0,04	0,04	3,6	1,020	0,051
Sc	5,21	0,18	0,002	3,5	5,02	0,18	0,002	3,5	1,038	0,050
Se	0,814	0,063	0,286	7,8	0,860	0,077	0,347	9,0	0,946	0,119
Sm	3,05	0,11	0,01	3,5	3,01	0,11	0,01	3,5	1,012	0,050
Sr	192	10	27	5,1	183	9	29	5,1	1,050	0,072
Ta	0,500	0,018	0,015	3,6	0,476	0,017	0,018	3,6	1,051	0,051
Tb	0,420	0,015	0,021	3,5	0,413	0,015	0,024	3,6	1,017	0,051
Th	5,28	0,19	0,04	3,5	5,08	0,18	0,04	3,5	1,039	0,050
U	1,67	0,06	0,08	3,6	1,61	0,07	0,09	4,2	1,033	0,056
Yb	1,47	0,05	0,04	3,7	1,40	0,05	0,04	3,5	1,053	0,051
Zn	321	11	1	3,5	310	11	1	3,5	1,034	0,050

Slika 18: Izmerjene koncentracije elementov v vzorcu R0600, pridobljene s k_0 -INAA.

V prvem stolpcu so navedena imena elementov, prisotnih v vzorcu, nato pa so podane koncentracije (Conc.) posameznega elementa, sledi negotovost (unc.) podana kot kombinirana standardna negotovost ($k=1$) ter meja detekcije (LD). Slednja je odvisna od ozadja in jo izračunamo po formuli:

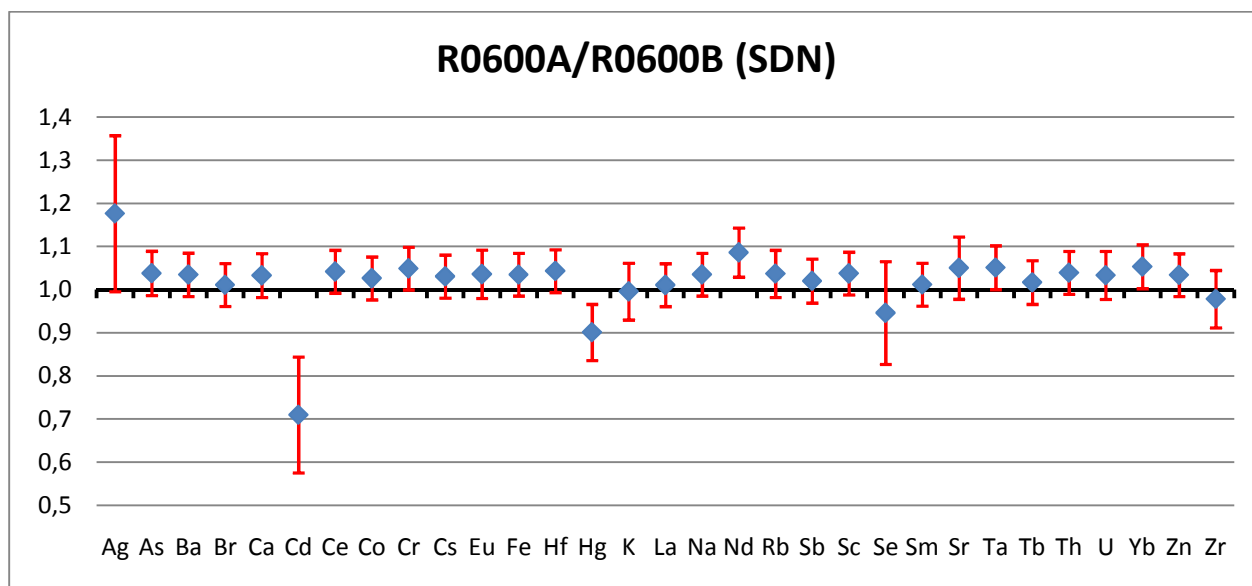
$$LD = 2,706 + 4,653\sqrt{B} \quad (4.1)$$

kjer B predstavlja izmerjeno ozadje.

Vse tri količine so podane v enotah mg/kg, v odstotkih pa je izražena negotovost (unc., %). V stolpcih z oznako R0600ASDN so navedeni rezultati za normalno (a), pri R0600BSDN pa za obrnjeno postavitev (b) alikvota na detektorju. Oznaka SDN označuje, da smo obdelavo podatkov opravili po standardnem delovnem navodilu [7]. V stolpcu z oznako PYBA/PYBB je podano razmerje med koncentracijo elementov pri postavitvi (a) in pri postavitvi (b), v zadnjem stolpcu pa je navedena kombinirana standardna negotovost razmerja (u_{cr} , $k=1$). Slednjega smo izračunali kot korenjeno vsoto kvadratov negotovosti unc. PYBA in unc. PYBB oz. po formuli:

$$u_{cr} = \sqrt{u_a^2 + u_b^2} \quad (4.2)$$

kjer je u_a negotovost meritve pri normalni postavitvi in u_b pri obrnjeni postavitvi. Pri večini elementov (As, Ba, Br, Ca, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Hf, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Ta, Tb, Th, U, Yb in Zn) je opaziti razmerje ki presega 1, in sicer od 1,011 do 1,053, z negotovostjo u_{cr} od 5,0-5,6%. Nekoliko večjo negotovost u_{cr} ima le Sr ($\pm 7,2\%$). Vrednost razmerja 1,176 smo izračunali za Ag z u_{cr} 18,1% in 1,086 za Nd z u_{cr} 5,7%. Manjše koncentracije smo izmerili le pri dveh elementih, pri K je razmerje 0,996 ($\pm 6,6\%$) ter pri Se 0,946, vendar z veliko u_{cr} ($\pm 11,9\%$). Prav tako je razmerje manjše od 1 za Hg (0,901) in Cd (0,710). Razlogi za odstopanja so lahko nizke vsebnosti elementov v vzorcu, ki so na meji detekcije (Ag, Cd) ali zaradi obdelave foto-vrhov v spektru gama s programom HyperLab (Hg, Nd) in zaradi interferenčnih reakcij pri izračunu vsebnosti omenjenih elementov. Razmerja izmerjenih vrednosti za isti vzorec v poziciji a) in v poziciji b) so prikazana na sliki 19, kjer rdeče črte predstavljajo interval negotovosti za posamezen element.



Slika 19: Grafični prikaz odstopanja razmerja od normalizirane vrednosti za R0600.

Proizvajalec referenčnega materiala nam poda koncentracije samo za določene elemente. Zato smo izločili elemente, ki niso certificirani, preostale pa primerjali glede na vrednosti, ki nam jih je podal proizvajalec (glej sliko 20).

				R0600ASDN	R0600BSDN	R0600ASDN	R0600BSDN
	BCR-320R Ch Se.			PYBA	PYBB	PYBA	PYBB
	mg/kg	mg/kg	%	Ratio	Ratio	(k=2)	(k=2)
El.	Cert.	Unc. (k=2)	Unc.(k=2)	IJS/BCR	IJS/BCR	En-number	En-number
As	21,7	2,0	9,22	1,083	1,043	0,69	0,36
Cd	2,64	0,18	6,82	0,799	1,125	1,11	0,62
Co	9,7	0,6	6,19	1,001	0,976	0,01	0,26
Cr	59	4	6,78	1,008	0,961	0,08	0,41
Fe	25700	1300	5,06	0,979	0,946	0,24	0,64
Hg	0,85	0,09	10,59	1,061	1,178	0,44	1,15
Sc	5,2	0,4	7,69	1,002	0,965	0,02	0,34
Th	5,3	0,4	7,55	0,996	0,959	0,04	0,41
U	1,56	0,20	12,82	1,068	1,034	0,45	0,22
Zn	319	20	6,27	1,006	0,973	0,07	0,29

Slika 20: Normalizacija izmerjenih vrednosti glede na certificirano vrednost.

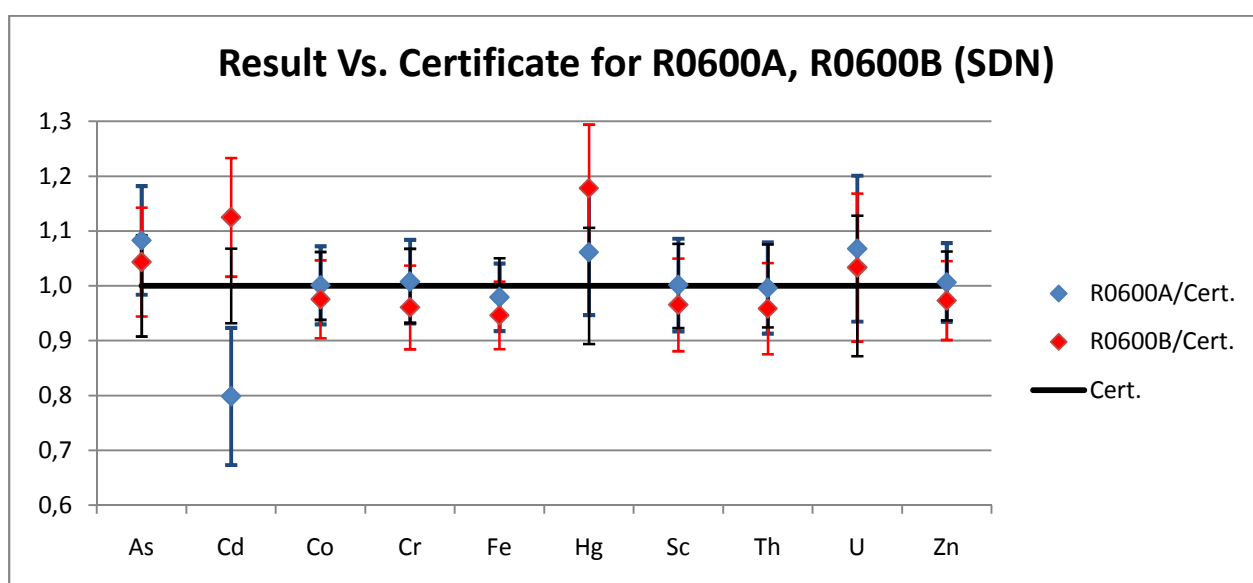
Na sliki 20 so v drugem stolpcu podane certificirane vrednosti (Cert.) v enotah mg/kg, v tretjem stolpcu pa njihova negotovost (Unc, k=2) s 95% intervalom zaupanja. V stolpcu PYBA

ratio in PYBB ratio je izračunano razmerje med izmerjeno in certificirano vrednostjo, v zadnjih dveh stolpcih je navedena absolutna vrednost E_n -number. Statistični parameter E_n izračunamo po formuli [8]:

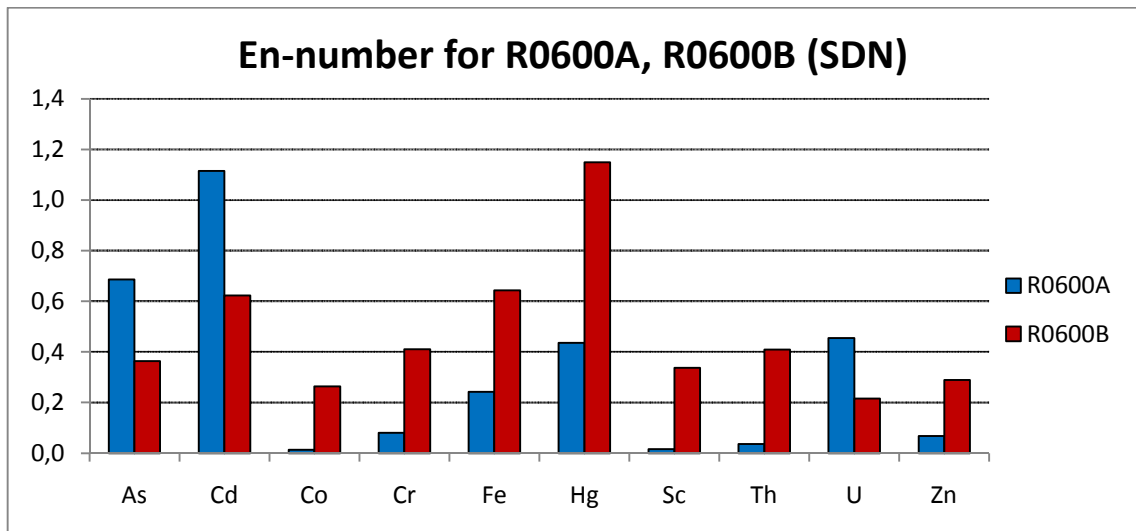
$$E_n = \frac{X - X_{REF}}{\sqrt{U_X^2 + U_{REF}^2}} \quad (4.3)$$

kjer je $X - X_{REF}$ razlika med izmerjeno in referenčno vrednostjo elementa v vzorcu, U_X je negotovost izvedene meritve, U_{REF} pa je negotovost referenčne vrednosti. Negotovosti U_X in U_{REF} sta podani za 95% interval zaupanja oz. $k=2$. Za sprejemljivost rezultata smo upoštevali kriterij $|E_n| \leq 1$. Na sliki 20 je razvidno, da ta kriterij ni izpolnjen za Cd pri PYBA in Hg pri PYBB (glej tudi sliko 22).

Na sliki 21 so prikazane normalizirane vrednosti dobljenih rezultatov in certificirane vrednosti skupaj s pripadajočimi negotovostmi ($k=2$). Na sliki 22 pa je prikazana absolutna vrednost E_n .



Slika 21: Razmerje med izmerjeno in certificirano vrednostjo, skupaj z intervalom negotovosti ($k=2$).



Slika 22: Izračunan En-number, modra za (a) in rdeča za (b) pozicijo alikvota.

Na enak način smo opravili analizo meritev tudi za alikvot R0601, ki je imel približno polovico manjšo maso.

4.5.2. ALIKVOT R0601

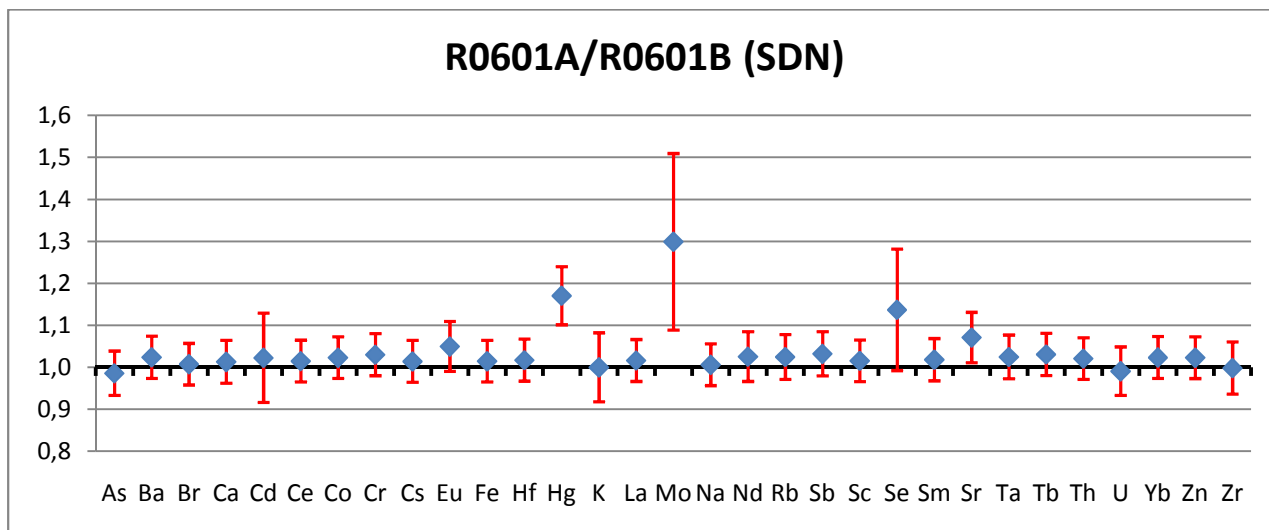
	NEW !!				NEW !!					
	corrected	V2.42	29.10.2014		corrected	V2.42	29.10.2014			
	R0601ASDN	R0601ASDN	R0601ASDN		R0601BSDN	R0601BSDN	R0601BSDN		CA5A	
	UHB	UHB	UHB		UHBM	UHBM	UHBM		4K, 0.5K and 0.5K+P	
	mg/kg	mg/kg	mg/kg		mg/kg	mg/kg	mg/kg		Ratio	
El.	Conc.	unc.	LD	unc., %	Conc.	unc.	LD	unc., %	UHB/UHBM	unc, k=1
As	22,6	0,8	1,4	3,7	22,9	0,9	1,3	3,7	0,986	0,053
Ba	262	9	12	3,6	256	9	9	3,5	1,024	0,050
Br	80,4	2,8	0,7	3,5	79,8	2,8	0,6	3,5	1,008	0,050
Ca	36108	1315	570	3,6	35642	1276	411	3,6	1,013	0,051
Cd	3,16	0,27	2,14	8,5	3,09	0,20	1,69	6,4	1,023	0,106
Ce	33,5	1,2	0,4	3,5	33,0	1,2	0,3	3,5	1,015	0,050
Co	9,72	0,34	0,03	3,5	9,50	0,33	0,03	3,5	1,023	0,050
Cr	59,1	2,1	0,8	3,6	57,4	2,0	0,5	3,5	1,030	0,050
Cs	4,21	0,15	0,09	3,5	4,15	0,15	0,08	3,5	1,014	0,050
Eu	0,709	0,030	0,010	4,3	0,675	0,028	0,011	4,1	1,050	0,060
Fe	25127	880	44	3,5	24765	867	31	3,5	1,015	0,050
Hf	4,61	0,16	0,06	3,5	4,53	0,16	0,04	3,6	1,017	0,050
Hg	0,999	0,050	0,253	5,0	0,854	0,041	0,176	4,8	1,171	0,069
K	12408	720	3032	5,8	12408	720	3405	5,8	1,000	0,082
La	19,4	0,7	0,1	3,5	19,1	0,7	0,0	3,5	1,016	0,050
Mo	1,11	0,16	0,89	14,7	0,86	0,13	0,69	15,1	1,299	0,210
Na	9039	318	14	3,5	8984	316	20	3,5	1,006	0,050
Nd	17,4	0,8	0,9	4,4	17,0	0,7	0,6	4,0	1,026	0,059
Rb	63,9	2,4	2,0	3,7	62,3	2,4	1,4	3,8	1,025	0,053
Sb	1,13	0,04	0,04	3,8	1,09	0,04	0,03	3,6	1,032	0,053
Sc	5,19	0,18	0,002	3,5	5,11	0,18	0,002	3,5	1,016	0,050
Se	0,949	0,089	0,417	9,4	0,835	0,092	0,377	11,0	1,137	0,145
Sm	3,00	0,11	0,01	3,5	2,95	0,11	0,01	3,6	1,018	0,050
Sr	198	9	40	4,5	185	7	29	3,9	1,071	0,060
Ta	0,518	0,020	0,021	3,8	0,506	0,018	0,019	3,6	1,025	0,052
Tb	0,426	0,015	0,031	3,6	0,413	0,015	0,024	3,5	1,031	0,050
Th	5,16	0,18	0,06	3,5	5,06	0,18	0,04	3,5	1,021	0,050
U	1,58	0,06	0,09	3,6	1,59	0,07	0,07	4,5	0,991	0,058
Yb	1,49	0,05	0,05	3,6	1,45	0,05	0,04	3,5	1,023	0,050
Zn	322	11	1	3,5	315	11	1	3,5	1,023	0,050
Zr	187	9	46	4,8	187	7	36	4,0	0,998	0,062

Slika 23: Izmerjene koncentracije elementov v vzorcu R0601, pridobljene s k_0 -INAA.

Pri analizi smo vnesli spremenjene dimenzije alikvota, kar smo označili z UHB (pozicija a) oz. UHBM (pozicija b). Na sliki 23 so v stolpcih R0601ASDN (Conc.) in R0601BSDN (Conc.) podane izmerjene vrednosti, zraven vsake meritve smo navedli tudi njihovo negotovost (unc.) in mejo detekcije (LD). Vse vrednosti so podane v enotah mg/kg. V stolpcu UHB/UHBM ratio je podano razmerje med izmerjeno koncentracijo za posamezen element pri postavitvi vzorca v običajni legi (a) ter izmerjeno koncentracijo pri postavitvi v obrnjeni legi (b), v zadnjem stolpcu smo po formuli (4.1) izračunali še negotovosti za to razmerje. V stolpcih unc.,% je podana negotovost rezultata v odstotkih za vzorec v poziciji a) oz. poziciji b).

Pri večini elementov (Ba, Br, Ca, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, Hf, La, Na, Nd, Rb, Sb, Sc, Sm, Ta, Tb, Th, Yb, Zn) opazimo rahlo povečanje razmerja izmerjenih koncentracij od 1, in sicer od 1.006 do 1.032 (negotovost od 5,0% do 5,9%). Za Hg, Mo in Sr smo izračunali razmerja 1.171, 1.299 in 1.071 z negotovostmi 6,9%, 21,0% in 6,0%. Razlogi za relativno večje razmerja so podobni kot v poglavju 4.5.1. Na sliki 23 opazimo, da je razmerje izmerjenih koncentracij < 1 pri As, U in Zr, vendar je odstopanje manjše od 1%.

Na sliki 24 je grafično prikazano razmerje koncentracij za vzorec v poziciji a) in b) skupaj z pripadajočimi negotovostmi.



Slika 24: Grafični prikaz odstopanja razmerja od normalizirane vrednosti za R0601.

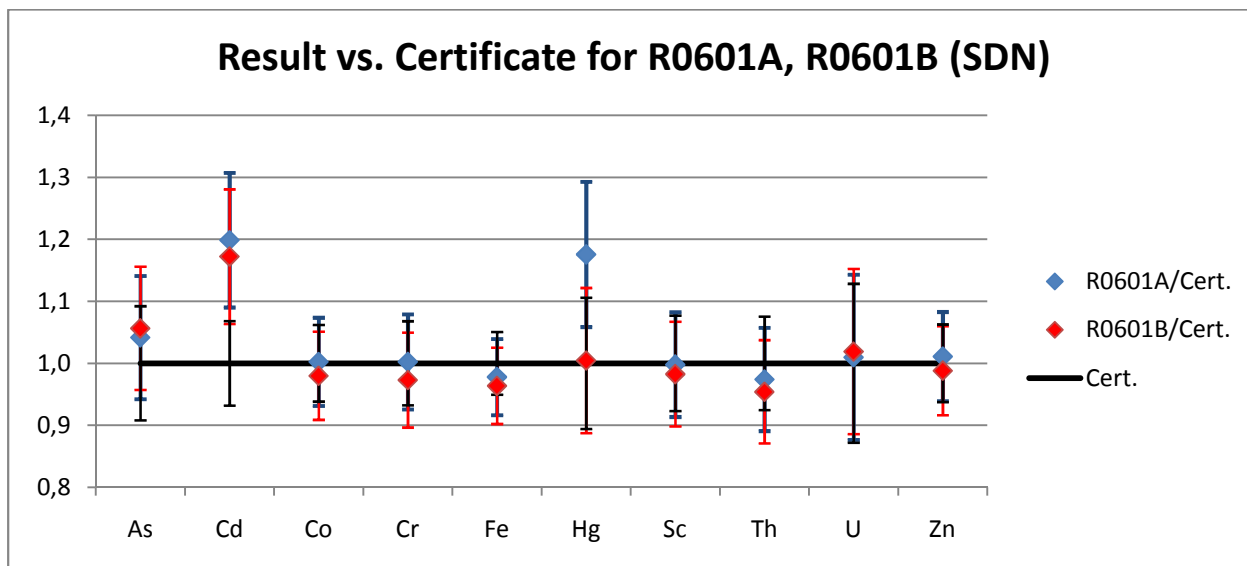
Ponovno sem iz meritev izvil samo elemente, ki so certificirani in jih primerjal z vrednostmi, ki jih navaja proizvajalec.

				R0601ASDN	R0601BSDN	R0601ASDN	R0601BSDN
	BCR-320R Ch Se.			UHB	UHBM	UHB	UHBM
	mg/kg	mg/kg	%	Ratio	Ratio	(k=2)	(k=2)
	Cert.	Unc. (k=2)	Unc. (k=2)	IJS/BCR	IJS/BCR	En-number	En-number
As	21,7	2,0	9,22	1,042	1,056	0,34	0,46
Cd	2,64	0,18	6,82	1,199	1,172	0,93	1,04
Co	9,7	0,6	6,19	1,002	0,980	0,03	0,22
Cr	59	4	6,78	1,002	0,973	0,02	0,28
Fe	25700	1300	5,06	0,978	0,964	0,26	0,43
Hg	0,85	0,09	10,59	1,176	1,004	1,11	0,03
Sc	5,2	0,4	7,69	0,998	0,983	0,02	0,17
Th	5,3	0,4	7,55	0,974	0,954	0,26	0,46
U	1,56	0,20	12,82	1,010	1,019	0,07	0,12
Zn	319	20	6,27	1,011	0,988	0,11	0,13

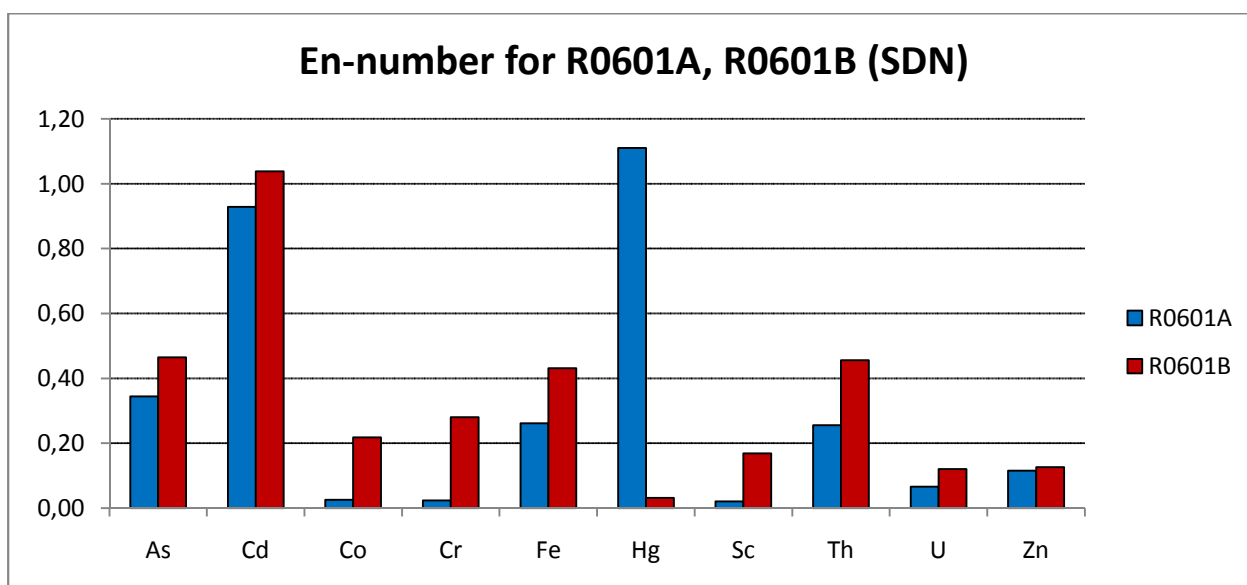
Slika 25: Normalizacija izmerjenih vrednosti glede na certificirano vrednost.

Na sliki 25 je razvidno, da kriterij za sprejemljivost rezultatov $|E_n| \leq 1$ ni izpolnjen za Cd pri UHBM in Hg pri UHB (glej tudi sliko 27).

Na sliki 26 so prikazane normalizirane vrednosti dobljenih rezultatov in certificirane vrednosti skupaj s pripadajočimi negotovostmi ($k=2$), na sliki 27 pa je prikazana absolutna vrednost E_n .



Slika 26: Razmerje med izmerjeno in certificirano vrednostjo skupaj z negotovostjo.



Slika 27: Izračunan En-number, modra za (a) in rdeča za (b) pozicijo alikvota.

5. ZAKLJUČEK

Po pričakovanjih so nam rezultati meritev, pridobljenih z metodo k_0 -INAA pokazali, da alikvot ni homogeno aktiven. Bolj aktiven je del vzorca, ki je bil v obsevalnem kanalu reaktorja TRIGA na dnu obsevalnega kanala. Le-ta je postavljen na polovici višine reaktorske sredice, iz katere prihajajo nevtroni. Da bi to potrdili, smo vzorec certificiranega referenčnega materiala BCR-320R Channel Sediment po obsevanju najprej postavili na detektor v običajni legi, nato pa meritev ponovili z vzorcem ki smo ga zasukali za 180° . Ker pokrovček polietilenske posodice ni raven, smo ga natančno izmerili in upoštevali njegove dimenzije v programski obdelavi podatkov s programom KayWin[®]. Največji vpliv na rezultate analize k_0 -INAA je imela 1,0 mm globoka vdolbina, ki je predstavljala plast zraka in smo jo tudi upoštevali pri našem delu. Pri večjem vzorcu z oznako R0600 (debelina vzorca 7 mm) je zaznati trend povišane koncentracije izmerjenih elementov pri običajni postavitvi v primerjavi z meritvami pri obrnjeni postavitvi vzorca. Ta se giblje okoli 3% za večino preučevanih elementov, kar je lepo razvidno s slike 18 in je grafično prikazano na sliki 19. Pri manjšem vzorcu R0601 (debelina vzorca 4 mm) je bila ta razlika pričakovano manjša, saj je aksialni gradient nevtronskega fluksa manjši in zato manj izrazit. Vseeno smo tudi tu opazili trend višjih izmerjenih koncentracij pri normalni postavitvi kot pri obrnjeni postavitvi. Ta se giblje okoli 1%, kar je lepo razvidno s slike 23 in grafično prikazano na sliki 24. Pri primerjavi smo izpustili elemente, ki so imeli prevelika odstopanja. To se najbolj nazorno vidi na sliki 22, kjer elementa Cd (pozicija a) in Hg (pozicija b) s pripadajočo negotovostjo ne zadovoljujeta postavljenega kriterija $|E_n| \leq 1$. Isto opazimo na sliki 27 za vzorec R0601, kjer odstopata Cd (pozicija b) in Hg (pozicija a). Odstopanje za Cd lahko pripišemo izmerjeni vrednosti s k_0 -INAA, ki je v bližini meje detekcije, odstopanje za Hg pa pripisujemo interferenčni reakciji s ^{75}Se ($E_\gamma=279,5$ keV) pri energiji $E_\gamma=279,2$ keV od ^{203}Hg .

Za dobro obdelavo podatkov je ključno imeti veliko izkušenj in poglobljenega znanja o ozadju jedrskih reakcij, delovanju obsevalnih in merilnih naprav ter matematični in računalniški obdelavi podatkov. Ocenjujem, da sem pridobil dober vpogled v proces spektrometrije z žarki γ in v sam delovni proces ter znanja in izkušnje, ki bi jih v predavalnici težko pridobil.

6. STVARNO KAZALO

<i>Slika 1: Shematski prikaz jedrske reakcije preko vmesnega jedra.</i>	9
<i>Slika 2: Presek za reakcije (n, γ) v odvisnosti od energije nevtronov.</i>	11
<i>Slika 3: Porazdelitev hitrosti fluence reaktorskih nevtronov v odvisnosti od njihove energije.</i>	12
<i>Slika 4: Graf atenuacijskega koeficienta za germanij.</i>	17
<i>Slika 5: Vodoravni prerez reaktorske sredice.</i>	18
<i>Slika 6: Vertikalni prerez koaksialnega tipa germanijevega detektorja.</i>	20
<i>Slika 7: Izkoristek detektorja CA5A na referenčni poziciji 16 cm (5K+P).</i>	22
<i>Slika 8: Vertikalni prerez uporabljenih valjastih polietilenskih posodic.</i>	23
<i>Slika 9: Izmerjene vrednosti mas za vzorca (a) in za monitorje (b).</i>	23
<i>Slika 10: Prikaz postavitve dveh alikvotov in monitorjev.</i>	24
<i>Slika 11: Alikvot na germanijevem detektorju, položen na pleksi steklo (pozicija 2K+P).</i>	25
<i>Slika 12: Izsek neobdelanega (a) in ročno popravljenega dela spektra (b) v programu HyperLab, v energijskem območju 304-324 keV.</i>	26
<i>Slika 13: Vnos specifikacij germanijevega detektorja CA5A.</i>	27
<i>Slika 14: Vnos podatkov o polietilenski posodici (a) in dimenzijah monitorja (b).</i>	27
<i>Slika 15: Vnos podatkov o masi vzorca (a) in masi monitorja ter vrsti komparatorja (b).</i>	28
<i>Slika 16: Podatki o poteku obsevanja (a) in opravljeni meritvi (b).</i>	28
<i>Slika 17: Seznam zaznanih elementov, skupaj z upoštevanimi popravki.</i>	29
<i>Slika 18: Izmerjene koncentracije elementov v vzorcu R0600, pridobljene s k_0-INAA.</i>	30
<i>Slika 19: Grafični prikaz odstopanja razmerja od normalizirane vrednosti za R0600.</i>	31
<i>Slika 20: Normalizacija izmerjenih vrednosti glede na certificirano vrednost.</i>	31
<i>Slika 21: Razmerje med izmerjeno in certificirano vrednostjo, skupaj z intervalom negotovosti ($k=2$).</i>	32
<i>Slika 22: Izračunan En-number, modra za (a) in rdeča za (b) pozicijo alikvota.</i>	33
<i>Slika 23: Izmerjene koncentracije elementov v vzorcu R0601, pridobljene s k_0-INAA.</i>	34
<i>Slika 24: Grafični prikaz odstopanja razmerja od normalizirane vrednosti za R0601.</i>	35
<i>Slika 25: Normalizacija izmerjenih vrednosti glede na certificirano vrednost.</i>	35
<i>Slika 26: Razmerje med izmerjeno in certificirano vrednostjo skupaj z negotovostjo.</i>	36
<i>Slika 27: Izračunan En-number, modra za (a) in rdeča za (b) pozicijo alikvota.</i>	36
<i>Slika 28: k_0-baza jedrskih podatkov.</i>	41
<i>Slika 29: Seznam opravljenih meritev.</i>	42
<i>Slika 30: Seznam meritev monitorjev z izračunanim Fc-faktorjem in podano negotovostjo.</i>	43

7. SEZNAM LITERTURE

- [1] JAĆIMOVIĆ, R. 2003. Analiza uporabe reaktorja TRIGA Mark II za k_0 -metodo aktivacijske analize, Doktorska disertacija, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za matematiko in fiziko.
- [2] DE CORTE, F., SIMONTS, A. 1994. Vade mecum for k_0 -users. Geleen (NL), DSM Research.
- [3] HyperLab 2002 System (2002): Installation and quick start guide, HyperLabs Software, Budapest, Hungary.
- [4] Kayzero for Windows (KayWin[®]), User's Manual for reactor neutron activation analysis (NAA) using the k_0 standardization method, Version 2, November 2005.
- [5] URBANČ, M. 2012. Spektrometrija Gama, seminarska naloga. Ljubljana, Fakulteta za matematiko in fiziko.
- [6] Certified Reference Material IRMM-530R, Al-0.1%Au alloy, IRMM, Geel, Belgium, May 2007.
- [7] <http://www.slo-akreditacija.si/files/accreditation/260/pdf/lp090.pdf>, september 2015.
- [8] ISO13525:2005(E), Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons, Switzerland 2005.

DODATEK I: k₀-BAZA JEDRSKIH PODATKOV

k₀-baza jedrskih podatkov

Element:	Nuklid:	T _{1/2} (min):	Tip aktiv.	Q ₀	Er (eV)	E _γ (eV)	k ₀
Au	¹⁹⁸ Au	3880,8	I	15,71 (1,8)	5,7 (7,1)	411,8	1
Na	²⁴ Na	0,000337; 897,6	IVb	0,59 (-)	3380 (11,0)	1368,6; 2754,0	4,68*10 ⁻² (0,6); 4,62*10 ⁻² (0,9)
K	⁴² K	741,6	I	0,97 (-)	2960 (7,1)	1524,7	9,46*10 ⁻⁴ (0,6)
Ca	⁴⁷ Ca	6531,84	I	1,3 (-)	0 (n.p.)	1297,1	9,54*10 ⁻⁷ (1,7)
Sc	⁴⁶ Sc	0,312; 120715,2	IVb	0,43 (-)	5130 (17,0)	889,3; 1120,5	1,22 (0,4); 1,22 (1,1)
Cr	⁵¹ Cr	39888	I	0,53 (-)	7530 (11,0)	320,1	2,62*10 ⁻³ (0,5)
Fe	⁵⁹ Fe	64080	I	0,975 (1,0)	637 (24,0)	1099,3; 1291,6	7,77*10 ⁻⁵ (0,5); 5,93*10 ⁻⁵ (0,4)
Co	^{60m} Co	10,467	I	2,0 (-)	136 (5,1)	58,6; 1332,5	1,51*10 ⁻² (0,8); 1,75*10 ⁻³ (1,4)
Co	⁶⁰ Co	10,467; 2772383	IVb	1,993 (2,7)	136 (5,1)	1173,2; 1332,5	1,32 (0,4); 5,93*10 ⁻¹ (13)
Zn	⁶⁵ Zn	351792	I	1,908 (4,9)	2560 (10,0)	1115,5	5,72*10 ⁻³ (0,4)
As	⁷⁶ As	1574,4	I	13,6 (-)	106 (34,0)	559,1	4,83*10 ⁻² (1,6)
Se	⁷⁵ Se	172512	I	10,8 (6,5)	29,4 (4,1)	264,7	7,11*10 ⁻³ (0,7)
Br	⁸² Br	6,13; 2118	IVb	19,3 (3,1)	152 (9,2)	554,3; 698,4; 776,5	2,38*10 ⁻² (1,1); 9,38*10 ⁻³ (0,9); 2,76*10 ⁻² (0,8)
Rb	⁸⁶ Rb	1,02; 26827,2	IVb	14,8 (2,5)	839 (5,9)	1077,0	7,65*10 ⁻⁴ (1,0)
Sr	⁸⁵ Sr	67,63; 93369,6	IVb	13,2 (-)	469 (7,0)	514,0	9,15*10 ⁻⁵ (0,9)
Zr	⁹⁵ Zr	92188,8	I	5,306 (3,3)	6260 (4,0)	724,2; 756,7	8,90*10 ⁻⁵ (0,6); 1,10*10 ⁻⁴ (0,6)
Mo	^{99m} Tc	3956,4; 360,6	IId	53,1 (6,3)	241 (20,0)	140,5	5,27*10 ⁻⁴ (0,5)

Ag	¹¹⁰ Ag	0,41	I	18,4 (-)	6,1 (1,0)	657,5	3,06*10 ⁻² (-)
Cd	^{115m} In	3207,6; 269,16	IIa	32,4 (-)	207 (19,0)	336,2	7,73*10 ⁻⁴ (-)
Sb	¹²⁴ Sb	20,2; 1,55; 86688	VI	28,8 (3,7)	28,2 (6,4)	602,7; 1691,0	2,96*10 ⁻² (0,6), 1,41*10 ⁻² (1,1)
Te	¹³¹ I	1800; 25; 11550,24	VIII	1,80 (5,8)	2950 (7,1)	364,5	8,67*10 ⁻⁴ (0,8)
Cs	¹³⁴ Cs	174,18; 1086126	IVb	12,7 (-)	9,3 (11,0)	604,7; 795,9	4,76*10 ⁻¹ (2,0); 4,15*10 ⁻¹ (2,0)
Ba	¹³¹ Ba	14,6; 16560	IVb	24,8 (-)	69,9 (5,0)	373,2; 496,3	1,92*10 ⁻⁵ (1,5); 6,48*10 ⁻⁵ (1,4)
La	¹⁴⁰ La	2416,32	I	1,24 (-)	76,0 (3,9)	487,0; 815,8; 1596,2	6,37*10 ⁻² (0,9); 3,32*10 ⁻² (0,6); 1,34*10 ⁻¹ (1,1)
Ce	¹⁴¹ Ce	46814,4	I	0,83 (-)	7200 (18,0)	145,4	3,66*10 ⁻³ (0,9)
Nd	¹⁴⁷ Nd	15811,2	I	2,00 (1,2)	874 (5,9)	91,1; 531,0	1,02*10 ⁻³ (2,5); 4,56*10 ⁻⁴ (1,1)
Sm	¹⁵³ Sm	2790	I	14,4 (2,1)	8,5 (1,1)	103,2	2,31*10 ⁻¹ (0,4)
Eu	¹⁵⁴ Eu	46; 4519653	IVb	5,66 (-)	5,80 (4,0)	1274,4	7,77*10 ⁻¹ (1,1)
Tb	¹⁶⁰ Tb	104112	I	17,9 (3,8)	18,1 (5,0)	879,4; 1178,0; 1271,9	9,42*10 ⁻² (0,9); 4,71*10 ⁻² (1,1); 2,35*10 ⁻² (0,8)
Yb	¹⁷⁵ Yb	0,001; 6026,4	IVb	0,46 (-)	602 (8,0)	282,5; 396,3	1,46*10 ⁻² (0,3); 3,12*10 ⁻² (0,6)
Hf	¹⁸¹ Hf	61041,6	I	2,52 (3,6)	115 (6,1)	133,0; 482,2	2,37*10 ⁻² (0,6); 4,56*10 ⁻² (0,9)
Ta	¹⁸² Ta	15,8; 164736	IVb	33,3 (-)	10,4 (5,8)	1221,4	6,45*10 ⁻² (0,8)
Hg	²⁰³ Hg	67118,4	I	0,88 (-)	1960 (8,2)	279,2	1,10*10 ⁻² (1,7)
Th	²³³ Pa	22,3; 38836,8	IIb	11,5 (3,6)	54,4 (0,9)	300,1; 311,9	4,37*10 ⁻³ (0,3); 2,52*10 ⁻² (0,5)
U	²³⁹ Np	23,45; 3394,08	IIb	103,4 (1,3)	16,9 (1,2)	277,6	3,40*10 ⁻³ (0,8)

Slika 28: k_0 -baza jedrskih podatkov [1].

DODATEK II: TABELE MERITEV ALIKVOTOV

Prva meritev:					Druga meritev:				
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a	4K+P	3600	13.8.2014	7:52	R0600as	4K+P	26400	16.8.2014	9:25
R0600b	4K+P	3600	13.8.2014	8:59	R0600bs	4K+P	15900	16.8.2014	16:47
R0601a	4K+P	3600	13.8.2014	12:18	R0601as	4K+P	60289	16.8.2014	21:14
R0601b	4K+P	3600	13.8.2014	13:26	R0601bs	4K+P	44500	17.8.2014	18:57
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a1	2K+P	3600	13.8.2014	11:10	R0600a1s	2K+P	/	/	/
R0600b1	2K+P	3600	13.8.2014	10:03	R0600b1s	2K+P	/	/	/
R0601a1	2K+P	3600	13.8.2014	15:43	R0601a1s	2K+P	/	/	/
R0601b1	2K+P	3600	13.8.2014	14:33	R0601b1s	2K+P	/	/	/
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a2	1K+P	3600	14.8.2014	17:50	R0600a2s	1K+P	/	/	/
R0600b2	1K+P	3600	14.8.2014	18:56	R0600b2s	1K+P	/	/	/
R0601a2	1K+P	3600	13.8.2014	16:47	R0601a2s	1K+P	/	/	/
R0601b2	1K+P	3600	13.8.2014	17:53	R0601b2s	1K+P	/	/	/
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a3	0,5K+P	3600	15.8.2014	11:36	R0600a3s	0,5K+P	29700	19.8.2014	7:43
R0600b3	0,5K+P	3600	15.8.2014	10:29	R0600b3s	0,5K+P	28400	19.8.2014	15:59
R0601a3	0,5K+P	3600	15.8.2014	8:19	R0601a3s	0,5K+P	25600	18.8.2014	10:12
R0601b3	0,5K+P	3600	15.8.2014	9:24	R0601b3s	0,5K+P	51600	18.8.2014	17:20
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a4	0K+P	3600	18.8.2014	7:21	R0600a4s	0K+P	19000	20.8.2014	12:43
R0600b4	0K+P	3600	18.8.2014	8:33	R0600b4s	0K+P	20400	20.8.2014	18:04
R0601a4	0K+P	3600	16.8.2014	7:03	R0601a4s	0K+P	24400	19.8.2014	23:55
R0601b4	0K+P	3600	16.8.2014	8:09	R0601b4s	0K+P	21500	20.8.2014	6:43
Tretja meritev:					Četrta meritev:				
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600at	4K+P	42800	4.9.2014	19:51	R0600ac	4K+P	60169	14.10.2014	19:07
R0600bt	4K+P	35600	5.9.2014	8:11	R0600bc	4K+P	60166	15.10.2014	12:53
R0601at	4K+P	60158	5.9.2014	18:07	R0601ac	4K+P	36500	16.10.2014	8:32
R0601bt	4K+P	60157	6.9.2014	12:14	R0601bc	4K+P	50000	16.10.2014	18:42
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a1t	2K+P	29900	8.9.2014	8:03	R0600a1c	2K+P	60316	17.10.2014	8:56
R0600b1t	2K+P	55100	8.9.2014	16:23	R0600b1c	2K+P	60303	19.10.2014	9:58
R0601a1t	2K+P	29600	9.9.2014	7:43	R0601a1c	2K+P	41300	20.10.2014	8:17
R0601b1t	2K+P	29000	9.9.2014	15:57	R0601b1c	2K+P	45100	20.10.2014	19:47
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a2t	1K+P	25100	11.9.2014	0:23	R0600a2c	1K+P	40100	22.10.2014	20:58
R0600b2t	1K+P	29100	10.9.2014	16:16	R0600b2c	1K+P	45100	22.10.2014	8:25
R0601a2t	1K+P	28300	10.9.2014	8:23	R0601a2c	1K+P	43400	21.10.2014	20:20
R0601b2t	1K+P	30000	10.9.2014	0:02	R0601b2c	1K+P	43100	21.10.2014	8:20
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a3t	0,5K+P	35588	11.9.2014	7:22	R0600a3c	0,5K+P	39600	23.10.2014	8:08
R0600b3t	0,5K+P	23900	11.9.2014	17:17	R0600b3c	0,5K+P	47400	23.10.2014	19:09
R0601a3t	0,5K+P	27300	11.9.2014	23:56	R0601a3c	0,5K+P	35300	24.10.2014	8:34
R0601b3t	0,5K+P	22500	12.9.2014	7:49	R0601b3c	0,5K+P	56700	24.10.2014	18:24
Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:	Vzorec:	Pozicija:	Čas meritve(s):	Datum:	Začetek:
R0600a4t	0K+P	16600	12.9.2014	14:06	R0600a4c	0K+P	61883	25.10.2014	10:12
R0600b4t	0K+P	20100	12.9.2014	18:44	R0600b4c	0K+P	37100	29.10.2014	8:02
R0601a4t	0K+P	30000	13.9.2014	0:21	R0601a4c	0K+P	60098	29.10.2014	18:23
R0601b4t	0K+P	16000	13.9.2014	8:42	R0601b4c	0K+P	61027	30.10.2014	12:53

Slika 29: Seznam opravljenih meritev.

DODATEK III: TABELA MERITEV MONITORJEV

Pozicija:		4K+P		Detektor CA5A				
Oznaka monitorja:	Datum:	Začetek:	Čas meritve:	Površina peak-a pri 411,8keV	Napaka (%):	Fc:	Fc-used:	Skupna napaka (%)
1	14.8.2014	17:28	300	79428	0,28	9670,8	9907,3	0,710
2	14.8.2014	17:35	300	75784	0,26	10143,8	10199,9	0,695
3	14.8.2014	17:42	300	84802	0,24	10256,0	/	
Pozicija:		2K+P		Detektor CA5A				
Oznaka monitorja:	Datum:	Začetek:	Čas meritve:	Površina peak-a pri 411,8keV	Napaka (%):	Fc:	Fc-used:	Skupna napaka (%)
1	18.8.2014	9:48	240	72395	0,31	9531,9	9827,85	0,730
2	18.8.2014	9:56	240	69931	0,28	10123,8	10185,4	0,721
3	18.8.2014	10:03	240	78343	0,29	10247,0	/	
Pozicija:		1K+P		Detektor CA5A				
Oznaka monitorja:	Datum:	Začetek:	Čas meritve:	Površina peak-a pri 411,8keV	Napaka (%):	Fc:	Fc-used:	Skupna napaka (%)
1	22.8.2014	6:25	300	81177	0,29	9631,7	9807,75	0,738
2	22.8.2014	6:36	300	76501	0,32	9983,8	10069,45	0,734
3	22.8.2014	6:48	300	85987	0,28	10155,1	/	
Pozicija:		0,5K+P		Detektor CA5A				
Oznaka monitorja:	Datum:	Začetek:	Čas meritve:	Površina peak-a pri 411,8keV	Napaka (%):	Fc:	Fc-used:	Skupna napaka (%)
1	22.8.2014	6:31	180	91860	0,29	9614,7	9891,0	0,721
2	22.8.2014	6:43	180	88232	0,28	10167,3	10197,5	0,699
3	22.8.2014	6:54	180	98334	0,23	10227,7	/	
Pozicija:		OK+P		Detektor CA5A				
Oznaka monitorja:	Datum:	Začetek:	Čas meritve:	Površina peak-a pri 411,8keV	Napaka (%):	Fc:	Fc-used:	Skupna napaka (%)
1	26.8.2014	16:13	240	86115	0,25	9644,0	9839,75	0,695
2	26.8.2014	16:19	240	81502	0,25	10035,5	10126,25	0,723
3	26.8.2014	16:25	240	91869	0,32	10217,0	/	

Slika 30: Seznam meritev monitorjev z izračunanim F_c -faktorjem in podano negotovostjo.