

PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET UNIVERZITETA
U NOVOM SADU

Lazar V. Dušan

NEUTRONSKA AKTIVACIONA ANALIZA JESTIVOOG ULJA
- Diplomski rad -

radjen u

Institutu za nuklearne nauke "Boris Kidrič" u Vinči
1974. god.

Ovaj rad je radjen u Grupi nuklearne spektroskopije Fizičke laboratorije Instituta za nuklearne nauke "Boris Kidrič" u Vinči.

Zahvaljujem se dr Lazaru Marinkovu, koji je predložio temu i omogućio da se ovaj rad realizuje.

Želim, takodje, da se zahvalim dr Anti Kukoču, koji mi je svestrano i sa puno razumevanja pomogao u izradi eksperimentalnog dela diplomskog rada i višem stručnom saradniku Instituta "Boris Kidrič" Danetu Cvjetičaninu, koji je pripremio materijal za rad.



S a d r ž a j

Uvod	
1. AKTIVACIONA ANALIZA	1
1.1. Neutronska aktivaciona analiza	1
1.2. Teorijske osnove aktivacione analize	1
1.3. Osetljivost i tačnost neutronske aktivacione analize .	3
2. EKSPERIMENTALNI DEO.....	4
2.1. Priprema uzorka ulja i standarda	4
2.2. Ge(Li) spektrometar	5
2.3. Identifikacija elemenata	8
2.4. Osnovne karakteristike spektara	9
3. OBRADA SPEKTARA I REZULTATI	10
3.1. Odredjivanje aktivnosti izotopa	10
3.2. Odredjivanje količine elemenata u uljima	11
3.3. Greške merenja	13
4. ZAKLJUČAK	15
Literatura	16

U V O D

Masti i ulja imaju veliki značaj u ishrani čoveka. 25-50% kalorija koje čovek prima sastoje se od kalorija iz masti. Pri izgaranju u živom biću masti daju oko 9,5 kcal energije po gramu, dok ugljikohidrati i proteini daju 4 kcal.

Ulja i masti su esteri viših masnih kiselina (zasićenih i nezasićenih) i trihidroksid alkohola, glicerona. Ulje semena sunčokreta, *Helianthus Annuus*, sadrži od zasićenih kiselina: palmitinsku (10-13%) i stearinsku (10-13%), a od nezasićenih: oleinsku (21-39%) i sinalnu kiselinu (51-68%). Masti i ulja razlikuju se po tome što su masti na sobnoj temperaturi čvrste ili polučvrste, a ulja su tečna. Biljna ulja i masti pojavljaju se u plodovima i semenju bilja i ekstrahuju se iz njih a) hladnim ili toplim presovanjem i b) ekstrakcijom s rastvaračima. Životinjske masti se dobijaju grejanjem masnog tkiva ili obradnjem sa parom ili vrućom vodom.

Ulja i masti, kao vrlo važni prehrabeni proizvodi, moraju biti vrlo čistili ne smeju da sadrže primeće koje nepovoljno utiču na zdravlje čoveka. Primeće mogu da potiču bilo iz same sirovine (posledica zagadjenja okoline) ili dospevaju u ulja tokom tehnoloških procesa izdvajanja i obrade sirovine.

Kod ulja se često može pojaviti užeženost, što je posledica oksidacije nezasićenih kiselina na vazduhu. Ova oksidacija daje složene smese ispaljivih aldehida, ketona i kiselina. Masti i ulja oslobođena mirisa i nepoželjnog ukusa stabilizuju se dodatkom supstanci koje sprečavaju oksidaciju (antioksidansi). Tako se tokoferoli upotrebljavaju da se spreči užeženost hrane.

Smatra se da i prisustvo gvoždja i bakra u količini većoj od 1,5 ppm takodje utiče na postojanost ulja.

Cilj ovog rada je bio da se u dostavljenim uzorcima ulja No 1, No 2 i No 3 odrede količine Fe i Cu neutronskom aktivacionom analizom. Kako se tokom rada pokazalo da u uljima ima u značajnim količinama Zn i Na, odredjene su i njihove količine.

1. AKTIVACIONA ANALIZA

Aktivaciona analiza je metod za određivanje prisustva malih količina elemenata u nekom materijalu. Ona se sastoji u merenju aktivnosti koja je nastala ozračavanjem materijala neutronima ili nanelektrisanim česticama.

1.1. Neutronska aktivaciona analiza

Aktivaciona analiza ozračenih materijala nanelektrisanim česticama otežana je zbog velikog broja mogućih konkurentnih izlaznih kanala koje mogu da se pojave. Kada se ozračavanje vrši termalnim neutronima, osnovni tip reakcije koja se javlja je (n,γ) . Konkurentne reakcije se javljuju izuzetno samo pri ozračavanju lakih elemenata. Tipovi tih reakcija su (n,α) i (n,p) . Ostale prednosti korišćenja termalnih neutrona su: minimalnom energijom neutrona se može izazvati reakcija, istovremeno se može ozračavati veći broj izotopa i veliki broj izotopa ima veliki presek za zahvat termalnih neutrona.

Izvori neutrona koji se koriste u aktivacionoj analizi se dele na laboratorijske izvore neutrona i reaktore.

U ovom radu je za ozračavanje primeraka ulja korišćen reaktor RA 6,5 /10 MW u Institutu za nuklearne nauke "Boris Kidrič" u Vinči.

1.2. Teorijske osnove aktivacione analize

Pri ozračavanju sa neutronima, stabilni izotop A zahvata neutron i prelazi u radioaktivno jezgro B, koje se zatim raspada sa konstantom raspada λ_B u jezgro izotopa C. Ako je izotop C stabilan, što je u najvećem broju slučaja, brzina porasta broja radioaktivnih jezgara B zavisi od broja jezgara N_A prisutnih u ozračavanoj meti, aktivacionog preseka Σ_A i neutronskega fluksa ϕ , odnosno

$$\frac{dN_B}{dt} = \Sigma_A \phi N_A - \lambda_B N_B \quad (1)$$

gde je $\tilde{\sigma}_A \phi N_A$ brzina formiranja, a $\lambda_B N_B$ brzina raspada radioaktivnih jezgra.

Ako sa τ označimo vreme ozračavanja, tada integracijom izraza (1) dobijamo broj radioaktivnih atoma u meti na kraju ozračavanja

$$N_B^o = \frac{\tilde{\sigma}_A \phi N_A}{\lambda_B} (1 - e^{-\lambda_B \tau}) \quad (2)$$

a aktivnost uzorka će biti

$$A_B^o = \lambda_B N_B^o = \tilde{\sigma}_A \phi N_A (1 - e^{-\lambda_B \tau}) \quad (3)$$

Posle vremena t od prestanka ozračavanja, aktivnost će iznositi

$$A_B = A_B^o e^{-\lambda_B t} = \tilde{\sigma}_A \phi N_A (1 - e^{-\frac{9693}{T_{1/2}} \tau}) e^{-\frac{9693}{T_{1/2}} t} \quad (4)$$

Znajući vezu izmedju broja atoma N_A i mase m preko relacije

$$N = \frac{6,023 \cdot 10^{23} m K}{M} \quad (5)$$

gde je m -masa u gramima, k -izotopski sastav, M -atomski broj izotopa koji se ozračuje, i koristeći izraz (4) možemo napisati izraz za masu stabilnog izotopa

$$m = \frac{MA}{0,602 K \tilde{\sigma} \phi (1 - e^{-\frac{9693}{T_{1/2}} \tau}) e^{-\frac{9693}{T_{1/2}} t}} \quad (6)$$

gde je ϕ fluks neutrona i predstavlja broj neutrona/cm²/sec, $\tilde{\sigma}$ je aktivacioni presek izražen u barnima ($1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$) i A totalna aktivnost elementa u ozračenom uzorku izražena u impuls/sec (literatura 2).

U slučaju kvantitativne analize, količina ozračavanog izotopa se može odrediti pomoću izraza (6) znajući fluks ϕ , aktivacioni presek $\tilde{\sigma}$, izotopski doprinos k i merenjem apsolutne aktivnosti A . Međutim, češće se u praksi pravi standard od elementa koji se analizira i ozračuje zajedno sa uzorkom pod istim uslovima. Uporedjujući aktivnost stan-

darda sa aktivnošću izotopa u uzorku, može se odrediti masa traženog izotopa pomoću izraza

$$m_{uz} = m_{st} \frac{A_{uz}}{A_{st}} \quad (7)$$

gde je A_{uz} -aktivnost elementa u uzorku i A_{st} -aktivnost standarda. Prvi postupak merenja u aktivacionoj analizi se naziva absolutnim, a drugi pak relativnim metodom.

1.3. Osetljivost i tačnost neutronske aktivacione analize

Osetljivost analize izražava se kao najmanja količina izotopa u gramima koja se još može otkriti i kvantitativno proceniti putem merenja aktivnosti.

U krajnjem stupnju, osetljivost metode zavisi: od broja radioaktivnih jezgra nastalih ozračavanjem u reaktoru, od vremena trajanja ozračavanja i merenja aktivnosti, od aktivacionog preseka i od efikasnosti mernog uredjaja kojim se detektuje zračenja.

U slučaju da aktivnost izotopa nije ometana drugim zračenjem, od oko 65 elemenata $0,05 \mu\text{g}$ se još može odrediti neutronskom aktivacijom analizom (literatura 1). Za izvesne elemente osetljivost je mnogo veća i može da dostigne vrednost od $10^{-6} \mu\text{g}$. U tabeli 1 date su maksimalne osetljivosti neutronske aktivacione metode i to za različite elemente kada je neutronski fluks ozračavanja bio 10^{13} neutrona/ cm^2/sec .

Element	Red veličine max. osetljivosti u gr
Europijum, disporzijum	10^{-13}
Holmijum, indijum, iridijum, mangan, renijum	$10^{-11} - 10^{-10}$
Antimon, zlato, brom, iterbijum, jod, natrijum, bakar, skandijum, terbijum, volfram	$10^{-10} - 10^{-9}$
Barijum, erbijum, fosfor, germanijum, hafnijum, itrijum, hlor, nikl, rubidijum, selen	$10^{-9} - 10^{-8}$
Cezijum, cink, srebro, živa, hrom, molibden, platina, stroncijum, telur	$10^{-8} - 10^{-7}$
Bizmut, kalcijum, sumpor, silicijum, gvoždje	$10^{-7} - 10^{-6}$

Tabela 1

Date vrednosti u Tabeli 1 su dobijene u tom slučaju ako aktivnost, koja potiče od nekog izotopa prilikom merenja nije bila ometana aktivnošću drugog izotopa.

2. EKSPERIMENTALNI DEO

U eksperimentalni deo rada spada: priprema uzorka ulja i standarda za aktiviranje, snimanje gama spektra, identifikovanje izotopa i određivanje njihove aktivnosti, a pomoći njih određuju se prisutne količine elemenata.

2.1. Priprema uzorka ulja i standarda

Priprema uzorka ulja: Od svakog dostavljenog primerka ulja odmerena je određena količina i zatvorena u odgovarajuću kvarcnu ampulu. Težine ulja i kvarcnih ampula su dati u tabeli 2.

	Ulje No 1	Ulje No 2	Ulje No 3
Težine ulja (g)	0,2689	0,3697	0,3521
Težine kvarcnih ampula (g)	2,9926	3,0988	3,5655

Tabela 2

Priprema standarda: Osim gvoždja i bakra, u ispitivanje je uključen i brom jer se u preliminarnim eksperimentima pokazalo da ga ima u značajnoj količini u uljima. Standard je napravljen tako da su odmerene određene količine Br, Fe i Cu i zatvoreni u kvarcnu ampulu mase $m=2,3424$ g. Mase Br, Fe i Cu u standardu su date u tabeli 3.

Elementi	Fe	Cu	Br
Težine (ug)	196	165	145

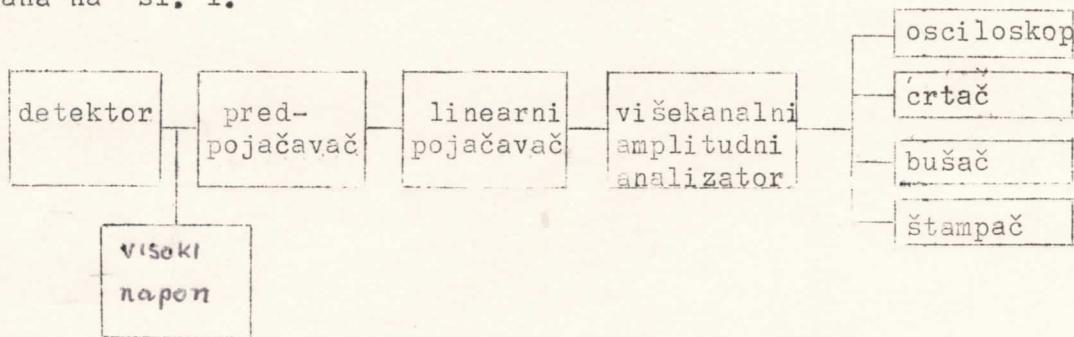
Tabela 3

Pri ozračavanju ulja u kvarcnim ampulama, elementi se aktiviraju i u kvarcnoj ampuli i u ulju tako da pri merenju aktivnosti merimo

ukupnu aktivnost odredjenog elementa iz ulja i kvarcne ampule. Da bi odredili samo aktivnost elementa iz ulja, treba da znamo aktivnost elementa u kvarcnoj ampuli. Zato je jedna prazna ampula mase $m=2,6782$ g. zajedno sa kvarčnim ampulama, koje su bile napunjene uljima i standardima, ozračavana pod istim uslovima u reaktoru. Ozračavanje je vršeno pet dana i fluks neutrona je bio $\phi=1,6 \times 10^{13}$ n/cm²/sec.

2.2. Ge(Li) spektrometar

U ovom radu je za analizu gama zračenja korišćen koaksijalni tip Ge(Li) poluprovodničkog detektora, Camberra Industries, model 7229 osjetljive zapremine 31 cm^3 i 4096 kanalni analizator Nuclear Data, model 2400 u sklopu spektrometrijskog sistema čija je blok šema prikazana na sl. 1.



Slika 1

Podaci pojedinih delova spektrometra:

Predpojačavač— Camberra Industries, model 970

Linearni pojačavač— Ortec model 451.

Za analizu gama zračenja najznačajnije su sledeće karakteristike spektrometra: energetsko razlaganje, odnos visine linije totalne apsorpcije prema visini Komptonovog vrha i efikasnost spektrometra.

Pre nego što se mogu ispitati gore navedene karakteristike, mora se izvršiti energetska kalibracija spektrometra, odnosno odrediti kalibraciona konstanta k . Ona pokazuje vrednost energije koja se odnosi na jedan kanal u analizatoru i ima dimenziju (energija/kanal).

Energetska kalibracija: Vrši se pomoću standardnog izvora gama zračenja. U prilogu 1 dat je spektar standardnog izvora ^{60}Co koji emitiše gama kvante energija $E=1173 \text{ KeV}$ i $E=1332 \text{ KeV-a}$. Spektar je sniman u kslt. Linije totalne apsorpcije se respektivno nalaze u kanalima 1454 i 1794. Pošto kod Ge(Li) spektrometra postoji proporcionalnost između amplitude naponskog impulsa i apsorbovane energije, kalibraciona konstanta se određuje pomoću izraza

$$k = \frac{\Delta E}{\Delta ch} \quad (8)$$

gde ΔE predstavlja energetsku razliku dva prelaza ^{60}Co izražena u KeV-ima, a Δch rastojanje dve linije totalne apsorpcije u gama spektru. Za spektar dat u prilogu 1 kalibraciona konstanta iznosi $k=0,4676$ (KeV/ch).

Energetsko razlaganje predstavlja energetsku širinu linije totalne apsorpcije na polovini njenog maksimuma. Ono je računato za liniju energije $E=1332 \text{ KeV-a}$ i spektra u prilogu 1 i iznosi $\Delta E(\text{FWHM})=2,34 \text{ KeV-a}$. Ova veličina je veoma značajna za aktivacionu analizu i ukoliko je manja, u toliko je spektrometrijski sistem kvalitetniji.

Odnos linije totalne apsorpcije prema maksimumu u Komptonskoj raspodeli računat je za liniju energije $E=1332 \text{ KeV}$ i iznosi 15,45. Ukoliko je ovaj odnos veći, spektrometar je kvalitetniji.

Određivanje efikasnosti Ge(Li) detektora: Postoji više načina definisanja efikasnosti. U ovom radu smo je definisali kao verovatnoća da gama kvant bude detektovan u liniji totalne apsorpcije, odnosno

$$\mathcal{E} = \frac{N_p}{N_{4\pi} K'} \quad (9)$$

gde je N_p -broj gama kvanata detektovanih u liniji totalne apsorpcije, $N_{4\pi}$ -ukupan broj dezintegrovanih jezgara u izvoru i K' -broj gama kvanta po raspadu. Efikasnost zavisi od energije gama kvanta i udaljenosti između izvora i detektora. Da bi odredili krivu efikasnosti u funkciji energije gama kvanta koristili smo uobičajan postupak. Snimili smo spektre nekoliko radioizotopa datih u tabeli 4, čije smo absolutne aktivnosti poznavali.

Radioizotop	$T_{1/2}$	E(KeV)	Relativni intenzitet (%)	Aktivnost na dan snimanja (μCi)	Efikasnost (10^{-4})
^{60}Co	5,26 y	1173	100	$0,96 \pm 0,07$	$21,2 \pm 0,8$
		1332	100		$16,4 \pm 0,7$
^{88}Y	106,5 d	898	91,5	$0,465 \pm 0,008$	$30 \pm 0,5$
		1836	99,5		$14,5 \pm 0,2$
^{203}Hg	46,6 d	279	81,5	$(15,5 \pm 0,2) \cdot 10^{-3}$	$177,5 \pm 2,6$
^{137}Cs	30 y	662	85,1	$10,93 \pm 0,14$	$48 \pm 0,6$

Tabela 4

Za svaku liniju totalne apsorpcije standardnog izvora, za geometriju u kojoj smo snimali i spekture ulja, efikasnost detektora smo odredili pomoću izraza

$$\mathcal{E} = \frac{R}{3,7 \cdot 10^{-4} \cdot A \cdot k} \quad (10)$$

gde je A-aktivnost izvora u trenutku snimanja izražena u μCi , R-broj impulsa pod linijom totalne apsorpcije izražen u sec. i k-broj gama kvanata po raspodu. Kriva efikasnosti za Ge(Li) detektor je dat u prilogu 1b.

Prve spektre uzorka ulja No 1, No 2 i No 3 i standarda snimili smo jedan dan posle vadjenja istih iz reaktora. Snimanje spektra svakog uzorka i standarda je ponosaob trajalo 2 kslt. Uzorci ulja i standard su bili udaljeni od detektora 17,5 cm. Kao tipičan dobijeni spektor, u prilogu 2a je dat spektor ulja u uzorku No 1.

Ovi spekttri nisu bili od koristi, jer su linije totalne apsorpcije ^{82}Br -a svojim velikim intenzitetima "zamaskirali" linije ostalih izotopa. Uzrok izuzetne intenzivnosti bromovih linija je relativno veliki aktivacioni presek (3 barna) i kratak period poluraspada broma ($T_{1/2}=35,5$ h).

Kvarcne ampule smo razbili drugog dana od vadjenja istih iz reaktora. Polimerizovana ulja smo izvadili i u celosti zapakovali. S ovim postupkom smo otklonili smetnje koje su unosili kvarcne ampule u

spektar ulja sa svojim aktivnostima.

Linije totalne apsorpcije izotopa su bili zamaskirani linijama totalne apsorpcije brom-a i na spektrima koji su snimljeni drugog dana posle vadjenja primeraka ulja i standarda iz reaktora. Pošto je period poluraspada brom-a relativno mali, ulja smo ostavili pet dana da se aktivnost brom-a smanji i tada smo snimili spekture. Najuočljivije linije totalne apsorpcije, koje su se javile u ovim spektrima, su linije natrijuma, antimona i cinka. Linije gvoždja nisu se javile. Ovi spektri su snimani ponaosob 8 keV i uzorci su bili udaljeni od detektora 2 cm. (Spektri su dati u prilozima 2b, 3 i 4.)

Kako se nisu pojavile linije totalne apsorpcije gvoždja ni drugog dana, pretpostavljalo se da gvoždja ima u uljima, ali u tolikoj količini da je njegovu aktivnost još uvek "maskirala" aktivnost brom-a. Zato smo primerke ulja ostavili još 6 dana da iščeze aktivnost brom-a i tada smo snimili spekture. Linije totalne apsorpcije gvoždja ni ovog puta nismo identifikovali. Iz ovoga smo zaključili da ako ima gvoždja u uljima, njegova količina je manja od one koja se ovom metodom može odrediti.

Aktivnost standarda posle vadjenja iz reaktora je bila mnogostruko veća od aktivnosti ulja, pa smo morali čekati 13 dana da se snimi njegov spektar u geometriji u kojoj smo snimili i spekture ulja. (Ovaj spektar je dat u prilogu 5.)

U ovom radu važno je bilo da smo uzorke ulja i standarda snimali u istoj geometriji, jer smo relativnom metodom odredjivali količine brom-a (bakar i gvoždje nismo identifikovali) i vršili procenu osetljivosti neutronske aktivacione metode za gvoždje.

2.3. Identifikacija elemenata

Spekture smo snimali na višekanalnom analizatoru i crtali na milimetarskoj hartiji pomoću tačkastog crtača. Na višekanalnom analizatoru smoочitavali položaj linija totalne apsorpcije i pomoću kalibracione konstante odredjivali energiju svake linije u spektru.

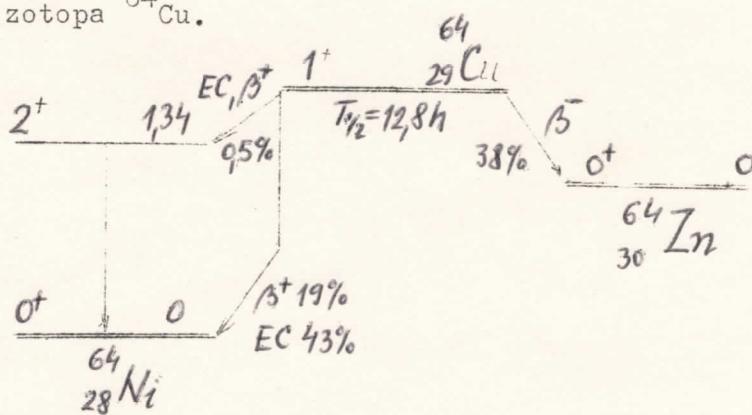
Za identifikaciju elemenata koristili smo tablice 1. U ovim tablicama poznate energije radioizotopa su poredjane po rastućim energijama i naznačeno je kojim izotopima pripadaju, način proizvodjenja i

način raspada tih izotopa. Kad vršimo identifikaciju izotopa, u toj tablici potražimo vrednost energije linije totalne apsorpcije sa greškom koja ima brojnu vrednost kalibracione konstante. (To znači da smo pretpostavili da smo pravili grešku pri određivanju energije linije totalne apsorpcije.). U tom intervalu energije mogu se naći više izotopa. Dalju selekciju vršimo prema tipu reakcije. Ona u našem slučaju mora biti tipa (n, γ).

Ako i posle ovog selektiranja u izvoru ostane dva ili više izotopa, vrsta izotopa se konačno određuje preko relativnog intenziteta linije.

2.4. Osnovne karakteristike spektra

U spektrima ulja očekivali smo da će se sigurno javiti linije totalne apsorpcije bakra, gvoždja i broma. Sa sigurnošću je identifikovan samo brom. Uzrok nedostajanja linija gvoždja je jednostavno odustro ili prisustvo gvoždja u uljima u količinama koje su manje od osetljivosti neutronske aktivacione analize u našem slučaju. Uzrok odsutnosti linija bakra možemo otkriti ako pogledamo šemu raspada radioizotopa ^{64}Cu .



Izotop ^{64}Cu je poznat kao radioizotop koji se raspada β^- , β^+ raspadom i elektronskim zahvatom. Preko β^- se bakar ne može identificovati, jer ovim procesom prelazi u osnovno stanje izotopa ^{64}Zn .

Anihilacijom pozitrona koji potiču iz ^{64}Cu , u spektru se javlja anihilaciona linija od 511 KeV-a. Međutim, ovu liniju ometaju pozitroni koji sejavljaju, jer u uzorcima postoje elementi koji zrače gama kvante energija većih od praga stvaranja para elektron-pozitron. Kako ne znamo doprinos stvaranju anihilacione linije pozitrona koji ne potiču iz ^{64}Cu , na osnovu te linije ne možemo potvrditi prisustvo bakra

u primercima ulja i vršiti kvantitativnu analizu.

Elektronskim zahvatom ^{64}Cu prelazi u pobudjeno stanje ^{64}Ni . Kako je ovaj proces zastupljen samo u 0,5% slučajeva dezintegracije, dobija se u spektru veoma slaba linija totalne apsorpcije koja se ne može identifikovati.

Iz ovoga sledi da je neutronska aktivaciona analiza u našem slučaju nepogodna za analizu bakra.

3. OBRADA SPEKTARA I REZULTATI

3.1. Određivanje aktivnosti izotopa

Pod aktivnosti izotopa podrazumevamo broj dezintegrovanih jezgara u jedinici vremena.

Gama kvanti se pri detekciji u spektrometu manifestuju kao naponski impulsi koji su srazmerni energijama koje gama kvanti ostavljaju u osjetljivoj zapremini detektora. Svaki impuls se u zavisnosti od amplitude registruje u jednom od kanala u analizatoru, tako da na kraju snimanja spektra dobijemo informaciju o broju detektovanih gama kvanata. Ukupan broj detektovanih gama kvanata pod nekom linijom totalne apsorpcije dobijamo, ako saberemo impulse u kanalima koje obuhvata linija i od dobijenog zbira oduzmem vrednost "fona" na kojoj linija leži, odnosno

$$N_p = N - nN_{fs} \pm \sqrt{N+nN_{fs}} \quad (11)$$

gde je N -zbir impulsa u svim kanalima koje obuhvata linija, n -broj kanala koje obuhvata linija i N_{fs} -srednja vrednost "fona". U ovom radu, pošto su linije totalne apsorpcije nesimetrične, N_{fs} se određuje kao srednja vrednost srednjih vrednosti iz impulsu u k kanala ^{teži} i 1 kanalu desno od linije, odnosno

$$N_{fs} = \frac{1}{2} \left(\frac{N_f^e}{K} + \frac{N_f^d}{e} \right)$$

tako da izraz 11 prelazi u izraz:

$$N_p = N - \frac{n}{2} \left(\frac{N_f^e}{K} + \frac{N_f^d}{e} \right) \pm \sqrt{N + \frac{n}{4} \left(\frac{N_f^e}{K^2} + \frac{N_f^d}{e^2} \right)} \quad (12)$$

gde je N_f^l -broj impulsa u k kanala levo, a N_f^d -broj impulsa u l kanala desno od linije.

Znajući efikasnost detektora koju smo definisali i odredili pomoću izraza 10, aktivnost izotopa u trenutku merenja možemo odrediti pomoću izraza:

$$A = \frac{N_p}{k' \epsilon} \quad (13)$$

gde je N_p -broj impulsa/sec pod linijom totalne apsorpcije, ϵ efikasnost Ge(Li) detektora i k' -broj gama kvanata po raspadu.

3.2. Odredjivanje količine elemenata u uljima

U ovom radu smo odredili količine elemenata Br, Na i Zn i procenili osetljivost neutronske aktivacione analize za gvoždje u našem slučaju.

Odredjivanje količine brom-a. Količinu brom-a u pojedinim uzorcima ulja odredili smo iz linija totalne apsorpcije energija od 554,3 KeV-a i 776,49 KeV-a pomoću izraza 7. Kako u izrazu 7 figuriše odnos aktivnosti koji su izračunati pomoću izraza 13 iz odgovarajućih gore navedenih linija izotopa iz ulja i standarda, količine brom-a smo mogli odrediti iz odnosa broja impulsa/sec N_p pod linijama, pri čemu smo vrednosti za N_p morali uzeti u istom trenutku posle vadjenja ulja i standarda iz reaktora. Pošto smo spektar standarda snimili šest dana posle snimanja spektra ulja, morali smo broj N_p izotopa u ulju korigovati za faktor $e^{-\frac{0,693}{T_{1/2}} t'}$, gde je $T_{1/2}$ period poluraspada izotopa, a t' vreme proteklo izmedju snimanja spektra ulja i standarda. U tabeli 5 su date vrednosti na osnovu kojih su računate količine brom-a i same vrednosti količina brom-a.

Procena osetljivosti neutronske aktivacione analize za gvoždje

Usled statističke fluktuacije u broju impulsa pretpostavili smo da bi liniju totalne apsorpcije sigurno identifikovali ako bi ona imala visinu veću od dve standardne devijacije σ računate za impuls u "fonu" na mestu gde očekujemo da se linija pojavi. Verovatnoća identifikacije linije u ovom slučaju je vaća od 85%.

U spektru ulja No 2, koji smo snimili istog dana kada i spektar standarda, izračunali smo standardnu devijaciju σ za impuls u "fonu" na mestu energije od 1099 KeV-a, uzeli njenu dvostruku vrednost

Ulike	$E(\text{KeV})$	$N_p(\text{imp/sec})$	$t(h)$	$N_p e^- T_{1/2} \cdot 10^{-2}$	$m(\mu\text{g}) \cdot 10^{-2}$	$m(\mu\text{g}/1\text{g ulja}) \cdot 10^2$
No 1	554,3 776,49	0,187+0,006 0,145+0,005	144,6	0,0106+0,0003 0,0086+0,0003	2,04+0,06 1,93+0,06	1,98+0,06 7,36+20%
No 2	554,3 776,49	0,254+0,007 0,200+0,007	137,9	0,0172+0,0005 0,0135+0,0004	3,3+0,1 3,0+0,1	3,16+0,09 8,55+20%
No 3	554,3 776,49	0,250+0,007 0,200+0,007	134,6	0,0132+0,0005 0,0145+0,0004	3,5+0,1 3,3+0,1	3,4+0,1 9,65+20%
Stand.	554,3 776,49	75,1+0,2 64,9+0,2	0	75,1+0,2 64,9+0,2	145	

Tabela 5

112 -

Element	Ulike	M	$k(\beta)$	$\zeta(\text{barn})$	$\xi(E) \cdot 10^{-3}$	$T_{1/2}$	τ	$N_p(\text{imp/sec})$	$m(\mu\text{g}/1\text{g ulja})$
Na	No 1	23	100	0,53	1,6	15 h	120 h	161,7 h	0,011 0,2+20% 0,4+20%
	No 2						168 h	0,024	
	No 3						171 h	0,062	1,4+20%
Zn	No 1	65,4	48,9	0,46	2,1	245 d	5 d	12,8 d	8•10 ⁻³ 0,06+20%
	No 2						13 d	7,5•10 ⁻³	0,04+20%
	No 3						13,1 d	5•10 ⁻³	0,03+20%

Tabela 7

112 -

i istu proglašili za liniju totalne apsorpcije. Zatim smo pomoću izraza 7 odredili količinu gvoždja koje odgovara procenjenoj liniji. Dobijena količina gvoždja obračunata po gramu ulja predstavlja osetljivost neutronске aktivacione analize za gvoždje u našem slučaju. (Gore navedene veličine su date u tabeli 6).

	(1099 KeV)	N_p (Imp/2kslt)	$m(\mu\text{g})$	$m(\mu\text{g}/\text{lg ulja})$
Ulje No 2	0,72	1,44	0,0156	$0,05 \pm 20\%$
Standard	-	18136 ± 162	145	-

Tabela 6

Odredjivanje količine Na i Zn u uljima. Ako u izraz za masu (6) uvrstimo izraz za aktivnost uzorka (13), dobijamo izraz pomoću koga smo računali količine Na i Zn u uljima, odnosno

$$m = \frac{MN_p}{0,602 K' K \bar{\epsilon} \phi (1 - e^{-\frac{0,693}{T_{H_2}} \tau}) e^{-\frac{0,693}{T_{H_2}} t}} \quad (14)$$

gde su veličine koje figurišu, objašnjene u prethodnim glavama.

Količina Na je računata iz linije totalne apsorpcije energije od 1368,5 KeV-a, a Zn iz linije od 1116,1 KeV-a. Vrednosti svih veličina koji figurišu u izrazu 14 i količine elemenata su dati u tabeli 7 na str. 12.

3.3. Greške merenja

Greške merenja su računate kao statističke greške složenog merenja.

Greške kojom su određivane površine linija totalne apsorpcije računate su pomoću izraza:

$$\Delta N_p = \pm \sqrt{N + \frac{n}{4} \left(\frac{N_f^2}{K^2} + \frac{N_f^4}{\ell^2} \right)} \quad (15)$$

i ove greške se kreću od 3-5%. Veličine u izrazu 14 su objašnjene u gl. 3.1.

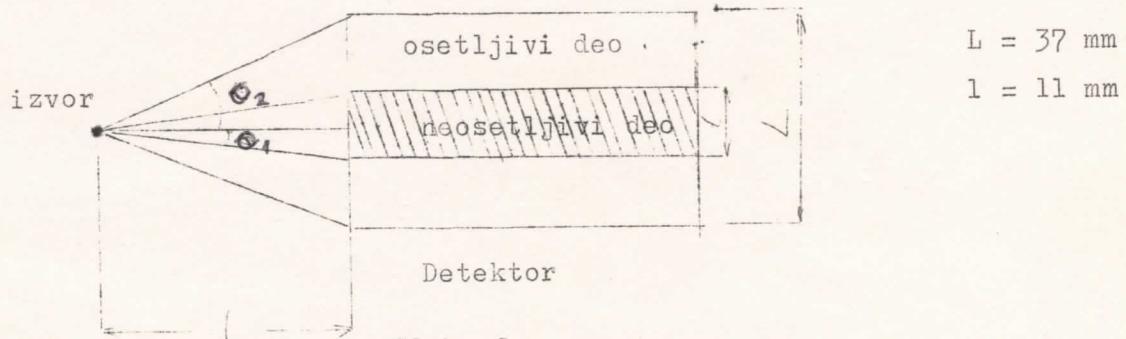
Greške kojom su određivane količine elemenata, računate su prema izrazu:

$$\Delta m_{uz} = \pm \sqrt{\frac{m_{st}^2 (\Delta N_{uz})^2}{N_{st}^2} + \frac{m_{st}^2 N_{uz}^2 (\Delta N_{st})^2}{N_{st}^4}} \quad (16)$$

gde je m_{st} -masa standarda, N_{st} -površina linije totalne apsorpcije standarda, ΔN_{st} -greška pri određivanju površine linije standarda, Δm_{uz} -greška pri određivanju mase uzorka, N_{uz} -površina linije uzorka, ΔN_{uz} -greška površine linije uzorka.

Ove greške se kreću od 3-5%.

Primerci ulja zbog svojih formi nisu mogli biti postavljeni pred detektor preciznije od (20 ± 2) mm, što dovodi do povećanja greške merenja. (Slika 2.)



Slika 2

Promenom udaljenosti izvor-detektor, menja se i prostorni ugao $\Omega = 2\pi(\cos\theta_1 - \cos\theta_2)$ pod kojim izvor vidi detektor, te se menja i broj detektovanih gama kvanata.

Prostorni uglovi za $d=22$ mm ($0,41^\circ$) i $d=18$ mm ($0,52^\circ$) razlikuju se od prostornog ugla za $d=20$ mm ($0,46^\circ$) za 10%, što znači da se broj detektovanih gama kvanata menja za $\pm 10\%$ u zavisnosti promene rastojanja uzorka od detektora.

Usled ovog "geometrijskog faktora", ako se posmatra dva krajnja slučaja (da se uzorak nalazi na 18 mm, a standard na 22 mm i obrnuto), zaključeno je da se unosi greška u određivanje količine elementa od $\pm 20\%$.

Pošto smo ovde posmatrali krajnje slučajeve, realno je da se za grešku merenja uzme $\pm 20\%$ u koju grešku smo uključili grešku usled "geometrijskog faktora" i statističku grešku.

4. ZAKLJUČAK

U ovom radu relativnom metodom merenja odredili smo količine brom-a u primercima ulja No 1, No 2 i No 3 (rezultati su dati u tabeli 5) i izvršili procenu osetljivosti neutronске aktivacione analize za gvoždje i ona iznosi $0,05 \text{ } \mu\text{g/l g ulja}$. Kako nismo mogli identifikovati gvoždje, to znači da, ako ga ima u uljima, njegove količine su manje od $0,05 \text{ } \mu\text{g/l g ulja} \pm 20\%$.

Apsolutnim merenjem smo odredili količine cinka i natrijuma u sva tri uzorka ulja i rezultati su dati u tabeli 6.

Količine bakra nismo mogli odrediti iz razloga koji su objašnjeni u glavi 2.4.

Navedene greške obuhvataju statističke greške i grešku u određivanju udaljenosti izmedju detektora i uzorka čiji se spektar snima (Glava 3.4).

Aktivacionom metodom u našem slučaju najjednostavnija je bila identifikacija brom-a.



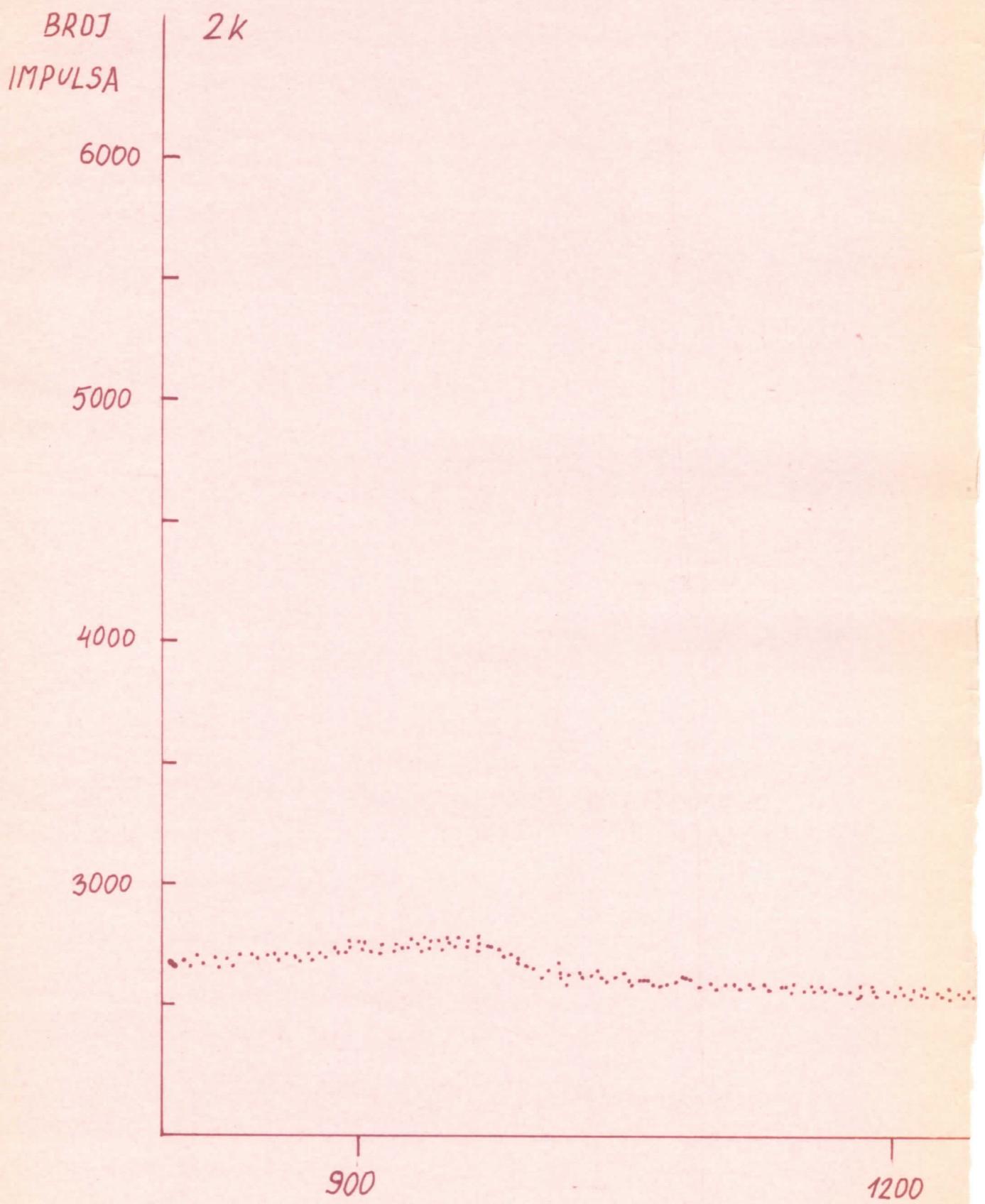
LITERATURA

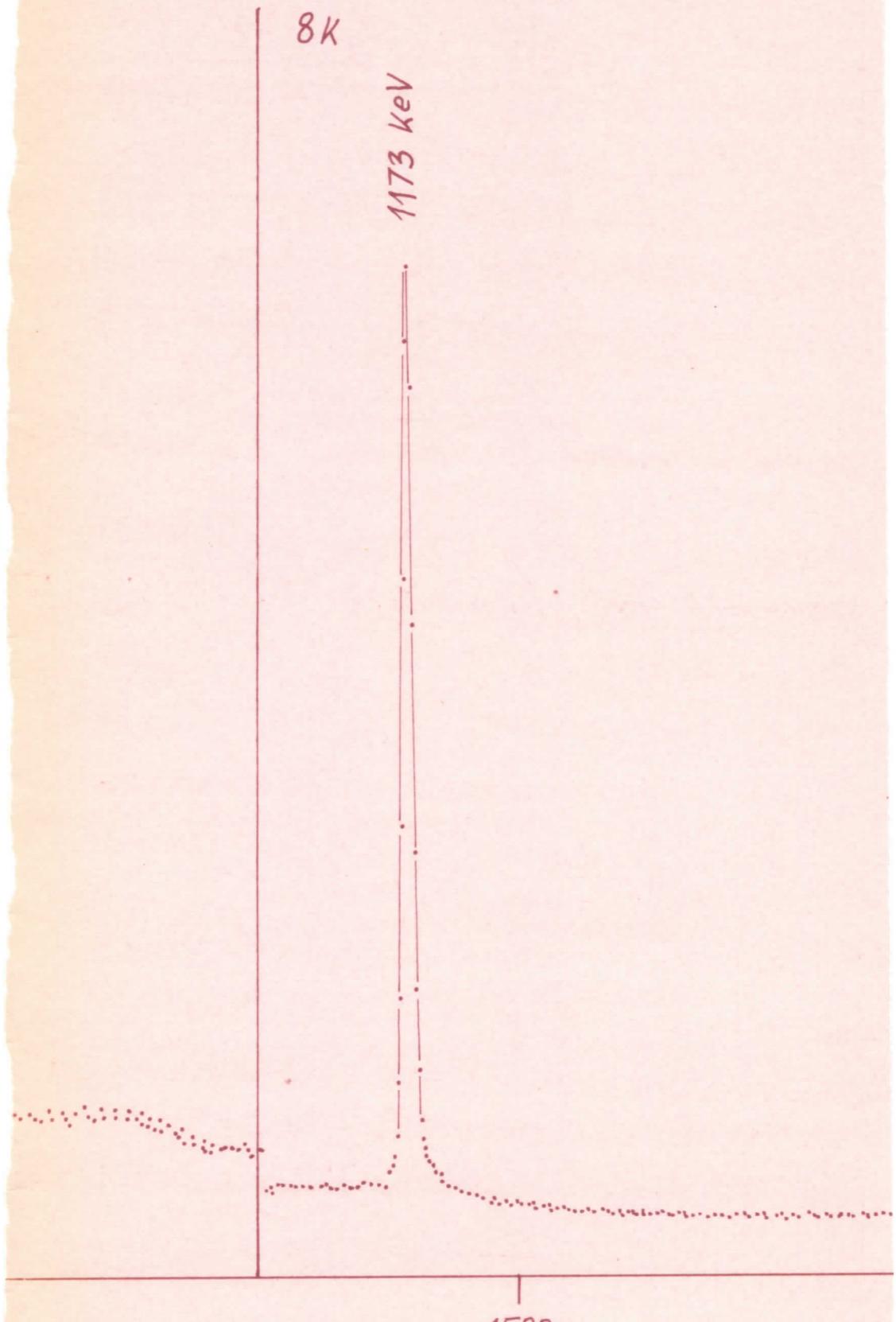
1. Kiss Dezső és Quitter Pál
NEUTRONFIZIKA, AKADÉMIAI KIADÓ BUDAPEST 1971 (875-882).
2. C.E. Cruthamel
APPLIED GAMMA-RAY SPECTROMETRY, SECOND EDITION, COMPLETELY REVISED AND ENLARGED BY F. ADAMS AND R. DAMS, PERGAMON PRESS 1970 (270-273).
3. Cook
RADIOACTIVATION ANALYSIS SYMPOSIUM, LONDON, BUTTERWORTHS 1960.
4. R.L. Blanchard, G.W. Lericotte, O.W. Moeller
PEACEFUL USES OF ATOMIC ENERGY, V 28 (1958)
5. W.F. Bethard, R.A. Schmidt, D.A. Olehy, S.A. Kaplan, S.M. Ling, R.H. Smith and F.O. Mole
NUCLEAR ACTIVATION TECHNIQUES IN LIFE, PROC. OF A SYMPOSIUM IAEA Vienna (1969).
6. Vukotić Perko
ODREDJIVANJE NEČISTOĆA U ALUMINIJUMU METODOM AKTIVACIONE ANALIZE Magistarski rad, Beograd, 1974. god..
7. Marija Kakaš
NEUTRONSKA AKTIVACIONA ANALIZA ALUMINIJUMA Diplomski rad, 1968. god.

TABLICA

1. W.W. Bowman and K.W. MacMurdo
ATOMIC DATA AND NUCLEAR DATA TABLES
Volume 13, February 1974.
Academic Press, New York and London (190-203).







1500

PRILOG BR 1a
SPEKTAR ^{60}Co

Exp. 1kslt

1332 keV

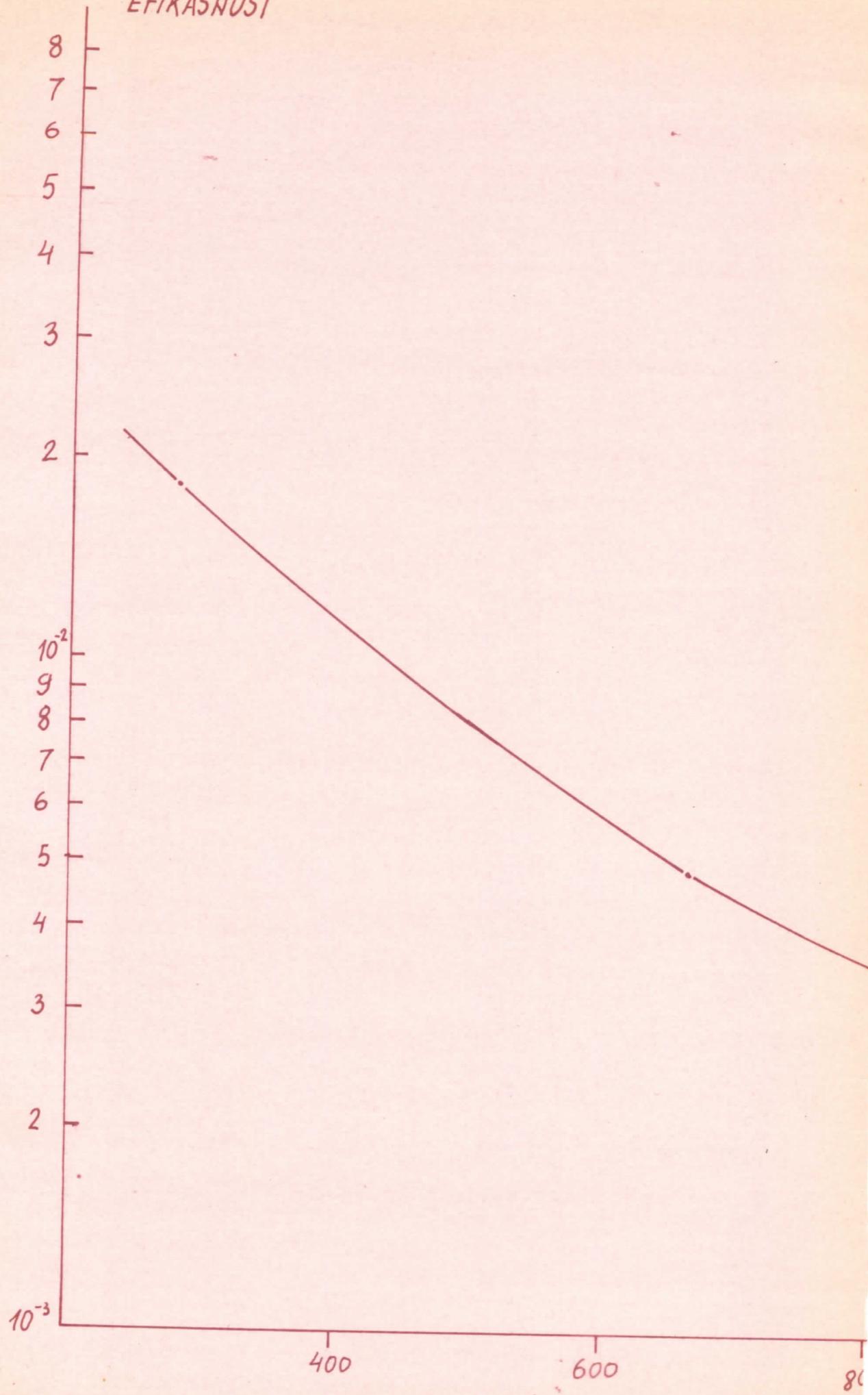
$\Delta E(\text{FWHM}) = 2,34 \text{ keV}$

1800

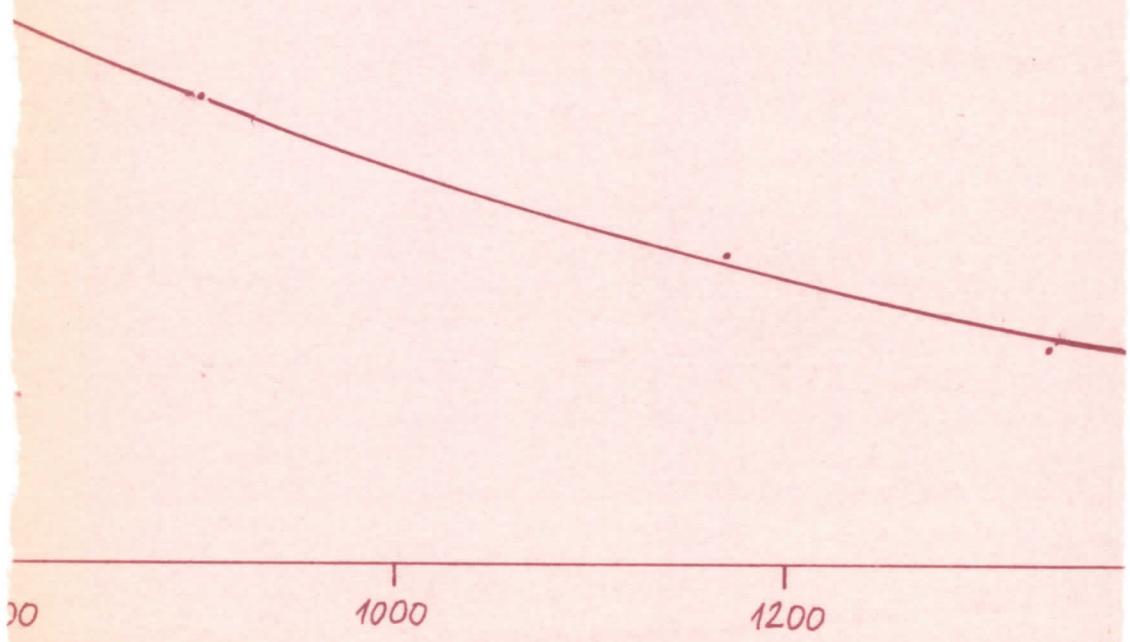
kanali



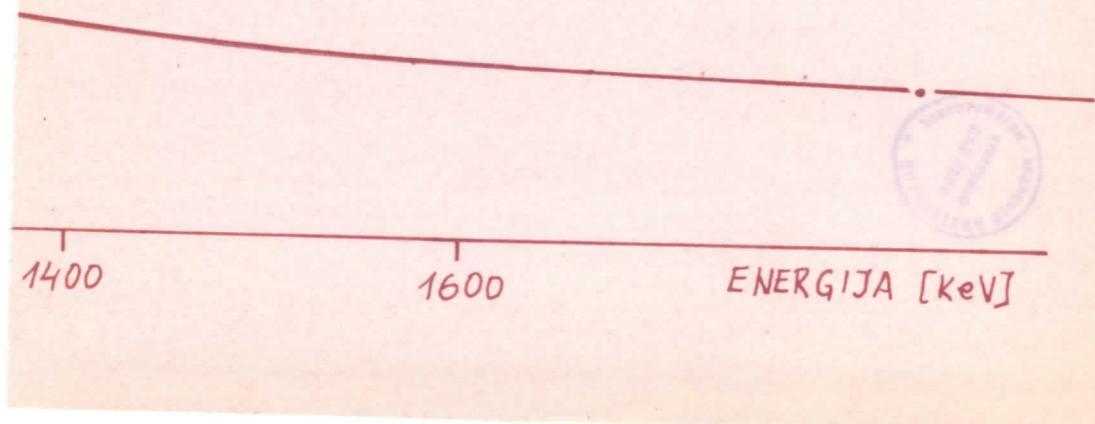
EFIKASNOST



KR



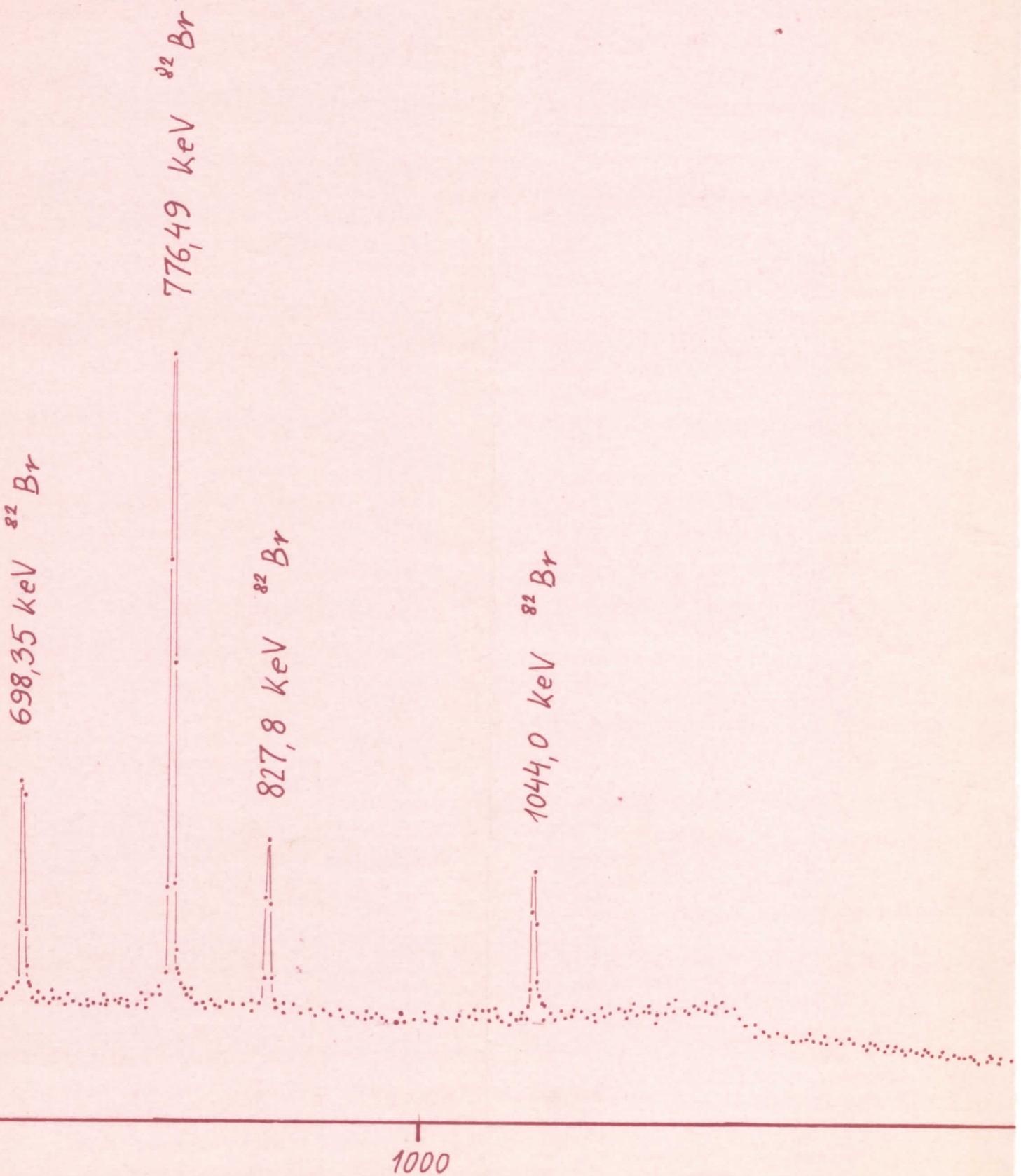
PRILOG BR 1 b
IVA EFIKASNOSTI Ge(Li)
DETEKTORA ZA $D = 2 \text{ cm}$

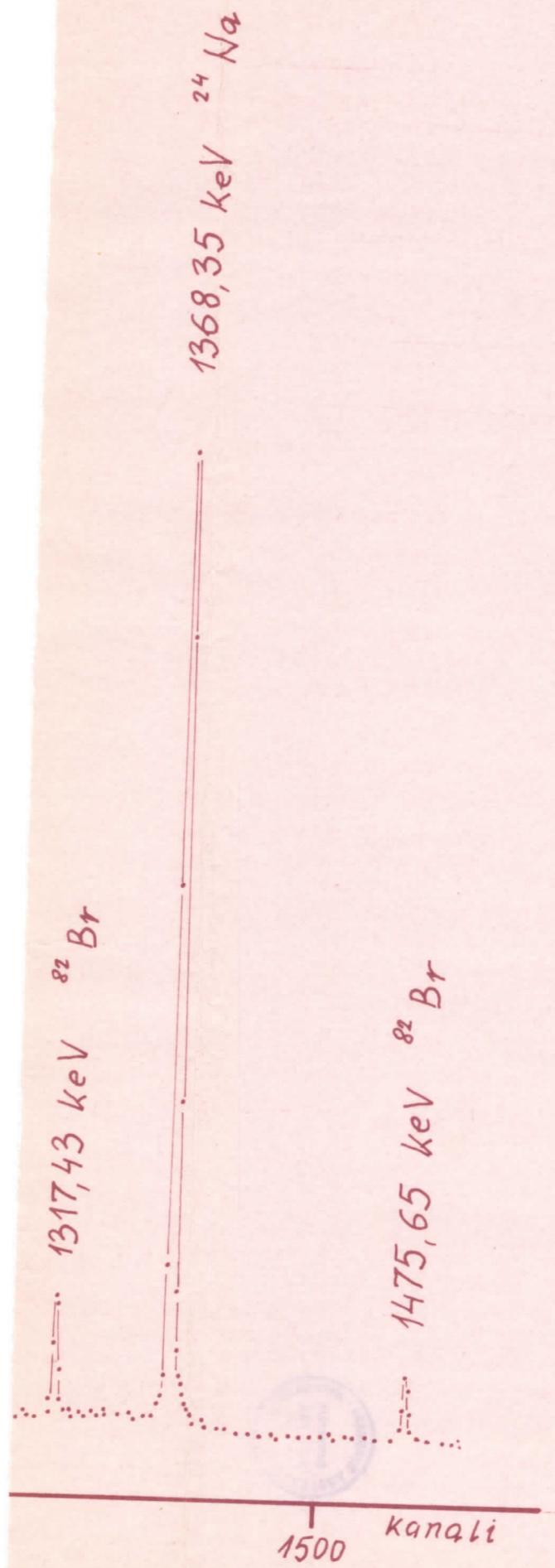


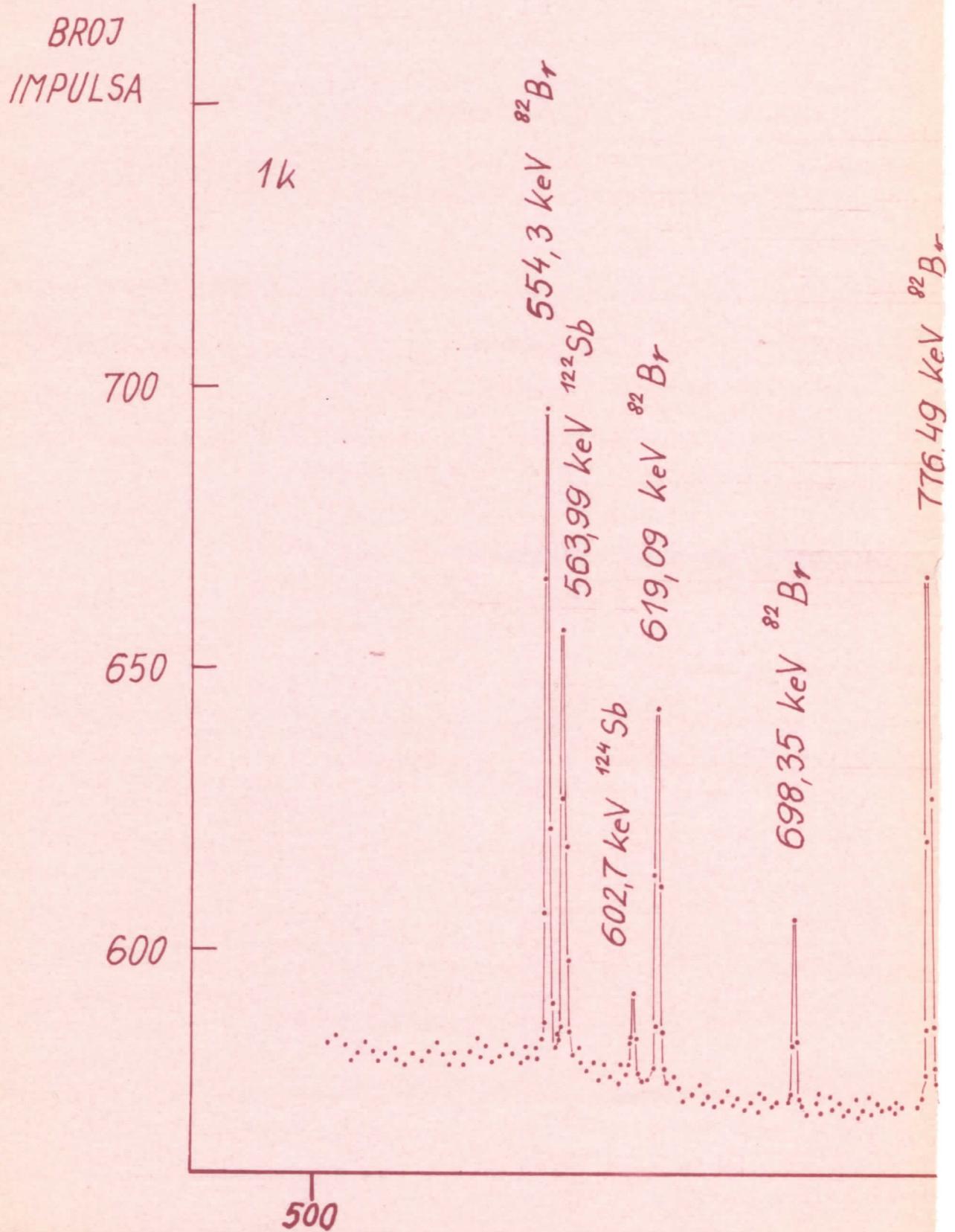
BROJ
IMPULSA

- 511 keV (annihilation)
563,99 keV ^{82}Sb
554,3 keV ^{82}Br
619,09 keV ^{82}Br

PRILOG BR 2a
SPEKTAR ULJA N°1
ID = 17,5 cm
EXP 4 kslt







$827,8 \text{ keV}$ ^{82}Br

$0,512 \text{ k}$

$1044,0 \text{ keV}$ ^{82}Br

$1116,1 \text{ keV}$ ^{65}Zn

1000

PRILOG BR. 2b
SPEKTAR ULJA N°1
 $ID = 2 \text{ cm}$
 $EXP 8 \text{ ks} lt$

1317,43 keV ^{82}Br

1368,35 keV ^{24}Na

1475,65 keV ^{82}Br



1500

kanali

BROJ
IMPULSA

700

650

600

500

1k

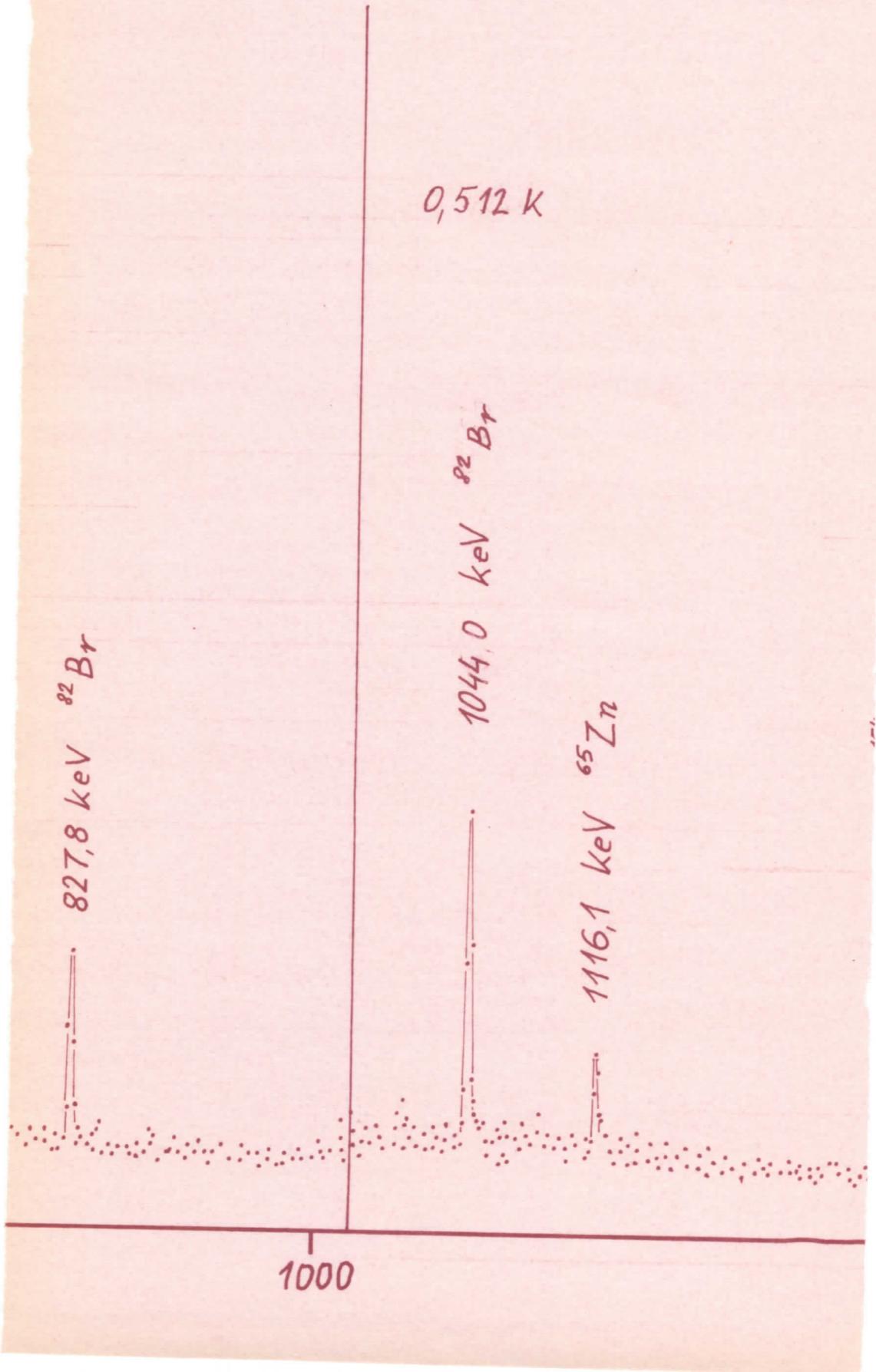
554,3 keV ^{82}Br

563,99 keV ^{122}Sb

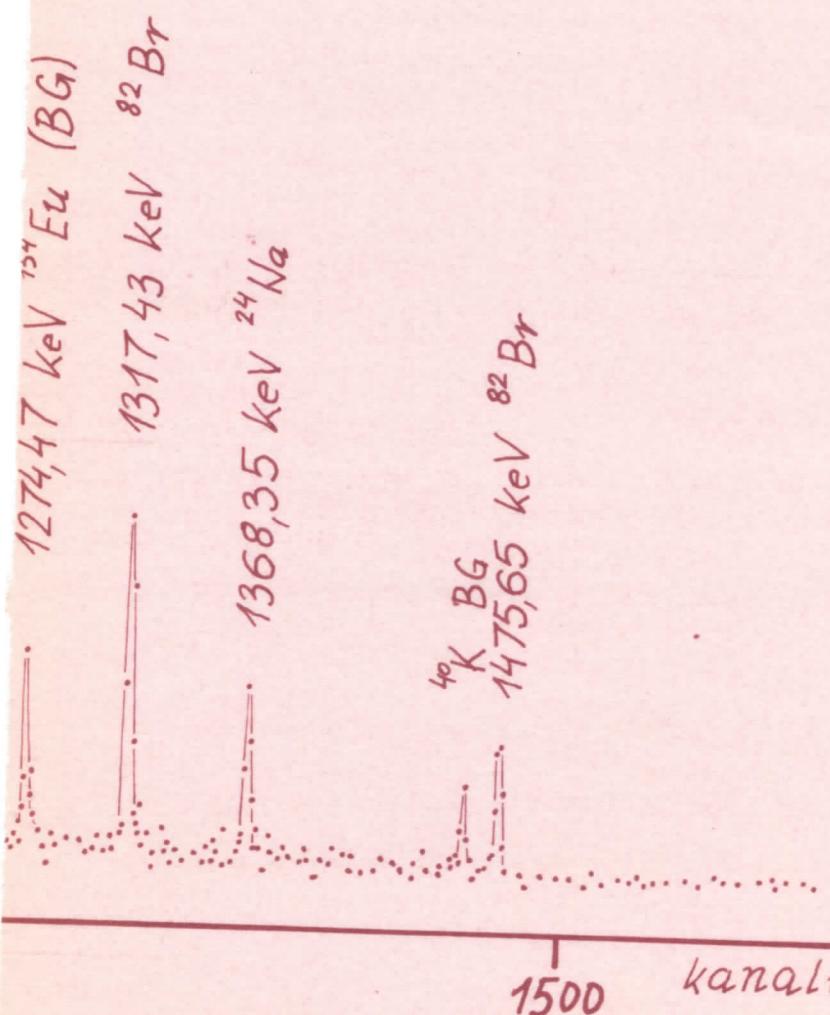
619,09 keV ^{82}Br

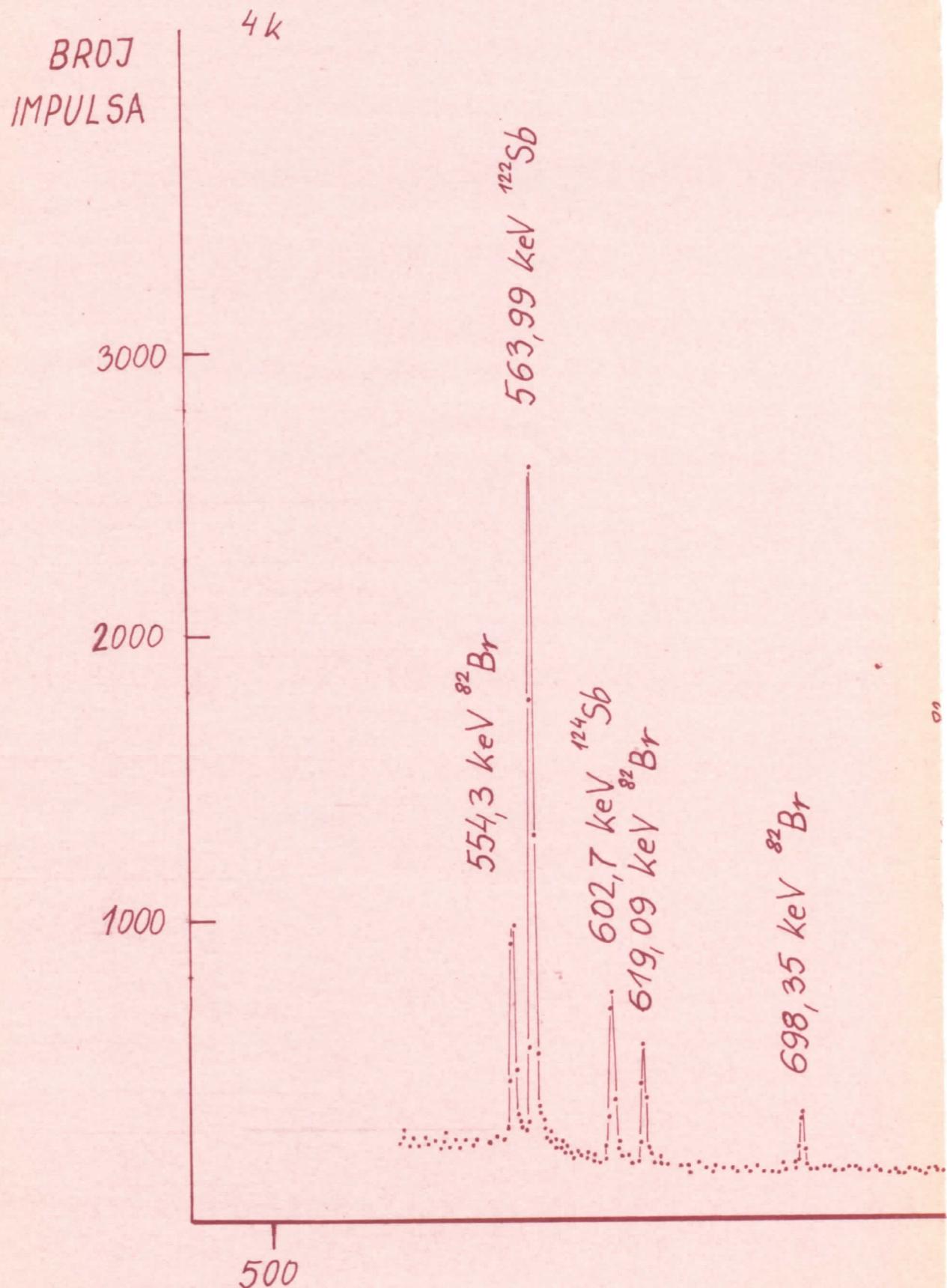
698,35 keV ^{82}Br

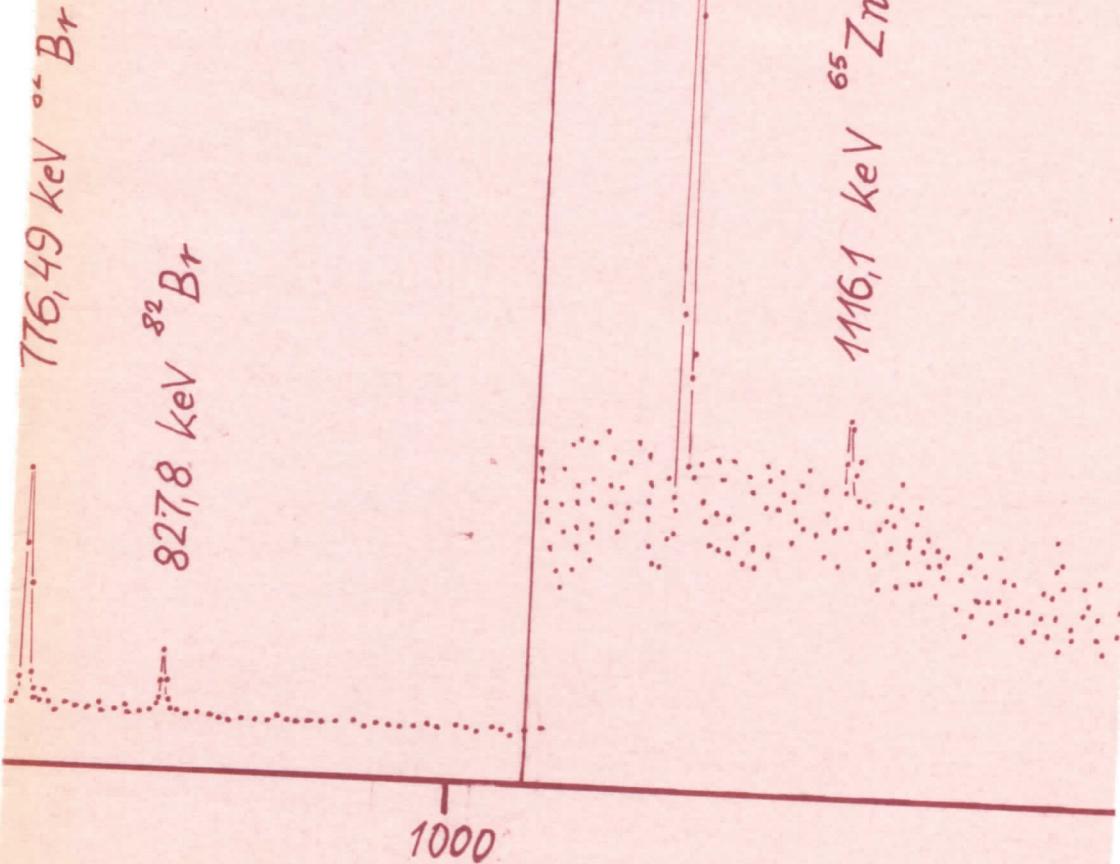
776,49 keV ^{82}Br



PRILOG BR 3
SPEKTAR ULJA N°2
 $ID = 2 \text{ cm}$
 $EXP 8 \text{ kslt}$





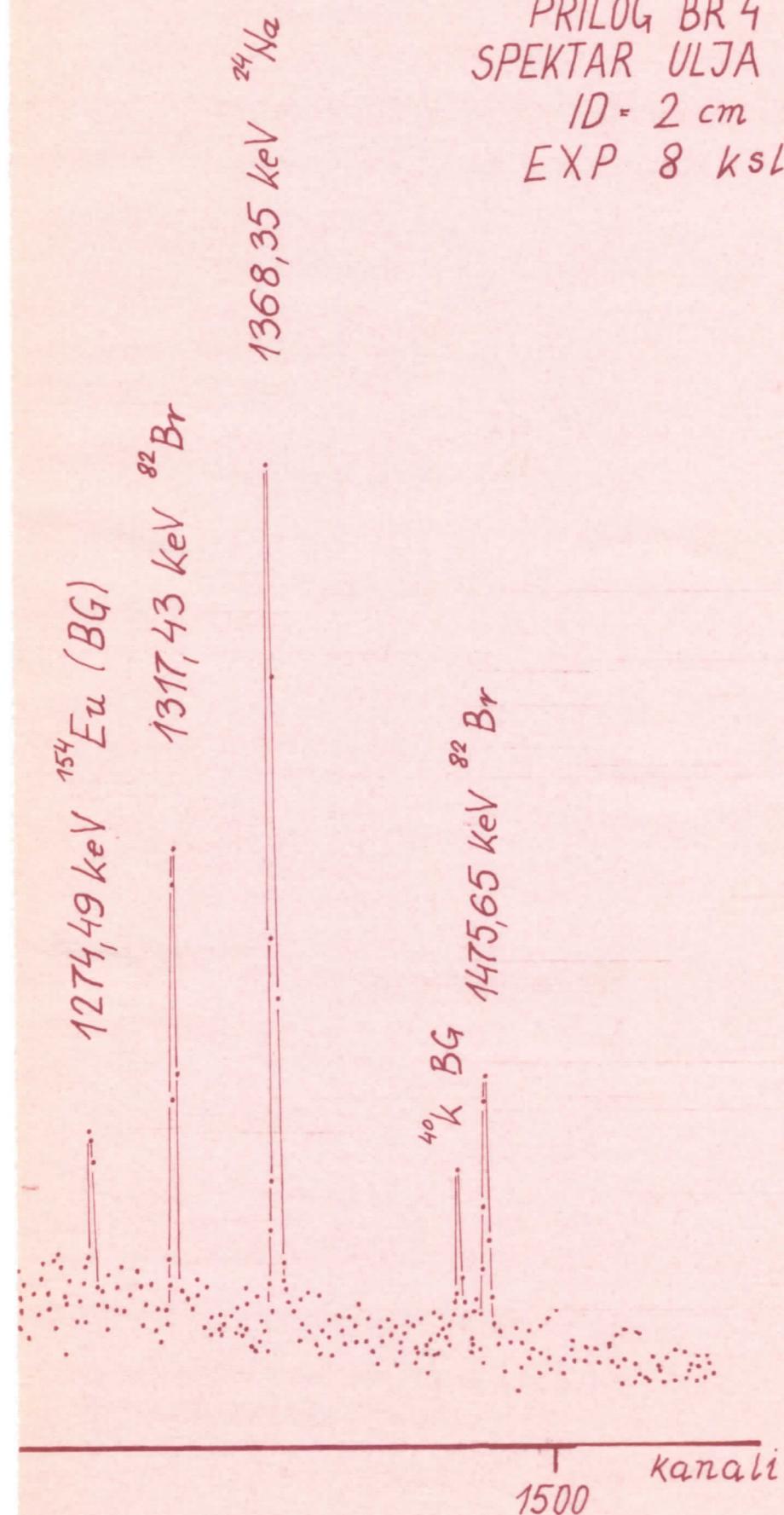


$0.216 k$

$1044.0 \text{ keV } ^{82}Br$

$1116.1 \text{ keV } ^{65}Zn$

PRILOG BR 4
SPEKTAR ULJA N° 3
 $ID = 2 \text{ cm}$
EXP 8 ksL t



*BR0J
IMPULSA*

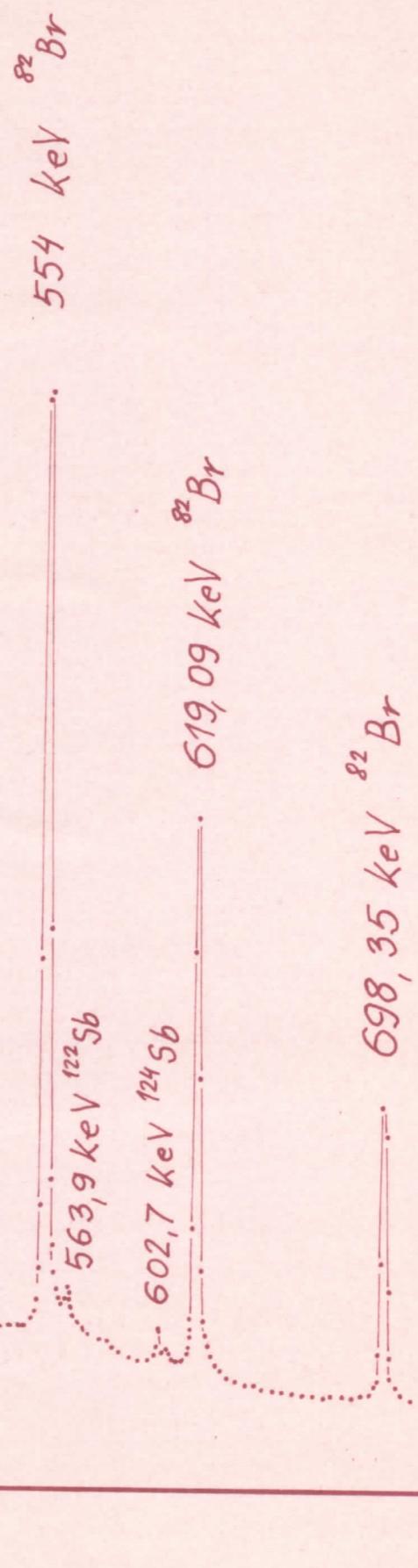
50 000

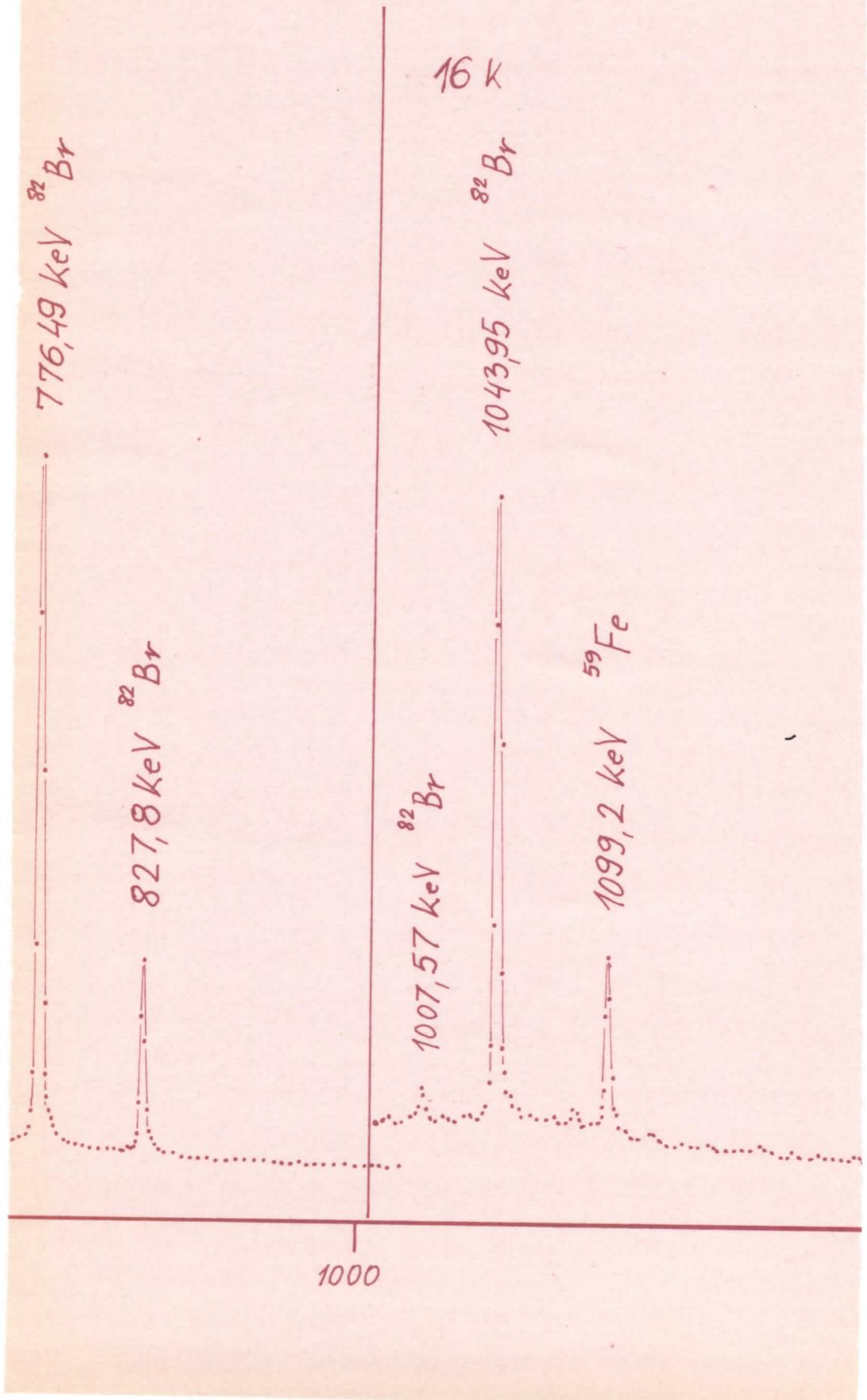
40 000

30 000

32 k

500





PRILOG BR 5
SPEKTAR STANDARDA

ID = 2 cm
EXP 2 ks/t

