УДК 621.039.51

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ МЕТОДА ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОГО АНАЛИЗА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИМПУЛЬСНОГО ГРАФИТОВОГО РЕАКТОРА ИГР

Алейников Юрий Владимирович,

начальник лаборатории физики реакторных установок Института атомной энергии НЯЦ РК, Казахстан, 711100, г. Курчатов, ул. Красноармейская, 10. E-mail: aleinikov@nnc.kz

Попов Юрий Анатольевич,

заместитель начальника лаборатории физики реакторных установок Института атомной энергии НЯЦ РК, Казахстан, 711100, г. Курчатов, ул. Красноармейская, 10. E-mail: Popov@nnc.kz

Прозорова Ирина Валентиновна,

начальник группы лаборатории физики реакторных установок Института атомной энергии НЯЦ РК, Казахстан, 711100, г. Курчатов, ул. Красноармейская,10. E-mail: Prozorova@nnc.kz

Кожаханов Сымбат Балтабекович,

инженер 2 категории лаборатории физики реакторных установок Института атомной энергии НЯЦ РК, Казахстан, 711100, г. Курчатов, ул. Красноармейская,10. E-mail: kozhakhanov @nnc.kz

Актуальность работы обусловлена необходимостью использования методов неразрушающего контроля при поиске и разведке месторождений полезных ископаемых в добывающей промышленности, а также при экологических исследованиях.

Цель работы: адаптация методик инструментального нейтронно-активационного анализа проб минерального сырья при использовании исследовательского импульсного реактора ИГР с учетом условий облучения, физических и технических особенностей реактора.

Методы исследования: инструментальный нейтронно-активационный анализ; выбор оптимальных режимов облучения проб минерального сырья; подготовка и облучение образцов проб в экспериментальном канале реактора ИГР; обработка и анализ экспериментальных данных.

Научная новизна: в рамках работ по адаптации инструментального нейтронно-активационного анализа определены условия внедрения метода для элементного анализа проб минерального сырья и объектов внешней среды на уникальном по своим характеристикам импульсном графитовом реакторе ИГР.

Результаты: выбраны оптимальные режимы облучения проб минерального сырья; представлены результаты определения чувствительности метода инструментального нейтронно-активационного анализа и скорости реакций радиационного захвата. Проведен анализ чувствительности метода инструментального нейтронно-активационного анализа для конкретных условий облучения и измерений. Приведены экспериментально определенные погрешности измерения площади пиков полного поглощения и результаты сравнения расчетных и экспериментальных значений скорости реакции (n, ?) для элементов-аналитов.

Ключевые слова:

Реактор ИГР, инструментальный нейтронно-активационный анализ, чувствительность метода, скорость реакций, элементыаналиты, нейтронно-физические расчеты.

Современные методики элементного анализа позволяют реализовать на практике схемы активационного анализа, предусматривающие определение значительного числа элементов из небольшого образца, что сразу дает обширную аналитическую информацию (многоэлементный анализ) [1-3].

Инструментальный нейтронно-активационный анализ (ИНАА) является достаточно чувствительным методом, при этом важным параметром является предел обнаружения элементов [4, 5]. Представленные экспериментальные результаты, полученные при облучении международных стандартных образцов в экспериментальном канале реактора ИГР, позволяют сделать вывод о приемлемой точности обнаружения элементов [6].

Использование исследовательского реактора ИГР для выполнения инструментального нейтронно-активационного анализа (ИНАА) позволяет расширить область применения этого реактора [7–9]. Перспективность работ, связанных с определением содержания благородных металлов и делящихся материалов в пробах различного характера (геологических, экологических и т. п.), обеспечивается постоянным и устойчивым спросом на их проведение [10–13].

Методика экспериментов и характеристики образцов

Для проведения исследований были использованы стандартные образцы GSJ: JA-3 и JB-1 [14–17]. Образцы, подготовленные согласно методическим указаниям по подготовке проб минерального сырья для проведения ИННА [18], были расфасованы в полиэтиленовые пакеты. Средние размеры образца составляли 8×8 мм с удельной толщиной от 80 до 400 мг/см². Далее пакеты с образцами размещались в полиэтиленовом контейнере, который затем устанавливался в экспериментальный канал реактора ИГР.

Режимы облучения (мощность реактора и время облучения) выбирались с учетом результатов предварительно проведенных нейтронно-физических и теплофизических расчетов. Во время исследований на реакторе ИГР были проведены два пуска, различающееся длительностью и мощностью реактора. Характеристики пусков реактора приведены в табл. 1.

 Таблица 1.
 Характеристики пусков реактора ИГР

 Table 1.
 Features of IGR reactor start-ups

Номер пуска Number of a sturt-up	Энерговыделение в кладке реактора, МДж Power release in the re- actor pile, mJ	Средняя мощность ре- актора, МВт Average power of the reactor, MW	Длительность пуска (время облучения об- разцов), c Start-up duration (sam- ple radiation time), s	Флюенс тепловых нейтронов, н/см² Thermal neuron fluen- ce, n/cm²
181ФЗ	60	5,80	10,34	3,17·10 ¹⁴
181Ф4	4900	1,09	4460	2,58·10 ¹⁶

Элементный анализ облученных образцов основан на неразрушающем гамма-спектрометрическом анализе спектра излучения радиоактивных элементов. Измерения энергетического спектра гамма-излучения образцов выполнялись на двух многоканальных гамма-спектрометрах, состоящих из 4096-канальных анализаторов импульсов и полупроводниковых детекторов (ППД) из особо чистого германия с разрешением 2 кэВ по линии 1332 кэВ.

После проведения пуска 181ФЗ минимальная выдержка образцов после окончания облучения составила 600 с. Время измерения выбиралось в зависимости от периода полураспада короткоживущих изотопов и составило 200 с.

После проведения пуска 181Ф4 измерения проводились через 1, 2, 6 суток и через 3 и 4 недели. Минимальная выдержка образцов после окончания облучения составила 20 ч. Время измерений выбиралось в диапазоне от 1,4 до 17 ч.

Определение чувствительности метода ИНАА проводилось для конкретных условий измерений [19, 20]. Чувствительность определения элементов для реальных спектров образцов с известным содержанием элемента в образце, рассчитывалась по формуле (1):

$$C_{\min} = \frac{L_d \cdot m \cdot 10^6}{S_i(E) \cdot m_s},\tag{1}$$

где С_{тіп} – чувствительность определения элемента, мкг/г; *т* – масса элемента в образце, г; *m_s* – масса образца, г; *S_l(E)* – площадь пика полного поглощения (ППП) с энергией *E*; L_d =2,71+3,29 $\sqrt{2B}$ – критический уровень при отсутствии интерферирующих ППП в области интересов (ROI) [21–25]; *B* – континуум (подложка) под ППП в области ROI.

Скорость реакции на ядрах изотопа-мишени элемента-аналита расчитывалась по формуле (2) [22-25]:

$$R = A_{0i} \cdot \frac{M}{\theta \cdot N_A} \cdot \frac{1}{(1 - e^{-\lambda t_{ir}})}, \qquad (2)$$

где A_{0i} – удельная активность радиоизотопа-продукта реакции, Бк/г; θ – содержание изотопа в естественной смеси, отн. ед [26]; M – молярная масса элемента, г/моль; N_A – число Авагадро, N_A =6,02·10²³ моль⁻¹; t_{Ir} – время облучения пробы, с; λ – постоянная распада продукта реакции, с⁻¹.

Удельная активность радиоизотопа-продукта реакции на ядрах изотопа-мишени элемента-аналита (на 1 г элемента-аналита), приведенная на момент окончания облучения, рассчитывалась по формуле (3):

$$A_{0i} = \frac{S_i(E)}{t_L \cdot p \cdot \varepsilon} \cdot \frac{\lambda \cdot t_R}{(1 - e^{-\lambda t_R}) \cdot e^{-\lambda t_{co}}} \cdot \frac{1}{m},$$
(3)

где m – масса элемента-аналита в образце, г; $S_i(E)$ – площадь ППП с энергией E; λ – постоянная распада продукта реакции, с⁻¹; p – выход гамма-квантов [27, 28]; ε – эфективность регистрации гаммаквантов (зависимости ε от энергии E приведены в приложении A); t_{co} – время между окончанием облучения и измерением пробы, с; t_R – текущее время измерения, с; t_L – время измерения, с учетом времени обработки сигнала аналого-цифровым преобразователем спектрометра, с.

Результаты экспериментов

Всего в ходе проведения многоэлементного ИНАА с использованием реактора ИГР в составе анализируемых образцов идентифицировано 36 элементов: Al, As, Au, Ba, Br, Ca, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Ga, Fe, Hf, Ho, K, La, Lu, Mg, Mn, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Ta, Tb, Th, Ti, U, V, W, Yb, Zn, Zr.

В табл. 2 представлены результаты анализа образцов при определении в них породообразующих элементов, а также скорость реакции на ядрах изотопов элементов-аналитов, приведенная к мощности реактора ИГР 1 МВт, чувствительность метода ИНАА и статистическая погрешность измерения площади ППП для линий изотопов элементов-аналитов. Чувствительность метода ИНАА представлена в виде минимально определяемой концентрации элемента с размерностью микрограмм элемента на 1 грамм пробы. Погрешности указаны для стандартного отклонения 1σ .

- Таблица 2. Результаты определения чувствительности метода ИНАА и скорости реакции при определении породообразующих элементов
- **Table 2.**Results of determining Instrumental Neutron Activa-
tion Analysis method sensitivity and rate of reaction
when defining rockforming elements

Элемент Element	Изотоп Isotope	Энергия, кэВ Energy, keV	Чувствительность С _{min} , мкг/г Sensitivity C _{min} , mcg/g	Скорость реакции R, c ⁻¹ ·MBT ⁻¹ Rate of the reaction R, s ⁻¹ ·MW ⁻¹	Ποгрешность ΠΠΠ δ S, % Error of total absorption peak δ S, %
Al	²⁸ Al	1779	370	1,23.10-12	2
Ca	⁴⁹ Ca	1297	16000	6,3.10-12	30
Fe	⁵⁹ Fe	1099, 1292	170	7,10.10-12	0,7
K	⁴² K	1525	880	7,83.10-12	5
Mn	⁵⁶ Mn	847, 1811	45	7,40.10-11	3
Mg	²⁷ Mg	844, 1014	2300	2,63.10-13	9
Na	²⁴ Na	1368	20	2,87.10-12	0,2
Ti	⁵¹Ti	320	900	1,00.10-12	12

В табл. З представлены результаты определения чувствительности метода и скорости реакции при анализе образцов на следовые элементы.

При определении содержания элементов в исследуемых образцах в анализируемых спектрах гамма-излучения были рассмотрены ППП радиоактивных изотопов элементов с максимальными выходами гамма-квантов и минимальными статистическими погрешностями определения площади ППП.

Результаты, приведенные в табл. 2 и 3, показывают, что низкая чувствительность метода (от 200 до 2000 мкг/г) наблюдается при обнаружении таких элементов, как Al, Fe, K, Mg и Ti. Средние значения чувствительности метода в пределах от 5 до 100 мкг/г наблюдаются для таких элементов, как Mn, Na, Ba, Cr, V, Zn. Высокая чувствительность метода до 2 мкг/г наблюдается для остальных представленных элементов.

Чувствительность метода ИНАА зависит от таких характеристик, как:

- режим облучения образцов;
- параметры измерения образцов (эффективность регистрации, разрешение детектора, время выдержки образцов и др.);
- состав матрицы пробы (концентрация в пробе породообразующих и некоторых следовых элементов).

Состав матрицы важен с точки зрения содержания в пробах «мешающих» элементов, радионуклиды которых, образующиеся после облучения и имеющие интенсивные ППП в высокоэнергетической части спектра, создают комптоновскую подложку под полезным сигналом. При коротких временах облучения и выдержки образцов проб в качестве «мешающих» выступают следующие элементы: Na, Mn и частично Al. При длительных временах облучения и выдержки в качестве «мешающих» элементов в образцах проб можно отметить Na, Fe и Sc. При длительных выдержках и экспозициях заметно присутствие в гамма-спектрах ППП элементов, входящих в состав материалов, из которых изготовлены элементы конструкций самого здания лаборатории.

Таблица 3.	Результаты	определе	ения чув	вствител	ьности	мето-
	да ИНАА и	скорости	реакци	и при ан	ализе	следо-
	вых элемен	ТОВ				

Table 3. Results of determining Instrumental Neutron Activation Analysis method sensitivity and rate of reaction when analyzing trace elements

			5			
Элемент Element	Изотоп Isotope	Энергия, кэВ Energy, keV	Чувствительность С _{min} , мкг/г Sensitivity C _{min} , mcg/g	Скорость реакции R, c'•MBт ⁻¹ Rate of the reaction R, s ⁻¹ •MW ⁻¹	Ποгрешность ΠΠΠ δS, % Error of total absor- ption peak δS, %	
As	⁷⁶ As	559	1	4,02.10-11	12	
Au	¹⁹⁸ Au	412	0,006	< ПО	< ПО	
Ba	¹³¹ Ba	496	60	8,77·10 ⁻¹¹	5	
Br	⁸² Br	554	0,4	9·10 ⁻¹¹	30	
Ce	¹⁴¹ Ce	145	0,7	3,38.10-12	1	
Со	60Co	1173, 1332	0,2	2,14.10-10	1	
Cr	⁵¹ Cr	320	7	8,7·10 ⁻¹¹	0,5	
Cs	¹³⁴ Cs	796	0,3	2,70·10 ⁻¹⁰	13	
Eu	¹⁵² Eu	122, 1408	0,2	2,67.10-08	4	
Ga	⁷² Ga	834	13	3,1.10-11	20	
Hf	¹⁸¹ Hf	133, 482	0,3	7,90.10-11	4	
Но	¹⁶⁶ Ho	81	0,1	3,9.10-10	40	
La	¹⁴⁰ La	487, 1596	0,3	5,30.10-11	2	
Lu	177Lu	208	0,02	1,4.10-8	4	
Rb	Rb	1077	25	4,4.10-12	40	
Sb	¹²⁴ Sb	1691	0,2	1,06.10-10	20	
Sc	⁴⁶ Sc	889, 1121	0,02	1,45.10-10	0,3	
Sm	¹⁵³ Sm	103	0,1	1,77.10-09	0,3	
Sr	⁸⁵ Sr	514	140	6·10 ⁻¹²	30	
Ta	¹⁸¹ Ta	222, 1221	0,2	2,61.10-10	4	
Tb	¹⁶⁰ Tb	299, 879	0,06	2,35.10-10	6	
Th	²³³ Pa	312	0,2	6,7.10-11	2	
U	²³⁹ Np	106, 278	0,3	1,11.10-10	-10 9	
W	¹⁸⁷ W	686, 480	2	3,5.10-10	12	
Yb	¹⁷⁵ Yb	396	0,3	1,8.10-08	3	
Zn	⁵Zn	1116	5	4,4.10-12	4	
Zr	⁹⁵ Zr	756	150	6·10 ⁻¹³	40	
V	52V	1434	30	2.87.10-11	10	

В табл. 2 приведены экспериментально определенные погрешности измерения площади ППП для линий короткоживущих изотопов элементованалитов, а также концентрации элементов в стандартных образцах проб горных пород. Погрешности указаны для стандартного отклонения 1σ .

Как видно из табл. 2, погрешность измерения площади ППП для линий элементов W, U, As, Eu, Zn, Cs, Tb составляет приблизительно 10 %. Для линий изотопов элементов Sb, Ca, Rb, Zr погрешность измерения площади ППП составляет приблизительно 20 и более процентов. Для остальных элементов-аналитов относительная погрешность измерения площади ППП составляет менее 5 %. Нейтронно-физические расчеты скорости реакции (n,γ) для элементов-аналитов проводились по программе MCNP5 [29], с нейтронными константами ENDF/B-VI.

Для вычисления скорости реакций на изотопах элементов-аналитов были использованы ядерные сечения для изотопов из стандартной библиотеки ENDF/B-VI, но для некоторых изотопов, таких как ⁷⁵As, ¹⁵²Sm, ¹²¹Sb, ⁸¹Br, использовались другие библиотеки. В библиотеке ENDF/B-VI отсутствуют библиотечные сечения для целого ряда изотопов аналитических элементов, таких как ¹⁶⁸Yb, ¹⁷⁴Yb, ⁸⁴Sr, ¹⁴⁰Ce, ¹³⁹La, ¹⁵⁹Tb. Для других элементов, таких как Ca, Mg, K, Ti, Zn, Ba, сечения в библиотеках приведены для естественной смеси изотопов. Таким образом, становится очевидным, что для нейтронно-физических расчетов, используемых для целей ИНАА, необходимо формировать отдельную библиотеку сечений реакций на ядрах элементованалитов. Для оценки скорости реакции на изотопе с помощью материальной карты FMn вычисляется по формуле 4 функционал вида:

$$C \left[\varphi(E) R_m(E) dE, \right]$$
(4)

где $\varphi(E)$ – энергетически зависимая плотность потока нейтронов (частица/см²) и $R_m(E)$ – характеристическая функция, которая берется из библиотек сечений MCNP или задается специально. Отметим, что некоторые номера реакций из библиотеки сечений MCNP отличаются от номеров реакций ENDF/B.

В табл. 4 приведены результаты расчетов, а также экспериментальные значения скорости реакций на изотопах элементов-аналитов. Экспериментальные значения скорости реакций, полученные по результатам измерения активности изотопов в образцах проб, отбирались для сравнения с результатами расчетов из соображений наименьшей погрешности.

В табл. 4 представлена также относительная ошибка, характеризующая различие между экспериментальными и расчетными значениями скорости реакции и рассчитанная по формуле (5):

$$\delta R = \frac{\left|R_{exp} - R_{calc}\right|}{R_{exp}} \cdot 100 \%, \tag{5}$$

где R_{exp} и R_{calc} – экспериментальное и расчетное значение скорости реакции.

Сравнивая результаты расчетов и экспериментов, можно сделать вывод о хорошей сходимости для изотопов, активация которых определяется в основном тепловой частью спектра, с незначительной надтепловой составляющей.

Сходимость до 10 % была получена для скорости реакции на изотопах $^{\rm 151}Eu,\,^{\rm 121}Sb$ и $^{\rm 186}W.$

Хорошая сходимость скорости реакции от 10 до 30 % наблюдается для следующих изотопов: ¹³⁰Ва, ¹³³Cs, ⁵⁸Fe ¹⁶⁵Ho, ²⁶Mg, ¹²¹Sb, ¹⁸¹Ta, ²³²Th, ²³⁸U.

Удовлетворительная сходимость результатов от 70 % наблюдается для ¹⁵¹Eu.

 Таблица 4. Сравнение расчетных и экспериментальных данных

 Table 4.
 Comparison of the calculated and experimental data

	Скорость реакции R, с-1				
	Rate of the reaction R, s^{-1}				
Изотоп	Эксперимент		Расчет		
(реакция)	Experiment		Calculation		
Isotope		Погрешность		Относительная	
(reaction)	Значение	ППП <i>б</i> S, %	Значение	ошибка δR , %	
	Value	Error of total absor-	Value	Relative error	
		ption peak <i>8</i> S, %		δR, %	
²⁷ Al (n,γ)	1,23.10-12	2	1,27.10-12	3	
⁷⁵ As (n,γ)	4,0.10-11	12	3,80.10-11	5	
¹³⁰ Ва (n, <i>γ</i>)	8,77.10-11	5	9,37.10-10	28	
⁵⁹ Co (n,γ)	2,14.10-10	1	2,09.10-10	2,3	
⁵⁰ Cr (n,γ)	8,7.10-11	0,5	8,63.10-11	0,8	
¹³³ Cs (n,γ)	2,7.10-10	13	2,35.10-10	13	
¹⁵¹ Eu (n,γ)	2,67.10-8	4	4,53.10-8	69	
⁵⁸ Fe (n,γ)	7,10.10-12	0,7	6,30.10-12	11	
¹⁸⁰ Hf (n,γ)	7,90.10-11	4	7,84.10-11	0,8	
¹⁶⁵ Ho (n,γ)	3,9.10-10	40	4,96.10-10	27	
⁴¹ Κ (n,γ)	7,83.10-12	5	8,11·10 ⁻¹²	3,6	
²⁶ Mg (n,γ)	2,63.10-13	9	2,09.10-13	20	
⁵⁵ Mn (n,γ)	7,40.10-11	3	7,42.10-11	0,3	
²³ Na (n,γ)	2,87.10-12	0,2	2,89.10-12	0,7	
⁸⁵ Rb (n,γ)	4,4.10-12	40	3,98.10-12	9,5	
¹²¹ Sb (n,γ)	1,0.10-10	20	8,43.10-11	16	
⁴⁵ Sc (n,γ)	1,45.10-10	0,3	1,47.10-10	1,4	
¹⁵² Sm (n,γ)	1,77.10-9	0,3	1,93.10-9	9,0	
¹⁸¹ Τа (n,γ)	2,61.10-10	4	3,51.10-10	34	
²³² Th (n,γ)	6,70.10-11	2	5,77.10-11	14	
⁵⁰ Ti (n,γ)	1,0.10-12	12	9,80·10 ⁻¹³	2,0	
²³⁸ U (n,γ)	1,1.10-10	9	8,76.10-11	20	
¹⁸⁶ W (n,γ)	3,5.10-10	12	3,29.10-10	6,0	
⁵¹ V (n,γ)	2,9.10-11	10	2,67.10-11	7,9	
⁶⁴ Zn (n,γ)	4,4.10-12	4	4,41.10-12	0,2	

Заключение

Экспериментальное определение чувствительности метода ИНАА с использованием реактора ИГР является современной и актуальной задачей. В ходе работ, необходимых для обоснования и отработки методики ИНАА, проведены расчетные и экспериментальные исследования возможности облучения проб различного состава. В исследуемых образцах идентифицированы 36 изотопов (элементы-аналиты), определяемых с помощью метода ИНАА. К ним относятся породообразующие элементы: Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ti, а также такие следовые элементы, как As, Au, Ba, Br, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Ga, Hf, Ho, La, Lu, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Ta, Tb, Th, U, V, W, Yb, Zn, Zr.

Определена чувствительность метода ИНАА и относительные погрешности измерения площади ППП в спектрах гамма-излучения образцов для конкретных условий. Чувствительность метода ИНАА при использовании полупроводникового детектора составляет для различных элементов от 0,01 до 2300 мкг/г при средней массе образца горной породы 60 мг. Результаты анализа показывают, что метод наиболее чувствителен при определении таких элементов, как Eu, Co, Sc, Sm, Yb, а наименее чувствителен при определении Fe, Mg, Mn, K. Сравнивая результаты нейтронно-физических расчетов и экспериментов, можно отметить, что различия в значениях скорости реакций для изотопов составили до 10 %. При этом хорошая сходимость до 30 % была получена для скорости реакции на изотопах¹³⁰Ва, ¹³³Сs, ⁵⁸Fe ¹⁶⁵Ho, ²⁶Mg ¹²¹Sb ¹⁸¹Ta ²³²Th ²³⁸U.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Фронтасьева М.В. Эпитепловой нейтронный активационный анализ на реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ // Ядерная физика. – 2008. – Т. 71. – № 10. – С. 1714–1725.
- Методы рассеяния нейтронов: лабораторный практикум. Дубна: ОИЯИ, 2013. – С. 1–53.
- Analysis of neutron flux distribution for the validation of computational methods for the optimization of the research reactor utilization / L. Snoj, A. Trkov, R. Jacimovic, P. Rogan, G. Zerovnk, M. Ravnik // Applied Radiation and Isotopes. - 2011. - V. 69. -P. 136-141.
- Quality aspects of research reactor operations for instrumental neutron activation analysis held in Accra / ed. by E.H.K. Akaho, P. Bode, Dodd Bdu, J.F. Bruyn, B. Saichi, M.K. Shaat // IAEA-TECDOC-1218// IAEA. – Vienna, 2001. – P. 60.
- Кузнецов Р.А. Активационный анализ. М.: Атомиздат, 1974. – 344 с.
- Дмитриев А.Ю., Павлов С.С. Автоматизация количественного определения содержания элементов в образцах методом нейтронного активационного анализа на реакторе ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ // Письма в ЭЧАЯ. – 2013. – Т. 10. – № 1 (178). – С. 58–64.
- Расчетно-экспериментальные исследования по определению чувствительности метода ИНАА проб минерального сырья с использованием реакторов ИВГ.1М и ИГР / Ю.В. Алейников, С.Б. Кожаханов, Ю.А. Попов и др. // Вестник НЯЦ РК. – 2013. – № 3. – С. 69–74.
- Азаров В.А., Силаев М.Е. Результаты определения элементного состава веществ, полученные методом нейтронного активационного анализа с использованием экспериментальной базы РГП НЯЦ РК // Вестник НЯЦ РК РК. – 2003. – № 1. – С. 5–8.
- Обзор результатов исследований импульсного реактора ИГР / Н.В. Горин, Я.З. Кандиев, А.Н. Щербина и др. // Вестник НЯЦ РК РК. – 2003. – № 1. – С. 50–55.
- Фронтасьева М.В. Нейтронный активационный анализ в науках о жизни: обзор // Физика элементарных частиц и атомного ядра. – 2011. – Т. 42. – № 2. – Р. 636–716.
- Intercomparison between Neutron Activation Analysis Laboratories for Trace Elements Determination in Laustine Sediments / L.C. Dinescu, O.A. Culicov, O.G. Duliu, M.V. Frontasyeva, C.D. Oprea // Journal of trace and microprobe techniques. 2003. V. 21. № 4. P. 665–676.
- Investigating the influence of Instrumental Neutron Activation Analysis on European Trade Glass Beads / A. Bonneau, J.-F. Moreau, R.G.V. Hancock, R. Auger, B. Emard // Proc. of the 39th International Symposium for Archaeometry. – Leuven, 2012. – P. 180–185.
- Нейтронно-активационный анализ волос детей, больных анемией / С. Мухаммедов и др. // Атомная энергия. 2011. Т. 111. – № 3. – С. 171–174.

Результаты исследований будут использованы в дальнейшем для разработки методики инструментального нейтронно-активационного анализа с использованием казахстанских исследовательских реакторов ИВГ.1М и ИГР для определения элементного состава минерального сырья.

- Neutron Activation Analysis of Fifteen GSJ Igneous Rock Reference Samples / N. Aota, Y. Miyamoto, S. Kosanda, Y. Oura, K. Sakamoto // Geostandards Newsletter. 1994. T. № 18 (1). P. 65-84.
- 1992 compilation of analytical data for rare-earth elements, scandium, yttrium, zirconium and hafnium in twenty-six GSJ reference samples / S. Itoh, S. Terashima, N. Imai, H. Kamioka, N. Mita, A. Ando // Geostandards Newsletter. - 1993. - V. 17. -Iss. 1. - P. 5-79.
- Neutron Activation Analysis of Nine GSJ Sedimentary Rock Reference Samples / N. Aota, Y. Miyamoto, S. Kosanda, Y. Oura, T. Okui, K. Sakamoto // Geostandards Newsletter. - 1994. -V. 18. - Iss. 2. - P. 185-193.
- Административно-управленческий портал. URL: https://www. gsj.jp/en/database/ (дата обращения: 05.10.2012).
- Glasgow D.C., Dyer F.K, Robinson L. Methods for preparing comparative standards and field samples for neutron activation analysis of soil // J. Radioanal Nucl. Chem. - 1995. - № 192 (2). -P. 361-370.
- Тустановский В.Т. Оценка точности и чувствительности активационного анализа. – М.: Атомиздат, 1976. – 192 с.
- Curie L.A. Limits for qualitative detection and quantitative determination // Pure Appl. Chem. 1968. V. 40. № 3. P. 583-593.
- Inspector Advanced Topics: руководство пользователя спектрометрической системой Genie-PC: S404. – USR, 1995. – Т. 2. – Вып. 3. – 131 с.
- Гутько В.И. Активационный анализ: курс лекций. Минск: МГЭУ им А.Д. Сахарова, 2008. – 74 с.
- Боуен Г., Гиббонс Д.М. Радиоактивационный анализ / пер. с англ. под ред. И.П. Алимарина. – М.: Атомиздат, 1968. – 360 с.
- Маслов И.А., Лукницкий В.А. Справочник по нейтронному активационному анализу. – М.: Наука, 1971. – 312 с.
- Reus U., Westmeiner W. Catalog of Gamma Rays From Radioactive Decay Atomic Data and Nuclear Data Tables. – New York: Academic Press, 1983. – V. 29. – № 1. – 192 с.
- Browne E., Firestone R.B. Table of Radioactive Isotopes / ed. V.S. Shirley. – New York: Wiley, 1986. – 244 c.
- 27. Схемы распада радионуклидов. Энергия и интенсивность излучения. Публ. 38; В 2 кн., кн. 1 / пер. с англ. В.И. Попова. М.: Энергоатомиздат, 1987. 319 с.
- MCNP a general Monte-Carlo Code for neutron and photon Transport / J.F. Briesmeister et al. – Los Alamos: Los Alamos National Laboratory, 1997. – 340 c.

Поступила 24.04.2014 г.

UDC 621.039.51

EXPERIMENTAL DETERMINATION OF TEST-SENSITIVITY OF INSTRUMENTAL NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS USING IMPULSE GRAPHITE REACTOR IGR

Yuriy V. Aleinikov,

Institute of Atomic Energy, National Nuclear Center of Republic of Kazakhstan, 10, Krasnoarmeickaya street, Kurchatov, 711100, Republic of Kazakhstan. E-mail: aleinikov@nnc.kz

Yuriy A. Popov,

Institute of Atomic Energy, National Nuclear Center of Republic of Kazakhstan, 10, Krasnoarmeickaya street, Kurchatov, 711100, Republic of Kazakhstan. E-mail: Popov@nnc.kz

Irina V. Prozorova,

Institute of Atomic Energy, National Nuclear Center of Republic of Kazakhstan, 10, Krasnoarmeickaya street, Kurchatov, 711100, Republic of Kazakhstan. E-mail: Prozorova@nnc.kz

Symbat B. Kozhakhanov,

Institute of Atomic Energy, National Nuclear Center of Republic of Kazakhstan, 10, Krasnoarmeickaya street, Kurchatov, 711100, Republic of Kazakhstan. E-mail: kozhakhanov @nnc.kz

The relevance of the work consists in the necessity to use nondestructive testing methods when searching and exploring underground resources in extractive industry as well as at ecological researches.

The main aim of the study: explanation of the choice of IGR reactor in the capacity of neutrons source for INAA method, consistent with the conditions of radiation, physical and technical features of the reactor.

The methods used in the study: instrumental neutron activation analysis; choice of optimal irradiation regimes of samples of mineral raw materials; preparation and radiation of samples in an experimental channel of IGR reactor; processing and analysis of experimental findings.

Scientific novelty: within the adoption of instrumental neutron-activation analysis (INAA), based on the IGR Pulse Graphite Reactor with its unique technical characteristics, the terms to introduce the method are specified for elemental analysis of samples of mineral raw materials and external medium objects.

The results: The authors have selected optimal modes of irradiation of samples of mineral raw materials. The paper introduces the results of determining sensitivity of the instrumental neutron activation analysis method and response rate of radiation capture. Sensitivity analysis of the instrumental neutron activation analysis method for specific conditions of radiation and measurements was carried out. The paper introduces the experimentally determined inaccuracy in measurements of peaks area of the total absorption and the results of comparison of the calculated and experimental values of the reaction rate (n, γ) for the elements-analytes.

Key words:

Reactor IGR, neutron activation analysis, sensitivity of the method, rate of reaction, elements-analytes, neutronic calculations.

REFERENCES

- Frontasyeva M.V. Epiteplovoy neytronny aktivatsionny analiz na reaktore IBR-2 LNF OIYAI [Epithermal Neutron Activation Analysis on the basis of IBR-2 Reactor, Laboratory of Neutron Physics, Joint Institute for Nuclear Research. Yadernnaya fizika – Nuclear Physics, 2008, vol. 71, no. 10, pp. 1714–1725.
- Metody rasseyaniya neyronov: laboratorny praktikum [Neutron scattering techniques. Laboratory course. Joint Institute for Nuclear Research with the assistance of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation]. Dubna, JINR, 2013. pp. 1–53.
- Snoj L., Trkov A., Jacimovic R., Rogan P., Zerovnk G., Ravnik M. Analysis of neutron flux distribution for the validation of computational methods for the optimization of the research reactor utilization. *Applied Radiation and Isotopes*, 2011, vol. 69, pp. 136-141.
- 4. Quality aspects of research reactor operations for instrumental neutron activation analysis held in Accra. Ed. By Akaho E.H.K.,

Bode P., Dodd Bdu, Bruyn J.F., Saichi B., Shaat M.K. *IAEA-TEC-DOC-1218*. Vienna, 2001. p. 60.

- Kuznetsov R.A. Aktivatsionny analiz [Activation analysis]. Moscow, Atomizdat Publ., 1974. 344 p.
- Dmitriev A.Yu., Pavlov S.S. Avtomatizatsiya kolichestvennogo opredeleniya soderzhaniya elementov v obraztsakh metodom neyronnogo aktivatsionnogo analiza na reaktore IBR-2 v LNF OIYaI [Automation of quantitative measurement of elements in samples by neutron activation analysis method at the IBR -2 at the LNP JINR]. *Pisma v EChAYa – Letters to EPNA*, 2013, vol. 10, no. 1 (178), pp. 58–64.
- Aleynikov Y.V, Kozhakhanov S.B., Popov Yu.A. Raschetno-eksperimentalnye issledovaniya po opredeleniyu chuvstvitelnosti metoda INAA prob mineralnogo syrya s ispolzovaniem reaktorov IVG.1M i IGR [Calculation experimental researches to determine the sensitivity of the INAA method of samples of mineral raw materials using reactors IVG.1M and IGR]. Vestnik NYaTs RK – Vestnik of the NNC, 2013, no. 3, pp. 69–74.

- Azarov V.A., Silaev M.E. Rezultaty opredeleniya elementnogo sostava veshchestv poluchennye metodom neytronnogo aktivatsionnogo analiza s ispolzovaniem eksperimentalnoy bazy RGP NYaTs RK [The results of determination of the ultimate composition of the substances obtained by neutron activation analysis using the experimental facilities of NNC RK]. Vestnik NYaTs RK – Vestnik of the NNC, 2003, no. 1, pp. 5–8.
- Gorin N.V., Kandiev Ya.Z., Sherbina A.N. Obzor rezultatov issledovany impulsnogo reaktora IGR [Review of research results of impulse reactor IGR]. Vestnik NYaTs RK – Vestnik of the NNC, 2013, no. 1, pp. 50–55.
- Frontasyeva M.V. Neytronny aktivatsionny analiz v naukakh o zhizni: obzor [Neutron activation analysis in the life sciences: a review]. Fizika elementarnykh chastits i atomnogo yadra – Physics of elementary particles and atom nucleus, 2011, vol. 42, no. 2, pp. 636–716.
- Lucretia C. Dinescu, Otilia A. Culicov, Octavian G. Duliu, Marina V. Frontasyeva, Cristiana D. Oprea. Intercomparison between Neutron Activation Analysis Laboratories for Trace Elements Determination in Laustine Sediments. *Journal of trace and microprobe techniques*, 2003, vol. 21, no. 4, pp. 665–676.
- Bonneau A., Moreau J.-F., Hancock R.G.V., Auger R., Emard B. Investigating the influence of Instrumental Neutron Activation Analysis on European Trade Glass Beads. *Proceedings of the 39 th International Symposium for Archaeometry*. Leuven, 2012. pp. 180–185.
- Mukhammedov S. Neytronno-aktivatsionny analiz volos detey, bolnykh animiey [Neutron activation analysis of hair of children suffering of anemia]. *Atomnaya energiya – Atomic Energy*, 2011, vol. 111, no. 3, pp. 171–174.
- Aota N., Miyamoto Y., Kosanda S., Oura Y., Sakamoto K. Neutron Activation Analysis of Fifteen GSJ Igneous Rock Reference Samples. *Geostandards Newsletter*, 1994, vol. 18, Iss. 1, pp. 65–84.
- Itoh S., Terashima S., Imai N., Kamioka H., Mita N., Ando A. 1992 compilation of analytical data for rare-earth elements, scandium, yttrium, zirconium and hafnium in twenty-six GSJ reference samples. *Geostandards Newsletter*, 1993, vol. 17, Iss. 1, pp. 5–79.
- 16. Aota N., Miyamoto Y., Kosanda S., Oura Y., Okui T., Sakamoto K. Neutron Activation Analysis of Nine GSJ Sedimentary

Rock Reference Samples. Geostandards Newsletter, 1994, vol. 18, Iss. 2, pp. 185–193.

- Administrativno-upravlenchesky portal [Administrative-and-managerial portal]. Available at: https://www.gsj.jp/en/database/ (accessed 5 October 2012).
- Glasgow D.C., Dyer F.K., Robinson L. Methods for preparing comparative standards and field samples for neutron activation analysis of soil 1995. J. Radioanal. Nucl. Chem., 1995, vol. 192, Iss. 2, pp. 361-370.
- Tustanovsky V.T. Otsenka tochnosti i chuvstvitelnosti aktivatsionnogo analiza [Estimated accuracy and sensitivity of the activation analysis]. Moscow, Atomizdat Publ., 1976. 192 p.
- Curie L.A. Limits for qualitative detection and quantitative determination. *Pure Appl. Chem.*, 1968, vol. 40, no. 3, pp. 583–593.
- Inspector Advanced Topics: user directory by spectrometric system Genie-PC: S404. USR, 1995, vol. 2, no. 3, 162 p.
- Gutko V.I. Aktivatsionny analiz: kurs lektsy [Activation analysis: course of lecture]. Minsk, MSEU named of A.D. Sakharov Press, 2008. 74 p.
- Bowen G., Gibbons D.M. *Radioaktivatsionny analiz* [Radioactivation analysis]. Translated from English. Under the editorship of. I.P. Alimarin. Moscow, Atomizdat Publ., 1968. 360 p.
- Maslov I.A., Luknitsky V.A. Spravochnik po neytronnomu aktivatsionnomu analizy [Guide for neutron activation analysis]. Moscow, Nauka Publ., 1971. 312 p.
- Reus U., Westmeiner W. Catalog of Gamma Rays from Radioactive Decay. Atomic Data and Nuclear Data Tables. New York, Academic Press, 1983, vol. 29, no. 1, 192 p.
- Browne E., Firestone R.B. Table of Radioactive Isotopes. V.S. Shirley (Ed.). New York, Wiley, 1986, 244 p.
- Skhemy raspada radionuklidov. Energiya i intensivnost izlucheniya. Publ. 38 [Radionuclide decay scheme. Energy and radiation intensity: Publication 38 ICRP]. Translated from English by V.I. Popov. Moscow, Energoatomizdat Publ., 1987. B. 1, 319 p.
- Briesmeister J.F. MCNP a general Monte-Carlo Code for neutron and photon Transport. Los Alamos, Los Alamos National Laboratory, 1997. 340 p.

Received 24 April 2014.