

ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας

# ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΜΕΤΡΗΣΗ -α ΚΑΙ -β ΑΚΤΙΝΟΒΟΛΙΩΝ ΣΕ ΥΓΡΑ ΜΙΓΜΑΤΑ ΜΕ ΣΥΣΚΕΥΕΣ ΥΓΡΟΥ ΣΠΙΝΘΗΡΙΣΜΟΥ - ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑΤΑ ΧΡΗΣΗΣ

# DETECTION AND MEASUREMENT OF -α AND -β RADIATION IN LIQUID MIXTURES USING LIQUID SCINTILLATION INSTRUMENTATION -EXAMPLE USAGE CASES

## ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ ΤΟΥ **ΛΕΤΤΑ ΝΙΚΟΛΑΟΥ-ΜΑΡΙΟΥ** (**A.M.: 02117074**)

Σπουδαστή της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών ΕΜΠ

Επίβλεψη: Επίκ. Καθηγητής Ν.Π. Πετρόπουλος

AΘHNA 2024

#### Αποποίηση τυχόν ευθυνών

Αυτό το κείμενο συντάχθηκε ως προϊόν φοιτητικής Διπλωματικής Εργασίας και δεν είναι το αποτέλεσμα επαγγελματικής μελέτης διπλωματούχου μηγανικού. Στο κείμενο αυτό περιέγονται επιστημονικές πληροφορίες και αποτελέσματα σε σχέση με το αντικείμενο που περιγράφεται στον τίτλο. Για το περιεχόμενο αυτό έχει δοθεί κατά το δυνατό η αναγκαία προσοχή ώστε να διασφαλισθεί η ποιότητά του κατά τη στιγμή της δημοσίευσης. Διευκρινίζεται ότι η δημοσίευση του κειμένου αυτού γίνεται χωρίς να υπάρχει άμεση ή έμμεση σύνδεση του συγγραφέως ή του επιβλέποντός του με σχετικά εμπορικά ή οικονομικά συμφέροντα. Ούτε ο συγγραφέας, ούτε ο επιβλέπων του, ούτε το Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο διατυπώνουν κάποια γραπτή εγγύηση, ρητή ή έμμεση, συμπεριλαμβανομένων των εγγυήσεων που αφορούν στην ασφάλεια και την προστασία ατόμων και εξοπλισμού και στην καταλληλότητα για χρήση των περιεχόμενων επιστημονικών πληροφοριών και αποτελεσμάτων για τους σκοπούς ανίχνευσης ιοντιζουσών ακτινοβολιών. Ούτε ο συγγραφέας, ούτε ο επιβλέπων του, ούτε το Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο αποδέχονται κάποια νομική ή άλλη ευθύνη για την ποιότητα, την ακρίβεια, την πληρότητα, τη χρησιμότητα, τυχόν λάθη, τυχόν παραλείψεις στο περιεχόμενο του κειμένου ή για τις συνέπειες οποιασδήποτε απόφασης που θα ληφθεί με βάση το περιεχόμενο αυτό. Επίσης δεν αποδέχονται ειδικότερα και νομική ευθύνη για την απώλεια προσδοκώμενων κερδών ή για τη δημιουργία συνακόλουθων ζημιών από τη χρήση του περιεχόμενου αυτού. Παρόλα αυτά, καταβλήθηκε σημαντική προσπάθεια ώστε η παραγωγή των περιεχόμενων αποτελεσμάτων να προκύψει ως αποτέλεσμα καλών πρακτικών επιστημονικής ανάλυσης. Ο συγγραφέας και ο επιβλέπων του είναι διαθέσιμοι για την παρογή συμβουλών σε ό,τι αφορά επιβεβαίωση των περιεχόμενων αποτελεσμάτων καθώς και για οδηγίες σχετικά με την ενδεδειγμένη χρήση τους.

### Πνευματικά δικαιώματα και σχετικές ευθύνες

Οι αναγνώστες μπορούν να χρησιμοποιούν το μέρος του περιεχομένου που τους ενδιαφέρει για δική τους προσωπική και αποκλειστική χρήση αλλά όχι για δημοσίευση ή παρουσίασή τους ως δικό τους ή χωρίς κατάλληλη αναφορά στην πηγή. Τυχόν παράλειψη της αναφοράς στην πηγή συνιστά το αδίκημα της λογοκλοπής. Οι αναγνώστες έχουν τη ρητή υποχρέωση να μην παραβιάζουν ή να μην ενθαρρύνουν / επιτρέπουν την παραβίαση των νομίμων πνευματικών δικαιωμάτων των σχετικών με το κείμενο αυτό χρησιμοποιώντας τα περιεχόμενα αποτελέσματα με ανάρμοστο τρόπο. Ούτε ο συγγραφέας, ούτε ο επιβλέπων του θα αποδεχθούν ποτέ όποια ευθύνη τυχόν προκύψει ως συνέπεια παραβιάσεων πνευματικών δικαιωμάτων. Τα φυσικά ή τα νομικά πρόσωπα, τα υπεύθυνα για τις παραβιάσεις αυτές θα είναι, ως εκ τούτου, τα μόνα υπόλογα για τυχόν ζημίες ή άλλες συνέπειες. Το κείμενο αυτό προστατεύεται σε ό,τι αφορά τα πνευματικά δικαιώματα από άδεια <u>Creative Commons License</u> by Attribution / No Derivatives, βάσει της οποίας οι χρήστες επιτρέπεται κυρίως να αντιγράφουν, διανέμουν και να χρησιμοποιούν το περιεχόμενο του (<u>αλλά να μην δημιουργούν παράγωγα από αυτό</u>), υπό την προϋπόθεση ότι κάνουν την πρέπουσα αναφορά στην πηγή. Όσοι από εσάς γνωρίζετε την συμβολική γλώσσα της αντίστοιχης άδειας Creative Commons, η σχετική εικόνα σήμανσης έχει ως εξής:



#### Η συνιστώμενη αναφορά στην πηγή είναι:

Lettas, N-M.P., Detection and Measurement of  $-\alpha$  and  $-\beta$  Radiation in Liquid Mixtures Using Liquid Scintillation Instrumentation - Example Usage Cases, Diploma Dissertation (in Greek), Nuclear Engineering Laboratory, National Technical University of Athens, Athens, 2024, available on-line (αναφέρατε διαδικτυακό σύνδεσμο και ημερομηνία ανάγνωσης). Σε περίπτωση που εντοπίσατε αυτό το κείμενο μέσω άλλης δημοσίευσης των συγγραφέων, παρακαλείσθε να αναφέρετε ως πηγή και αυτή τη δημοσίευση.

### Υπεύθυνη δήλωση σχετικά με τη λογοκλοπή

Τόσο ο συγγραφέας όσο και ο επιβλέπων του έχουν λάβει υπόψη τους το κανονιστικό και ηθικό πλαίσιο που ισχύει διεθνώς σχετικά με τη λογοκλοπή και δηλώνουν ότι, με βάση τα όσα γνωρίζουν, το περιεχόμενο της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας είναι προϊόν αυτόνομης εργασίας του συγγραφέως και ότι για τυχόν κείμενα άλλων αυτούσια ή σε παράφραση ή άλλες εξωτερικές πληροφορίες και δεδομένα που χρησιμοποιούνται υπάρχουν αναφορές σε όλες τις πηγές που χρησιμοποιοήθηκαν.

### Disclaimer

This document has been edited as a result of a Diploma Dissertation project accomplished by a student and it is not the result of a professional study by a certified engineer. This document is designed to provide scientific information and results with regard to the matter covered by its title; all reasonable care has been taken to ensure quality of the results at the time of publication. This document is published on the understanding that neither the author nor his supervisor are directly or indirectly connected to any relevant commercial or financial interests. Neither the author nor his supervisor or the National Technical University of Athens (NTUA) make any warranty, expressed or implied, including the warranties of personnel and installations safety and security and fitness for use of the herein included data for the purpose of detection of ionizing radiation, or accept any legal liability or responsibility for the quality, accuracy, completeness, usefulness, any errors, any omissions within the content of this document, or for the consequences of any decisions taken on the basis of the information provided. This includes, but is not limited to, loss of anticipatory profits or consequential damages from the use of this information. Nonetheless, considerable effort has been put so that best scientific analysis practices were followed during the production of the presented results. The author and his supervisor are available for consultation regarding the verification and implementation of the presented data.

#### Copyright note and relevant liabilities

Readers may copy the part of the content, in which they are interested, for their own use and not for publication, display and/or plagiarism. Readers are expressly required not to infringe or authorize any infringement of any legal rights related to these data by inappropriately using the information provided. Neither the author nor his supervisor will accept any liability in respect of such infringement, and the individuals or entities responsible will be personally liable for any damages or other liability arising. This document is protected by the <u>Creative Commons License</u> by Attribution / No Derivatives, which primarily means that licensees may copy, distribute, display and repeat the work (<u>but not make derivatives based on it</u>) only if they give the author the credits. For those of you familiar with the Creative Commons Symbolic Signs, then the respective marking is as it follows:



#### **Recommended citation is as it follows:**

Lettas, N-M.P., Detection and Measurement of  $-\alpha$  and  $-\beta$  Radiation in Liquid Mixtures Using Liquid Scintillation Instrumentation - Example Usage Cases, Diploma Dissertation (in Greek), Nuclear Engineering Laboratory, National Technical University of Athens, Athens, 2024, available on-line (please mention URL and access date). *In case that you have reached this document through another publication of the authors, please, cite this publication as well.* 

#### **Plagiarism statement**

Both the author and his supervisor are aware of the legal and ethics framework internationally applicable regarding plagiarism. Therefore, they both declare that the content of the present Diploma Dissertation is a product of the author's autonomous work. References to sources are duly and appropriately provided for texts of others either quoted directly or paraphrased as well as for external information and data employed.

## ΜΕΛΗ ΤΡΙΜΕΛΟΥΣ ΕΞΕΤΑΣΤΙΚΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

Επιβλέπων

Ν.Π. Πετρόπουλος Επίκουρος Καθηγητής ΕΜΠ

## Μέλη

Μ.Ι. Αναγνωστάκης Καθηγητής ΕΜΠ

Π.Κ. Ρούνη Λέκτορας ΕΜΠ

Ιούλιος 2024

## ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ

| ΠΡΟΛΟΓΟΣ  | xi  |
|---|-----|
| ПЕРІЛНҰН  | xiv |
| ABSTRACT  | xvi |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: Εισαγωγή  |     |
| 1.1 Γενικά  |     |
| 1.2 Αρχές υγρού σπινθηρισμού                                | 1-1 |
| 1.3 Εφαρμογή υγρού σπινθηρισμού                             |     |
| 1.4 Προβλήματα μεθόδου                                      |     |
| 1.5 Μίγματα αναφοράς για βαθμονόμηση μεθόδου                |     |
| 1.6 Συσκευές υγρού σπινθηρισμού                             |     |
| 1.7 Παραδείγματα χρήσης TRICARB                             |     |
| 1.8 Επίλογος  |     |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: Αρχές της μεθόδου υγρού σπινθηρισμού            |     |
| 2.1 Εισαγωγή  |     |
| 2.2 Διεργασίες υγρού σπινθηρισμού                           |     |
| 2.3 Χαρακτηριστικά των φθοριστών                            |     |
| 2.4 Ανάλυση διεργασιών υγρού σπινθηρισμού                   |     |
| 2.5 Συσκευή υγρού σπινθηρισμού                              |     |
| 2.6 Ανίχνευση περισσότερων του ενός -β σωματιδίων           |     |
| 2.7 Ανίχνευση -α σωματιδίων                                 |     |
| 2.8 Ανίχνευση φωτονίων                                      |     |
| 2.9 Μέτρηση ακτινοβολίας Cherenkov                          |     |
| 2.10 Υπόστρωμα από ανεπιθύμητες παρεμβολές                  |     |
| 2.11 Ραδιενεργό υπόστρωμα                                   |     |
| 2.12 Σχόλια και συμπεράσματα                                |     |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: Τεχνική εφαρμογή της μεθόδου υγρού σπινθηρισμ   | ού  |
| 3.1 Εισαγωγή  |     |
| 3.2 Βέλτιστος υγρός σπινθηριστής                            |     |
| 3.3 Βέλτιστη αναλογία υγρού δείγματος και υγρού σπινθηριστή |     |
| 3.4 Διαχείριση αποβλήτων                                    |     |

| 3.5 Διαχωρισμός -α και -β σωματιδίων (α/β discrimination ή α/β separation) 3- $3$ | 3 |
|---|---|
| 3.6 <b>Απόδοση υγρού σπινθηρισμού</b>   | 9 |
| 3.7 Εξασθένιση ή σβέση παραγόμενου φωτός (Quenching)                              | 1 |
| 3.8 Ποσοτικοποίηση σβέσης μέσω παραμέτρων και τεχνικών                            | 5 |
| 3.9 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική εσωτερικού προτύπου                      | 5 |
| 3.9.1 Γενικά  | 5 |
| 3.9.2 Παράμετρος Spectral Index Sample (SIS)                                      | 5 |
| 3.9.3 Υπολογισμός βαθμού απόδοσης με την SIS                                      | 6 |
| 3.9.4 Παράμετρος Sample Channel Ratio (SCR)                                       | 8 |
| 3.9.5 Υπολογισμός βαθμού απόδοσης με την SCR                                      | 8 |
| 3.9.6 Υπολογισμός ραδιεν<br>έργειας χωρίς παραμέτρους                             | 1 |
| 3.10 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική εξωτερικού προτύπου $3-22$              | 2 |
| 3.10.1 Γενικά   | 2 |
| 3.10.2 Παράμετρος External Standard Count (ESC)                                   | 2 |
| 3.10.3 Παράμετρος External Standard Channel Ratio (ESCR)                          | 3 |
| 3.10.4 Παράμετρος Inflection point of Compton Spectrum (IPCS)                     | 8 |
| 3.10.5 Παράμετρος Spectral Index External Standard (SIE)                          | 8 |
| 3.10.6 Φαινόμενα τοιχώματος   | 0 |
| 3.10.7 Παράμετρος Sample Quench External Standard (SQE)                           | 0 |
| 3.10.8 Παράμετρος Transformed Spectral Index External Standard (TSIE) 3-3         | 1 |
| 3.10.9 Υπολογισμός βαθμού απόδοσης με την ΤSIE                                    | 2 |
| 3.11 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική efficiency tracing                      | 3 |
| 3.12 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική zero detection threshold $3-32$         | 5 |
| 3.13 Ειδικότερα για την ποσοτικοποίηση της οπτικής σβέσης                         | 7 |
| 3.13.1 Ο ρόλος των δύο φωτοπολλαπλασιαστών $3-3$                                  | 7 |
| 3.13.2 Παράμετρος SIS και οπτική σβέση  | 0 |
| 3.14 Σχόλια και συμπεράσματα  | 2 |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4: Προβλήματα της μεθόδου υγρού σπινθηρισμού                             |   |
| 4.1 Εισαγωγή  | 1 |
| 4.2 Επίδραση όγκου μίγματος 4-  | 1 |
| 4.3 Επίδραση ομοιογένειας μίγματος  | 2 |
| 4.4 Επίδραση φωταύγειας χημικής αιτιολογίας 4-                                    | 3 |

| 4.5 Επίδραση άλλης φωταύγειας   | 4-4  |
|---|--|
| 4.6 Επίδραση στατικού ηλεκτρισμού   | 4-5  |
| 4.7 Επίδραση τυχαίου θορύβου στο υπόστρωμα  | 4-5  |
| 4.8 Προχωρημένη ανίχνευση υποστρώματος  | 4-6  |
| 4.9 Επιδράσεις στη μέτρηση Cherenkov  | 4-9  |
| 4.10 Ανάλυση τύπου multi-label counting   | 4-10   |
| 4.11 Έλεγχος και διασφάλιση ποιότητας   | 4-12   |
| 4.12 Διάγνωση και επίλυση προβλημάτων   | 4-14   |
| 4.12.1 Αιτίες υψηλού υποστρώματος   | 4-14   |
| 4.12.2 Μεγάλη τυπική απόκλιση σε επαναληπτικές μετρήσεις του ίδιο   | v  |
| δείγματος   | 4-14   |
| 4.12.3 Χαμηλός βαθμός απόδοσης  | 4-14   |
| 4.12.4 Ανεπιθύμητη κίνηση των φιαλιδίων   | 4-14   |
| 4.12.5 Το σύστημα δεν αποκρίνεται σε εντολές  | 4-15   |
| 4.12.6 Αποτελέσματα χωρίς νόημα   | 4-15   |
| 4.13 Σχόλια και συμπεράσματα  | 4-15   |
|   |  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας  | -α και -β  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή  | <b>-α και -β</b><br>5-1  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας  | -α και -β<br>5-1<br>5-1  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας<br>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο  | -α και -β<br>  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας<br>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο<br>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό   | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-4   |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας<br>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο<br>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό<br>5.5 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -α εκπομπό  | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-4<br>5-8  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας<br>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο<br>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό<br>5.5 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -α εκπομπό<br>5.6 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό  | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-4<br>5-8<br>5-10  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας<br>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο<br>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό<br>5.5 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -α εκπομπό<br>5.6 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό<br>5.7 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -α εκπομπό  | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-4<br>5-8<br>5-10<br>5-11  |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής<br>ακτινοβολίας<br>5.1 Εισαγωγή<br>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας<br>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο<br>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό<br>5.5 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό<br>5.6 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό<br>5.7 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό<br>5.8 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -β εκπομπό   | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-4<br>5-8<br>5-10<br>5-11<br>5-12  |
| <ul> <li>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής ακτινοβολίας</li> <li>5.1 Εισαγωγή</li> <li>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας</li> <li>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο</li></ul>  | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-3<br>5-4<br>5-4<br>5-8<br>5-10<br>5-11<br>5-12<br>5-13                        |
| <ul> <li>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής ακτινοβολίας</li> <li>5.1 Εισαγωγή</li> <li>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας</li> <li>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο</li></ul>  | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-3<br>5-4<br>5-4<br>5-4<br>5-10<br>5-10<br>5-11<br>5-12<br>5-13<br>5-14        |
| <ul> <li>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής ακτινοβολίας</li> <li>5.1 Εισαγωγή</li> <li>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας</li> <li>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο</li> <li>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό</li> <li>5.5 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -α εκπομπό</li> <li>5.6 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.7 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.8 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.9 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -α εκπομπό</li> <li>5.10 Αβεβαιότητες ραδιενέργειας των δειγμάτων αναφοράς</li> </ul>   | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-3<br>5-4<br>5-4<br>5-4<br>5-4<br>5-10<br>5-11<br>5-12<br>5-13<br>5-14<br>5-15 |
| <ul> <li>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5: Δείγματα βαθμονόμησης για μέτρηση ολικής ακτινοβολίας</li> <li>5.1 Εισαγωγή</li> <li>5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας</li> <li>5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο</li> <li>5.4 Προετοιμασία πρότυπου δείγματος με -β εκπομπό</li> <li>5.5 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.6 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.7 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.8 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -β εκπομπό</li> <li>5.9 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -α εκπομπό</li> <li>5.10 Αβεβαιότητες ραδιενέργειας των δειγμάτων αναφοράς</li> <li>5.11 Σχόλια και συμπεράσματα</li> <li>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6: Συσκευές υγρού σπινθηρισμού Εργαστηρίου Τεχνολογίας ΕΜΠ</li> </ul> | -α και -β<br>5-1<br>5-3<br>5-4<br>5-4<br>5-10<br>5-10<br>5-11<br>5-12<br>5-13<br>5-13<br>5-15<br>Πυρηνικής |

| 6.2 Συσκευή TRIATHLER εταιρίας κατασκευής HIDEX                           | 6-2    |
|---|--------|
| 6.3 Συσκευή TRICARB εταιρίας κατασκευής PERKIN ELMER                      | 6-9    |
| 6.3.1 Γενικά  | 6-9    |
| 6.3.2 Βασική συγκρότηση υλικού  | 6-10   |
| 6.3.3 Βασική συγκρότηση λογισμικού  | 6-13   |
| 6.3.4 Κυριότερες προαιρετικές επιλογές συγκρότησης συσκευής               | 6-14   |
| 6.4 Αναγνώριση και οργάνωση της συσκευής TRICARB                          | 6-17   |
| 6.5 Πρώτη χρήση συσκευής TRICARB, διαδικασία IPA                          | 6-21   |
| 6.6 Σχόλια και συμπεράσματα   | 6-29   |
| ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7: Παραδείγματα χρήσης συσκευής TRICARB -<br>διασύγκρισης ALMERA | άσκηση |
| 7.1 Εισαγωγή  |        |
| 7.2 Διαδικασίες IPA   |        |
| 7.3 Πρωτόκολλο διαχωρισμού -α και -β ακτινοβολίας                         |        |
| 7.4 Προσδιορισμός απόδοσης ολικής -β και -α μέτρησης στο TRICARB.         | 7-6    |
| 7.5 Σχέσεις για την αβεβαιότητα και το κατώτερο όριο ανίχνευσης           | 7-11   |
| 7.6 Πρόσκληση άσκησης διασύγκρισης ALMERA 2022                            | 7-12   |
| 7.7 Κατάθεση αποτελεσμάτων  | 7-14   |
| 7.8 Δείγμα 01: Προσδιορισμός συγκέντρωσης Sr-90                           | 7-16   |
| 7.8.1 Γενικά  | 7-16   |
| 7.8.2 Εύρεση βαθμού απόδοσης της μεθόδου                                  | 7-16   |
| 7.8.3 Εκτίμηση συγκέντρωσης Sr-90 στο δείγμα 01                           |        |
| 7.9 Δείγμα 01: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β                | 7-17   |
| 7.9.1 Γενικά  | 7-17   |
| 7.9.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 01                   | 7-19   |
| 7.9.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 01                   | 7-19   |
| 7.10 Δείγμα 02: Προσδιορισμός συγκέντρωσης Η-3                            |        |
| 7.10.1 Γενικά   |        |
| 7.10.2 Εύρεση του βαθμού απόδοσης για Η-3                                 | 7-21   |
| 7.10.3 Εκτίμηση συγκέντρωσης Η-3 στο δείγμα 02                            |        |
| 7.11 Δείγμα 02: Προσδιορισμός συγκέντρωσης Sr-90                          |        |
| 7.11.1 Γενικά   |        |
| 7.11.2 Εύρεση βαθμού απόδοσης της μεθόδου                                 |        |

| 7.11.3 Εκτίμηση συγκέντρωσης Sr-90 στο δείγμα 02            |     |
|---|-----|
| 7.12 Δείγμα 02: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β |     |
| 7.12.1 Γενικά   |     |
| 7.12.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 02    |     |
| 7.12.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 02    |     |
| 7.13 Δείγμα 03: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β |     |
| 7.13.1 Γενικά   |     |
| 7.13.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 03    |     |
| 7.13.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 03    |     |
| 7.14 Δείγμα 05: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β |     |
| 7.14.1 Γενικά   |     |
| 7.14.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 05    |     |
| 7.14.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 05    |     |
| 7.15 Σχόλια και συμπεράσματα                                |     |
| 7.16 Επίλογος   |     |
| ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ  | B-1 |

### ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Η πλέον δημοφιλής μέθοδος για την ανίχνευση και την μέτρηση ιοντιζουσών ακτινοβολιών φωτονίων είναι η -γ φασματοσκοπική ανάλυση με τη βοήθεια ημιαγωγών ανιχνευτών. Η μέθοδος είναι γενικά ακριβή διότι το κόστος των ανιχνευτών, των πυρηνικών ηλεκτρονικών και των αναγκαίων θωρακίσεων είναι υψηλό. Επιπλέον η μέθοδος μειονεκτεί διότι αφορά μόνο σε ανίχνευση και μέτρηση φωτονίων και μάλιστα με πολύ χαμηλό βαθμό απόδοσης, πράγμα που συνδέεται με την ανάγκη για δείγματα σχετικά μεγάλου όγκου στην περιοχή από 10 έως 1000 cm<sup>3</sup>. Βεβαίως, τα πλεονεκτήματα της μεθόδου είναι ότι η προετοιμασία δείγματος είτε αυτό είναι στερεό, είτε υγρό, είτε ενδεχομένως αέριο, για μέτρηση είναι ελάχιστη και τυποποιημένη και ότι το λαμβανόμενο φάσμα φωτονίων είναι σχετικά εύκολα αξιοποιήσιμο, αρκεί να είναι διαθέσιμο κατάλληλο λογισμικό ανάλυσης. Η ανάλυση διευκολύνεται διότι μια καλή μέτρηση παρουσιάζει υψηλή διακριτική ικανότητα ενέργειας διαφορετικών φωτονίων της τάξης από 1 έως 2 keV. Τα φωτόνια που αναγνωρίζονται ως διαφορετικά και στα οποία αποδίδεται ενέργεια μέσω ενεργειακής βαθμονόμησης, ταυτίζονται με κατάλληλους αλγορίθμους με ενέργειες φωτονίων που υπάρχουν σε βιβλιοθήκες, οι οποίες οδηγούν στα ισότοπα από τα οποία προέρχονται. Με αυτό τον τρόπο, η - γ φασματοσκοπία επιτυγχάνει ποιοτική και ποσοτική ανάλυση του δείγματος σε σχέση με τα ισότοπα που περιέχει και την ποσότητά τους.

Επίσης δημοφιλής είναι και η μέθοδος του υγρού σπινθηρισμού. Η μέθοδος αυτή είναι παλαιότερη από τους ημιαγωγούς ανιχνευτές για τη -γ φασματοσκοπία και ο στόχος της είναι η ποιοτική και ποσοτική ανίχνευση ισοτόπων που διασπόνται εκπέμποντας -α και -β σωματίδια. Για την εφαρμογή της μεθόδου το δείγμα πρέπει να βρίσκεται οπωσδήποτε σε υγρή μορφή. Αν το δείγμα βρίσκεται σε στερεή μορφή τότε υγροποιείται με τη βοήθεια κατάλληλων οξέων. Αν το δείγμα βρίσκεται σε στερεή μορφή, τότε μπορεί να υγροποιηθεί αφού πρώτα προσροφηθεί σε στερεό προσροφητικό μέσο, για παράδειγμα σε ενεργό άνθρακα, σε ζεόλιθο κλπ. Το υγρό δείγμα αναμιγνύεται με κατάλληλη αρωματική οργανική ένωση, η οποία έχει την ιδιότητα να αλληλεπιδρά με τα εκπεμπόμενα -α και -β σωματίδια παράγοντας φως. Το παραγόμενο φως μπορεί να ανιχνεύεται με τη βοήθεια φωτοπολλαπλασιαστών. Η μέθοδος, αν και δημοφιλής, άργησε να φτάσει στη σημερινή της μορφή διότι οι πρώτες οργανικές ενώσεις που δοκιμάστηκαν δεν ήταν φιλικές με το περιβάλλον και τον χρήστη. Σταδιακά, βρέθηκαν ασφαλέστερες τέτοιες ενώσεις που επέτρεψαν την καλύτερη ανάπτυζη της μεθόδου. Σε αντίθεση με τη -γ φασματοσκοπία, η μέθοδος αυτή απαιτεί προσεκτική προετοιμασία του δείγματος και του μίγματος προς

xi

μέτρηση. Η προετοιμασία του δείγματος και του μίγματος δεν ακολουθούν τυποποιημένες διαδικασίες. Για παράδειγμα, η υγροποίηση ενός στερεού μπορεί να γίνει με περισσότερους από έναν τρόπους. Επιπλέον η αρωματική ένωση που θα χρησιμοποιηθεί ως σπινθηριστής, δηλαδή αυτό που ονομάζεται υγρός σπινθηριστής δεν είναι μία αλλά ο χρήστης έχει τη δυνατότητα για επιλογή από μία μεγάλη συλλογή προτεινόμενων προϊόντων. Το μίγμα που μετριέται μπορεί να έχει ένα ισότοπο που εκπέμπει ένα -α ή ένα -β σωματίδιο. Σε αυτή τη περίπτωση η ανίχνευση και η μέτρηση του ισοτόπου είναι εύκολη. Από την άλλη το μίγμα που μετρείται μπορεί να έχει ισότοπο ή ισότοπα που εκπέμπουν πολλά -α και πολλά -β σωματίδια διαφορετικών ενεργειών. Στην περίπτωση αυτή η ανίχνευση και η μέτρηση εκφυλίζεται σε μέτρηση ολικής -α και ολικής -β ακτινοβολίας. Προκειμένου να επιτευχθεί διαχωρισμός των μετρούμενων ισοτόπων εμπλέκονται φασματοσκοπικές μέθοδοι -α και -β ακτινοβολίας. Φυσικά, οι μέθοδοι αυτοί έχουν χαμηλή διακριτική ικανότητα διότι, συνήθως, η μετατροπή της ακτινοβολίας σε φως και η συνακόλουθη ανίχνευσή του από φωτοπολλαπλασιαστή δεν επιτυγχάνει ικανοποιητική διακριτική ικανότητα. Για να αντιμετωπιστεί αυτό, το στάδιο της προετοιμασίας του δείγματος μπορεί να γίνει εξαιρετικά πιο πολύπλοκο, με στόχο το μίγμα με τον υγρό σπινθηριστή να περιέχει όσο το δυνατό λιγότερα ισότοπα. Αυτό ανεβάζει χαρακτηριστικά την πολυπλοκότητα της μεθόδου και απαιτεί από τον χρήστη ειδική εκπαίδευση, εξαιρετική προσοχή και πλήρη αξιοποίηση των δυνατοτήτων των συσκευών υγρού σπινθηρισμού. Τονίζεται ότι τα προβλήματα της μεθόδου που αναφέρθηκαν δεν είναι τα μοναδικά. Υπάρχουν και άλλα, τα οποία διαπιστώθηκαν στη πράξη και για τα οποία υπάρχει ήδη εκτεταμένη θεωρητική ανάλυση και σημαντικό ερευνητικό έργο.

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία γίνεται η προσπάθεια για την επίσημη εισαγωγή της μεθόδου στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας μέσω κειμένου που κάνει μια ανασκόπηση της βασικής θεωρίας της μεθόδου και παρουσιάζει την εφαρμογή της σε μία άσκηση διασύγκρισης. Φυσικά, η ανεπίσημη εισαγωγή της μεθόδου στο Εργαστήριο έχει γίνει εδώ και αρκετά χρόνια, άλλα έχουν πλέον ωριμάσει οι συνθήκες για να υπάρξει και ένα γραπτό κείμενο. Μέσω της ανεπίσημης διερεύνησης της μεθόδου από το προσωπικό του Εργαστηρίου επιτεύχθηκε κατάλληλη εμπειρία και τεχνογνωσία για την ωρίμανση αυτή.

### ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Θα ήθελα να ευχαριστήσω τον επιβλέποντα Επίκουρο Καθηγητή κ. Ν.Π. Πετρόπουλο για τη βοήθειά του καθόλη τη διάρκεια της εκπόνησης της Διπλωματικής Εργασίας και ειδικά για τη συμβολή του στη διαμόρφωση του τελικού κειμένου. Ευχαριστίες του οφείλονται επίσης για

xii

την αγορά μικρο-αναλωσίμων για τις ανάγκες του πειραματικού μέρους της Διπλωματικής Εργασίας που συνολικά αθροίζουν σε περίπου 600 ΕΥΡΩ, τα οποία κατέβαλε από δικά του χρήματα. Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω

(α) τον Καθηγητή του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας κύριο Μ. Ι. Αναγνωστάκη, ο οποίος με προσανατόλισε στο να βρω μια θέση Πρακτικής Άσκησης στην Ελληνική Επιτροπή Ατομικής Ενέργειας (ΕΕΑΕ) με σκοπό να εξοικειωθώ με την μέτρηση ακτινοβολιών.

(β) την κα Κ. Κεχαγιά, Ειδικό Λειτουργικό Επιστήμονα του Τμήματος Εποπτείας Ραδιενέργειας Περιβάλλοντος (ΤΕΡΠ) της ΕΕΑΕ, η οποία με εισήγαγε στις μετρήσεις ακτινοβολίας με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού.

(γ) την κα. Μ. Κολοβού, Ειδικό Λειτουργικό Επιστήμονα του ΤΕΡΠ της ΕΕΑΕ, για τον ίδιο λόγο.

(δ) τον κ. Δ. Ξαρχουλάκο, Επιστημονικό Προσωπικό του ΤΕΡΠ της ΕΕΑΕ, για τον ίδιο λόγο. και τέλος

(ε) τον Δρ. Κ. Καρφόπουλο, Ειδικό Λειτουργικό Επιστήμονα του ΤΕΡΠ της ΕΕΑΕ, για την επίβλεψη της Πρακτικής μου Άσκησης.

Πρόσθετες ευχαριστίες οφείλονται στον Δρ. Κ. Καρφόπουλο για τις πληροφορίες που μου έδωσε σχετικά με την υλοποίηση της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας. Επιπλέον ευχαριστίες οφείλονται στις κυρίες Κεχαγιά και Κολοβού για τη διάθεση εκ μέρους του ΤΕΡΠ ποσότητας υγρού σπινθηριστή για την υλοποίηση μετρήσεων στην παρούσα Διπλωματική Εργασία.

### ΠΕΡΙΛΗΨΗ

## ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΚΑΙ ΜΕΤΡΗΣΗ -α ΚΑΙ -β ΑΚΤΙΝΟΒΟΛΙΩΝ ΣΕ ΥΓΡΑ ΜΙΓΜΑΤΑ ΜΕ ΣΥΣΚΕΥΕΣ ΥΓΡΟΥ ΣΠΙΝΘΗΡΙΣΜΟΥ -ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑΤΑ ΧΡΗΣΗΣ

### Διπλωματική Εργασία του Ν.Μ. Λέττα

Είναι γνωστό ότι για την ανίχνευση και τη μέτρηση ιοντιζουσών ακτινοβολιών αναπτύχθηκαν από τα τέλη του 19<sup>ου</sup> αιώνα έως και σήμερα και συνεχίζουν να αναπτύσσονται διάφορες τεχνικές. Η κεντρική ιδέα όλων των τεχνικών είναι ότι πρέπει να υπάρχει μια κατάλληλη ύλη από ανιχνευτικό υλικό, με την οποία η ιοντίζουσα ακτινοβολία να αλληλεπιδρά και να παράγει ηλεκτρικά σήματα, τα οποία μπορούν να μετρηθούν. Η ύλη αυτή δεν πρέπει να είναι πολύ πυκνή διότι σε αυτή τη περίπτωση η ιοντίζουσα ακτινοβολία θα απορροφάται και τυχόν παραγόμενο σήμα θα γάνεται. Από την άλλη, η ύλη αυτή δεν πρέπει να είναι πολύ αραιή, διότι σε αυτή τη περίπτωση η ακτινοβολία δεν θα αλληλεπιδρά. Ως πρώτη τέτοια κατάλληλη ύλη βρέθηκε ότι είναι τα αέρια μέσα στα οποία έχει αναπτυχθεί ένα ηλεκτρικό πεδίο. Η ακτινοβολία αλληλεπιδρά με το αέριο, το ιονίζει, τα παραγόμενα ιόντα κατευθύνονται στα ηλεκτρόδια του ηλεκτρικού πεδίου και όταν συλλεχθούν από αυτά παρατηρείται ανιχνεύσιμος παλμός τάσης. Η μέθοδος αυτή είναι κατάλληλη μόνο για την ολική μέτρηση ιοντίζουσας ακτινοβολίας. Ως ολική μέτρηση ορίζεται αυτή η οποία μπορεί να πει ότι υπάρχει πεδίο ακτινοβολίας και εκπέμπεται σε συγκεκριμένο ρυθμό. Με τη πάροδο του χρόνου οι ολικές μετρήσεις με ανιχνευτές αερίου βελτιώθηκαν και μπόρεσαν να διαχωριστούν σε μεθόδους ολικής μέτρησης -α ακτινοβολίας, ολικής μέτρησης -β ακτινοβολίας και ολικής μέτρησης - γ ακτινοβολίας. Το επόμενο ουσιαστικό βήμα στην ανίχνευση και την μέτρηση ιοντιζουσών ακτινοβολιών ήταν οι στερεοί ανιχνευτές φωτονίων μικρής διακριτικής ικανότητας. Ο κυριότερος τέτοιος ανιχνευτής είναι ο κρύσταλλος NaI. Φωτόνια που αλληλεπιδρούν με τον κρύσταλλο παράγουν φως που ανιχνεύεται με φωτοπολλαπλασιαστή και μετατρέπεται σε ηλεκτρικό σήμα. Το σήμα που λαμβάνεται συνδέεται με την ενέργεια των φωτονίων που αλληλεπίδρασαν. Με τέτοιους κρυστάλλους, επιτεύχθηκε για πρώτη φορά η ανίχνευση και της ενέργειας των φωτονίων. Ακολούθησε η εφεύρεση του ημιαγωγού ανιχνευτή φωτονίων. Κατά την τεχνική αυτή, ημιαγωγός μεγάλου όγκου πολώνεται με τη βοήθεια υψηλής τάσης ώστε τα φορτία p και τα φορτία n να απομακρυνθούν μεταξύ τους και να δημιουργηθεί μια περιοχή κενή φορτίων. Όταν φωτόνιο αλληλεπιδράσει με αυτή τη περιοχή του ημιαγωγού, θα δημιουργήσει διατάραξη της κατανομής αυτών των φορτίων, η οποία με τη σειρά της μπορεί να μεταφραστεί σε ηλεκτρικό παλμό. Το πλεονέκτημα αυτού του ημιαγωγού ανιχνευτή είναι ότι μπορεί να ξεχωρίσει τις ενέργειες των αλληλεπιδρώντων φωτονίων σε επίπεδο ακόμα και 1 keV. Αντίθετα, η αντίστοιχη διακριτική ικανότητα των κρυστάλλων NaI είναι μόλις 40-50 keV. Το μειονέκτημα τόσο των κρυστάλλων NaI όσο και των ημιαγωγών ανιχνευτών είναι ότι δεν μπορούν να αλληλεπιδράσουν με -α και -β ακτινοβολία, η σωματιδιακή φύση των οποίων δεν επιτρέπει στην ακτινοβολία να εισέρθει και να αλληλεπιδράσει με την ύλη αυτών των ανιχνευτών. Το πρόβλημα λύθηκε με την εισαγωγή της μεθόδου υγρού σπινθηρισμού. Κατά τη μέθοδο αυτή υγρά δείγματα που περιέχουν ισότοπα ή στερεά δείγματα που περιέχουν ισότοπα και έχουν υγροποιηθεί με τη βοήθεια οξέων αναμιγνύονται με οργανικό υλικό που συμπεριφέρεται παρόμοια με το Nal, δηλαδή παράγει φως αλληλεπιδρώντας με την ακτινοβολία. Το οργανικό αυτό υλικό ονομάζεται υγρός σπινθηριστής. Επειδή τα ισότοπα στο μίγμα αυτό βρίσκονται σε απευθείας επαφή με τον υγρό σπινθηριστή, τα -α και -β σωματίδια που εκπέμπονται αλληλεπιδρούν μαζί του με πολύ καλό βαθμό απόδοσης και παράγουν φως που ανιγνεύεται εύκολα. Η μέθοδος ονομάζεται υγρός σπινθηρισμός και οι σγετικές συσκευές ονομάζονται συσκευές υγρού σπινθηρισμού. Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία θα γίνει μία κατ' αρχήν γνωριμία με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού και τις σχετικές δυνατότητες που έχει το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας του ΕΜΠ.

### ABSTRACT

## DETECTION AND MEASUREMENT OF -α AND -β RADIATION IN LIQUID MIXTURES USING LIQUID SCINTILLATION INSTRUMENTATION - EXAMPLE USAGE CASES Diploma Dissertation of N.-M. Lettas

It is well known that research for the detection and measurement of ionizing radiation has commenced at the end of the 19th century and continues up to this day. The basis of all techniques is similar. Matter used for the detection must be suitable in that it interacts with the ionizing radiation and that the interaction produces measurable electric signals. Such matter cannot be too dense because it will absorb the radiation and any produced signal will be lost. Such matter should not be of low density either, because in that case the radiation will just not interact with it. The first material that has been found to be suitable for the purpose of detection of ionizing radiation is simply a gas, within a DC electric field. Ionizing radiation causes ionization of the gas; subsequently a charged pair is produced. The ions travel towards the electrodes of the electric field, where they are being collected producing voltage pulses. This method can measure only the total radioactivity, which interacts with the gas. Total radioactivity measurement is defined as the detection of the radiation field and the measurement of the radioactivity rate per unit time. After this first achievement, further development of the method allowed for gas filled detectors to differentiate between measurements of total  $-\alpha$ , total  $-\beta$  and total  $-\gamma$  radioactivity. The next big step in the detectors' R&D was the invention of solid state detectors with the ability to provide discrimination of incident radiation energy. The most notable such system is the NaI crystal. Photons that interact with the crystal produce light, which can be captured by a Photomultiplier Tube (PMT). The electric signal produced by the PMT is proportional to the energy of the photons that interact with the crystal and thus, for the first time, it was possible to measure photon energies. After the first solid state detectors, a big leap was accomplished with the introduction of the semiconductor photon detector. For radioactivity measurement a high volume semiconductor is polarized with high voltage. As a result, a region is created within the semiconductor with no charges (depletion region). When a photon interacts with this region, the charge of the semiconductor is altered and this can be measured in the form of an electric signal. The differentiating factor between this method and the NaI crystal is that this method allows for energy resolution of up to 1 keV, which is much greater than the energy

resolution of 40-50 keV that a NaI crystal can provide. A big drawback of both methods is that neither of them can interact with  $-\alpha$  and  $-\beta$  radiation, because these are particles and thus, they get absorbed before they can interact with the material of the detectors. The solution to this problem came in the form of liquid scintillation. Now, the radioactive material if not already liquid, can be liquefied with the help of acids and mixed with organic compounds which behave very similarly to the NaI crystal, in that they produce light when they interact with ionizing radiation. Therefore, the  $-\alpha$  and  $-\beta$  emitting isotopes get in direct contact with the scintillating material in the liquid mixture and thus, the measurement is not only possible but also performed with high efficiency. The aim of this Diploma Dissertation is the presentation of the theoretical background of the liquid scintillation method and the reporting of the capabilities of the liquid scintillation instrumentation of the Nuclear Engineering Laboratory of NTUA.

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ

## 1.1 Γενικά

Σκοπός της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας είναι να εξετασθούν για πρώτη φορά στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας και στη βάση ενός κειμένου στα Ελληνικά τα παρακάτω: (α) Οι φυσικές αρχές της μεθόδου ανίχνευσης και μέτρησης ιοντιζουσών ακτινοβολιών που είναι γνωστή με το γενικό όνομα "υγρός σπινθηρισμός". (β) Το πώς και για την ανίχνευση και μέτρηση ποιών ισοτόπων μπορεί να εφαρμόζεται η μέθοδος. (γ) Τα προβλήματα της μεθόδου και τυχόν λύσεις που μπορούν να εφαρμόζονται για την αντιμετώπισή τους. (δ) Τρόποι βαθμονόμησης της μεθόδου υγρού σπινθηρισμού. (ε) Οι συσκευές υγρού σπινθηρισμού που είναι διαθέσιμες στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας και (στ) Παραδείγματα χρήσης μιας από τις συσκευές αυτές. Η Διπλωματική εκτείνεται σε 7 αντίστοιχα Κεφάλαια συμπεριλαμβανομένου του παρόντος, το οποίο λειτουργεί ως εισαγωγή. Στο 7° Κεφάλαιο συμπεριλαμβάνονται επίλογος και προτάσεις βελτίωσης της χρήσης των συσκευών υγρού σπινθηρισμού του Εργαστηρίου.

## 1.2 Αρχές υγρού σπινθηρισμού

Στο Κεφάλαιο 2 της Διπλωματικής Εργασίας γίνεται μία ανασκόπηση των φυσικών αρχών πάνω στις οποίες βασίζεται η ανίχνευση και η μέτρηση ιοντιζουσών ακτινοβολιών με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού με έμφαση στη μέτρηση -β ακτινοβολίας. Πολύ χονδρικά παρουσιάζεται ότι για ασταθείς πυρήνες, από τους οποίους δεν προκύπτει διεγερμένος πυρήνας - προϊόν, η ανίχνευσή τους γίνεται με τη βοήθεια των εκπεμπόμενων σωματιδίων -β. Για την ανίχνευση των -β σωματιδίων χρησιμοποιείται κατάλληλο διάλυμα που ονομάζεται υγρός σπινθηριστής. Υγρό δείγμα που περιέχει τον προς ανίχνευση ασταθή πυρήνα αναμιγνύεται ομοιογενώς με τον υγρό σπινθηριστή. Τα -β σωματίδια που εκπέμπονται αλληλεπιδρούν με τον υγρό σπινθηριστή, ο οποίος διεγείρεται σε μοριακό επίπεδο και αποδιεγειρόμενος παράγει φως που ανιγνεύεται με τη βοήθεια ενός ή περισσότερων φωτοπολλαπλασιαστών. Με τη βοήθεια κατάλληλης βαθμονόμησης, το φως που παράγεται συνδέεται με την περιεκτικότητα του υγρού δείγματος σε ασταθείς πυρήνες, των οποίων η συγκέντρωση μετράται σε μονάδες ραδιενέργειας. Αναφέρονται επίσης και διεργασίες που λαμβάνουν χώρα στον υγρό σπινθηριστή για τη μέτρηση και -α ακτινοβολίας σε υγρά δείγματα. Συζητούνται με πολύ βασικό τρόπο διάφορες συνθέσεις υγρών σπινθηριστών και τα πλεονεκτήματά τους. Τέλος, παρουσιάζονται τα βασικότερα τεχνικά μέρη μιας συσκευής

υγρού σπινθηρισμού, αλλά και οι δυσκολίες που υπάρχουν για την ανάλυση και μέτρηση δειγμάτων που περιέχουν πολλούς ασταθείς πυρήνες, οι οποίοι εκπέμπουν -β και -α σωματίδια διαφορετικών ενεργειών. Στο επόμενο Κεφάλαιο 3 θα παρουσιασθούν σε μεγαλύτερο βάθος τα τεχνικά στοιχεία που οδηγούν σε ορθές και ποιοτικές μετρήσεις με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού.

## 1.3 Εφαρμογή υγρού σπινθηρισμού

Σε συνέχεια του Κεφαλαίου 2, στο Κεφάλαιο 3 γίνεται μία εισαγωγή στις μετρητικές δυσκολίες που συναντώνται στην εφαρμογή της μεθόδου. Υπάρχουν ζητήματα σχετικά με την επιλογή του κατάλληλου υγρού σπινθηριστή, το διαχωρισμό των -α από τα -β σωματίδια κατά την ταυτόχρονη ανίχνευσή τους και, η σημαντικότερη δυσκολία που προκύπτει από τη σβέση, την εξασθένηση δηλαδή του παραγόμενου φωτός μέσα στο μίγμα δείγματος και υγρού σπινθηριστή ου σουταντώνται στην ταυτόχρονη ανίχνευσή τους και, η σημαντικότερη δυσκολία που προκύπτει από τη σβέση, την εξασθένηση δηλαδή του παραγόμενου φωτός μέσα στο μίγμα δείγματος και υγρού σπινθηριστή η οποία επιδρά αρνητικά στο βαθμό απόδοσης της μεθόδου. Ειδικά για το τελευταίο ζήτημα θα παρουσιαστούν και τεχνικές για την ποσοτικοποίηση και αντιμετώπιση του φαινομένου της σβέσης. Στο πλαίσιο αυτό συζητούνται εμπορικά διαθέσιμοι υγροί σπινθηριστές, ανάλογα με το αν το δείγμα είναι ανόργανο ή οργανικό, η βέλτιστη αναλογία ανάμειξης δείγματος και υγρού σπινθηριστή και αναλύεται το πώς προκύπτει η απόδοση του σπινθηρισμού. Διαχωρίζονται επίσης οι κύριες αιτίες της σβέσης σε οπτικές και χημικές. Για την ποσοτικοποίηση της σβέσης προσδιορίζονται παράμετροι, που διορθώνουν τον βαθμό απόδοσης. Οι παράμετροι αυτές είναι γενικά παραδεκτοί και προτείνονται από την βιβλιογραφία.

## 1.4 Προβλήματα μεθόδου

Στο Κεφάλαιο 4 αναφέρονται τα κύρια προβλήματα που συναντώνται κατά την εφαρμογή της μεθόδου. Γίνονται σχόλια για την επίδραση του όγκου και της ομοιογένειας του μίγματος. Παρουσιάζεται το φαινόμενο της φωταύγειας και οι διάφορες αιτίες της. Σχολιάζονται επιπλέον φαινόμενα που επηρεάζουν το υπόστρωμα και η επίδραση του στατικού ηλεκτρισμού. Τέλος, γίνεται μια εισαγωγή στην ταυτόχρονη μέτρηση πολλαπλών ισοτόπων και στα προβλήματά της. Δίνεται επίσης και ένας κατάλογος για τη διάγνωση συνήθων προβλημάτων και την εφαρμογή αντίστοιχων πιθανών λύσεων. Το συμπέρασμα είναι ότι οι συνθήκες μιας μέτρησης επηρεάζουν σημαντικά το αποτέλεσμα. Γενικά παράγοντες που προκαλούν διακυμάνσεις όπως π.χ. η θερμοκρασία του μίγματος ή η υγρασία του περιβάλλοντος μέτρησης, μπορεί να είναι εύκολα μετρήσιμοι. Λόγω της επίδρασης

παραγόντων η εφαρμογή της μεθόδου είναι άρρηκτα συνδεδεμένη με ένα σύστημα διασφάλισης ποιότητας.

## 1.5 Μίγματα αναφοράς για βαθμονόμηση μεθόδου

Σύμφωνα με τα αναφερόμενα στο Κεφάλαιο 5, σημαντικό μέρος ενός συστήματος ποιότητας είναι ασφαλώς οι πηγές ραδιενέργειας που χρησιμοποιούνται για τη βαθμονόμηση και τον έλεγχο των συσκευών υγρού σπινθηρισμού. Στο Κεφάλαιο 5, γίνεται περιγραφή της διαδικασίας που ακολουθήθηκε ώστε να παρασκευαστούν μίγματα αναφοράς, που χρησιμοποιήθηκαν για βαθμονομήσεις για την παρούσα Διπλωματική Εργασία. Αποτυπώνονται τα βήματα που ακολουθήθηκαν για την παρασκευή των μιγμάτων με τρόπο ώστε να διασφαλίζεται η ιχνηλασιμότητα με τα πρότυπα διαλύματα, που είναι εμπορικά διαθέσιμα και από τα οποία λήφθηκε η αναγκαία για τις βαθμονομήσεις ραδιενέργεια -α και -β σωματιδίων και ο τρόπος που τα δύο αυτά είδη ακτινοβολίας διαχωρίζονται. Η ραδιενέργεια των μιγμάτων αναφοράς συνοδεύεται από αβεβαιότητες, οι οποίες παρουσιάστηκαν και ερμηνεύτηκαν σε επίπεδο εμπιστοσύνης 1σ.

## 1.6 Συσκευές υγρού σπινθηρισμού

Στο Κεφάλαιο 6 παρουσιάζονται οι συσκευές υγρού σπινθηρισμού του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας, δηλαδή η συσκευή TRIATHLER της HIDEX και η συσκευή TRICARB της PERKIN ELMER. Γίνεται αναφορά στις βασικές δυνατότητες των συσκευών καθώς και στις προαιρετικές δυνατότητές τους. Έμφαση δίνεται στην ανάπτυξη για τη συσκευή TRICARB. Ο λόγος για αυτό είναι επειδή στο Κεφάλαιο 7, θα παρουσιαστεί ένα παράδειγμα χρήσης της συσκευής TRICARB. Φυσικά, ο τρόπος λειτουργίας των συσκευών αυτών περιγράφεται σε σχετικώς εκτεταμένα εγχειρίδια. Τόσο η εταιρεία HIDEX όσο και η εταιρεία PERKIN ELMER έχουν δημοσιεύσει πάρα πολλά application notes για τις συσκευές αυτές, στα οποία γίνεται επιπλέον περιγραφή τεχνικών λεπτομερειών που δεν περιέχονται στα εγχειρίδια. Κατά τη παρουσίαση της συσκευής TRICARB σημειώθηκαν και ορισμένα από τα χαρακτηριστικά της εγκατάστασης και τοποθέτησης της συσκευής στο πλαίσιο των καλών εργαστηριακών πρακτικών.

## 1.7 Παραδείγματα χρήσης TRICARB

Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας συμμετέχει ανελλιπώς σε ετήσιες διασυγκρίσεις με το χαρακτηριστικό όνομα ALMERA, οι οποίες διοργανώνονται από τον ΔΟΑΕ και αναλύει

τα δείγματα που λαμβάνει κυρίως με μεθόδους -γ φασματοσκοπικής ανάλυσης. Στη διασύγκριση του 2022, αποφασίστηκε ότι το εργαστήριο θα μπορούσε να δώσει και αποτελέσματα με χρήση της συσκευής υγρού σπινθηρισμού TRICARB. Στη συνέχεια του Κεφαλαίου 7 παρουσιάζονται ως παραδείγματα χρήσης της συσκευής TRICARB όλες οι ενέργειες που έγιναν για τη μέτρηση των δειγμάτων της διασύγκρισης ALMERA 2022 που αφορούσαν σε μέτρηση -α και -β ακτινοβολίας. Οι μετρήσεις έχουν ήδη δημοσιευτεί στο δικτυακό τόπο του ΔΟΑΕ και βρέθηκαν να συμφωνούν, σχεδόν σε όλες τις περιπτώσεις με τις αναμενόμενες τιμές. Από τα συγκεντρωτικά αποτελέσματα για την άσκηση διασύγκρισης που τον δειγμάτων σημαντικά αν από την έξοδο του λογισμικού της συσκευής TRICARB μπορούσε να επιτευχθεί η απόσπαση τιμών σε επίπεδο παλμοί ανά 5 ώρες που ήταν ο χρόνος μέτρησης των δειγμάτων. Στα παραδείγματα χρήσης που παρουσιάζονται για την άσκηση διασύγκρισης χρησιμοποιήθηκαν τιμές εξόδου CPM, οι οποίες κρύβουν μέσα τους ολοκλήρωση και στρογγυλοποίηση των πραγματικών αποτελεσμάτων.

### 1.8 Επίλογος

Φαίνεται από το σύνολο της Διπλωματικής Εργασίας ότι επιτεύχθηκε η κατανόηση της λειτουργίας της συσκευής TRICARB σε καλό επίπεδο για ένα Εργαστήριο χωρίς προηγούμενη εμπειρία. Αυτό αποδεικνύεται από τα καλά αποτελέσματα στην άσκηση διασύγκρισης. Τα αποτελέσματα αυτά φυσικά μπορούν να βελτιωθούν. Η εμπειρία που αποκτήθηκε επιτρέπει στο Εργαστήριο να ενεργεί σε περιορισμένο χρόνο σε σχέση με ζητούμενα παρόμοια αποτελέσματα από άλλες ασκήσεις διασύγκρισης ή κάποιες έκτακτες ανάγκες. Αναμένεται ότι στην επόμενη άσκηση διασύγκρισης αυτής της κατηγορίας, η οποία θα πραγματοποιηθεί μέσα στο 2023 θα επιτευχθούν ίδιες ή καλύτερες επιδόσεις.

Μερικά από τα σημεία που πρέπει να προσεχτούν είναι τα εξής:

(a) Η εγκατάσταση κλιματισμού στο χώρο των συσκευών.

(β) Η εγκατάσταση ανιχνευτών μέτρησης θερμοκρασίας και υγρασίας στο χώρο των συσκευών.

(γ) Η αξιοποίηση της συσκευής TRIATHLER.

(δ) Η ένταξη τω συσκευών σε ένα πρόγραμμα διασφάλισης ποιότητας με διαπίστευση κατά ISO 17025.

1-4

(ε) Η ένταξη των συσκευών σε ένα συστηματικό πρόγραμμα μετρήσεων Η-3 στην υγρασία της ατμόσφαιρας. Αυτό θα επιτρέψει την απογραφή της τρέχουσας κατάστασης συγκέντρωσης Η-3, ώστε αυτή η πληροφορία να μπορεί να συγκριθεί με αυξημένες συγκεντρώσεις που είναι δυνατόν να προκύψουν από διαρροή σε κοντινό στην Ελλάδα πυρηνοηλεκτρικό σταθμό.

(στ) Η διερεύνηση του αν οι συσκευές μπορούν να αποδώσουν σε ένα πρόγραμμα μετρήσεων C-14 με σκοπό τη ραδιοχρονολόγηση.

(ζ) Η ένταξη των συσκευών σε ένα συστηματικό πρόγραμμα μετρήσεων Pb-210 και Po-210. Η μέτρηση αυτών των ισοτόπων σε υγρά δείγματα μπορεί να δώσει σημαντικές πληροφορίες σχετικά με φυσικές διεργασίες που λαμβάνουν χώρα στα νερά τα οποία κατά τη διαδρομή τους συναντούν ορυκτά πετρώματα. Επιπλέον ένα τέτοιο πρόγραμμα μετρήσεων μπορεί να αξιοποιηθεί και για την εύρεση Pb-210 και Po-210 σε εδάφη. Φυσικά τα εδάφη αυτά για να μετρηθούν θα πρέπει να υγροποιηθούν με τη βοήθεια οξέων και από το σχετικό υγρό προϊόν να απομονωθούν ραδιοχημικά τα ισότοπα Pb-210 και Po-210.

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

### ΑΡΧΕΣ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ ΥΓΡΟΥ ΣΠΙΝΘΗΡΙΣΜΟΥ

### 2.1 Εισαγωγή

Κατά τη διαδικασία της διάσπασης ενός ασταθούς πυρήνα, αυτός μετατρέπεται σε ευσταθέστερο, συνήθως, με εκπομπή φορτισμένων σωματιδίων όπως σωματίδια -α και σωματίδια -β (ηλεκτρόνια ή ποζιτρόνια). Αν ο πυρήνας που παράγεται από τη διάσπαση προκύψει διεγερμένος, αποδιεγείρεται άμεσα (ταυτόγρονα) εκπέμποντας φωτόνια (ή αλλιώς ακτινοβολία - γ). Η ανίχνευση των ασταθών πυρήνων γίνεται ευκολότερα με τη βοήθεια των φωτονίων που εκπέμπονται από τον διεγερμένο πυρήνα - προϊόν, είτε με τη βοήθεια σπινθηριστών στερεών κρυστάλλων (όπως οι σπινθηριστές ιωδιούχου νατρίου) είτε με τη χρήση ημιαγωγών ανιχνευτών. Για ασταθείς πυρήνες, από τους οποίους δεν προκύπτει διεγερμένος πυρήνας - προϊόν, η ανίχνευσή τους γίνεται με τη βοήθεια των εκπεμπόμενων σωματιδίων - β. Τα σωματίδια - β δεν μπορούν να ανιχνευτούν με τη βοήθεια σπινθηριστών στερεών κρυστάλλων διότι λόγω της σωματιδιακής τους φύσης δεν έχουν την διαπεραστική ικανότητα των φωτονίων και επομένως δεν μπορούν να αλληλεπιδράσουν με το στερεό κρύσταλλο και να παράγουν φως. Για την ανίχνευση των -β σωματιδίων χρησιμοποιείται κατάλληλο διάλυμα που ονομάζεται υγρός σπινθηριστής. Υγρό δείγμα που περιέχει τον προς ανίχνευση ασταθή πυρήνα αναμιγνύεται ομοιογενώς με τον υγρό σπινθηριστή. Τα -β σωματίδια που εκπέμπονται αλληλεπιδρούν με τον υγρό σπινθηριστή, ο οποίος διεγείρεται σε μοριακό επίπεδο και αποδιεγειρόμενος παράγει φως που ανιχνεύεται με τη βοήθεια ενός ή περισσότερων φωτοπολλαπλασιαστών. Αυτή η μέθοδος ανίχνευσης ονομάζεται "μέθοδος υγρού σπινθηρισμού" (στα Αγγλικά liquid scintillation ή LS).

Η συνηθέστερη εφαρμογή της μεθόδου σε καθημερινή βάση γίνεται στα νοσοκομεία για τον έλεγχο της περιεκτικότητας σκευασμάτων ραδιοδιαγνωστικής ή και ραδιοθεραπείας σε ασταθείς πυρήνες ιατρικού ενδιαφέροντος όπως π.χ. οι <sup>125</sup>I, <sup>131</sup>I και <sup>51</sup>Cr. Με τη βοήθεια κατάλληλης βαθμονόμησης, το φως που παράγεται από τη μέθοδο συνδέεται με την περιεκτικότητα του υγρού δείγματος σε ασταθείς πυρήνες, των οποίων η συγκέντρωση μετράται σε μονάδες ραδιενέργειας Bq (disintegrations per second ή διασπάσεις ανά δευτερόλεπτο) ή DPM (disintegrations per minute ή διασπάσεις ανά λεπτό). Για τη βαθμονόμηση ορίζεται για κάθε ανιχνευόμενο ασταθή πυρήνα ένας συντελεστής βαθμονόμησης που ονομάζεται % βαθμός απόδοσης (% efficiency) και προσδιορίζεται με βάση τη σχέση

% Efficiency =  $(CPM/DPM) \times 100 \, \hat{\eta} = (CPS/Bq) \times 100$  (2.1)

όπου CPM (counts per minute) οι διασπάσεις του ασταθούς πυρήνα που ανιχνεύονται ανά λεπτό, DPM ο πραγματικός αριθμός των διασπάσεων του ασταθούς πυρήνα που θα έπρεπε να ανιχνεύονται και CPS (counts per second) οι διασπάσεις του ασταθούς πυρήνα που ανιχνεύονται ανά δευτερόλεπτο.

Το κείμενο που ακολουθεί βασίζεται με πολύ χαλαρό τρόπο σε περίληψη που ετοιμάστηκε από ανώνυμο συγγραφέα για λογαριασμό του Διεθνούς Οργανισμού Ατομικής Ενέργειας (ΔΟΑΕ), βλ. Ανώνυμος (2022).

### 2.2 Διεργασίες υγρού σπινθηρισμού

Ο υγρός σπινθηριστής είναι ένα οργανικό διάλυμα (αλλιώς liquid scintillation cocktail), το οποίο αποτελείται από έναν οργανικό διαλύτη (solvent) και μια κατάλληλη επίσης οργανική διαλυμένη ουσία (solute). Ο διαλύτης έχει τα γενικά χαρακτηριστικά του αρωματικού οργανικού διαλύτη, όπως είναι π.χ. το τολουένιο, το π-ξυλένιο, οι διάφορες βενζίνες κλπ. Τα -β σωματίδια που εκπέμπονται κατά τη διάσπαση ενός ασταθούς πυρήνα που βρίσκεται διαλυμένος μέσα στον υγρό σπινθηριστή συγκρούονται με τα μόρια του διαλύτη, τα οποία απορροφούν την ενέργεια των -β σωματιδίων. Κατά συνέπεια είναι δυνατόν κάποια από τα ηλεκτρόνια των ατόμων του διαλύτη να διεγείρονται και να μεταπίπτουν σε στιβάδες υψηλότερης ενεργειακής στάθμης ή να αποσπώνται ιονίζοντας τον διαλύτη. Ο διεγερμένος διαλύτης αποδιεγείρεται επιστρέφοντας την ενέργεια διεγέρσεως με εκπομπή μη ορατών φωτονίων. Το φαινόμενο ονομάζεται φωταύγεια (luminescence). Τα υπόψη φωτόνια διεγείρουν τα οργανικά μόρια της διαλυμένης ουσίας, η οποία είναι κατάλληλη για τον ρόλο του σπινθηριστή. Δηλαδή η διαλυμένη ουσία είναι κατάλληλη ώστε να διεγείρεται και αποδιεγειρόμενη να παράγει ορατό ή σχεδόν ορατό φως μικρού μήκους κύματος (είναι δηλαδή φθοριστής ή στα Αγγλικά fluor). Το φαινόμενο ονομάζεται φθορισμός (fluorescence). Το φως ανιχνεύεται από τον κατάλληλο φωτοπολλαπλασιαστή. Στην Εικόνα 2.1 αποδίδεται η παραπάνω ακολουθία γεγονότων σε αγγλικό λεξιλόγιο με ερμηνεία των αγγλικών όρων στη λεζάντα. Όσο μεγαλύτερη είναι η ενέργεια (κινητική) των σωματιδίων -β, τόσες πιο πολλές είναι οι αλληλεπιδράσεις τους με τον διαλύτη, το οποίο έχει ως αποτέλεσμα περισσότερα διεγερμένα μόρια του διαλύτη και άρα περισσότερο φως από τη διαλυμένη ουσία. Εκτιμάται ότι για κάθε -β σωματίδιο που αλληλεπιδρά με τον υγρό σπινθηριστή παράγονται περίπου 10 φωτόνια ορατού φωτός ανά keV ενέργειας -β σωματιδίου.

Το φως που παράγεται με φθορισμό από τη διαλυμένη ουσία, ιδιαίτερα σε παλαιότερης τεχνολογίας υγρούς σπινθηριστές μπορεί να είναι πολύ μικρού μήκους κύματος στην περιοχή των 200-260 nm. Αυτό το μήκος κύματος δεν είναι εύκολα ανιχνεύσιμο από τους φωτοπολλαπλασιαστές. Στην περίπτωση αυτή στους υγρούς σπινθηριστές εκτός από διαλύτη και διαλυμένη ουσία (πρωτεύοντα φθοριστή ή primary fluor) προστίθενται και άλλα φθορίζοντα οργανικά στοιχεία που έχουν τον ρόλο του δευτερεύοντος φθοριστή (secondary fluor).



Εικ 2.1 Διεργασίες κατά την ανίχνευση με υγρό σπινθηρισμό. Radioactive Sample β Emitter: Ασταθής πυρήνας που εκπέμπει -β σωματίδια. Ionization: Ιονισμός του διαλύτη (απόσπαση ηλεκτρονίου από άτομο του διαλύτη). Re-combination: Επανασύνδεση (ηλεκτρονίου στο άτομο του διαλύτη με ταυτόχρονη εκπομπή φωτονίου). Excited states: Στάθμες διεγέρσεως της διαλυμένης ουσίας οφειλόμενες στα φωτόνια του αποδιεγειρόμενου διαλύτη. Internal Conversions: Εκπομπή ακτινοβολίας ηλεκτρονίων, φωτονίων από τη διαλυμένη ουσία λόγω ισχυρής διέγερσης πυρήνων της. Photon Emission: Εκπομπή φωτονίων (ορατού ή σχεδόν ορατού υπεριώδους φωτός) από τη διαλυμένη ουσία. Quenching: Εξασθένιση ορατού φωτός. Solvent Diffusion and Migration: Διάχυση και μεταφορά των διεγερμένων μορίων του διαλύτη που διευκολύνει την αλληλεπίδρασή τους με τη διαλυμένη ουσία (Ανωνύμου, 2022).

Οι δευτερεύοντες φθοριστές μπορούν να απορροφήσουν διεγειρόμενοι την υπεριώδη ακτινοβολία μικρού μήκους κύματος και αποδιεγειρόμενοι με τη σειρά τους να την εκπέμψουν σε μεγαλύτερα μήκη κύματος περισσότερο ορατού φωτός που μπορεί να ανιχνεύεται από τους φωτοπολλαπλασιαστές.

Στον Πίνακα 2.1 δίνονται τα ακρωνύμια των συνήθων υγρών σπινθηριστών μαζί με το μήκος κύματος του εκπεμπόμενου φωτός. Στην Εικόνα 2.2 δίνεται μια αναπαράσταση της χρήση λειτουργίας πρωτεύοντα και δευτερεύοντα φθοριστή. яμ Η αριστερή γραμμοσκιασμένη κορυφή αφορά στα μήκη κύματος φωτονίων που εκπέμπονται από την αποδιέγερση του διαλύτη. Η δεξιά γραμμοσκιασμένη κορυφή αφορά στα μήκη κύματος φωτονίων που εκπέμπονται από την αποδιέγερση του πρωτεύοντα φθοριστή PPO. Η κορυφή που σχηματίζεται από διακοπτόμενη γραμμή αφορά στα μήκη κύματος φωτονίων που εκπέμπονται από την αποδιέγερση του δευτερεύοντα φθοριστή POPOP. Η κορυφή που σχηματίζεται από την συνεχή γραμμή είναι η περιβάλλουσα όλων των φωτονίων όλων των μηκών κύματος. Η βέλτιστη ευαισθησία του φωτοπολλαπλασιαστή βρίσκεται στην περιοχή του μήκους κύματος των 450 nm. Παρατηρείται (βλ. και τον Πίνακα 2.1) ότι το φως από τον δευτερεύοντα φθοριστή είναι αρκετά κοντά στο μήκος κύματος φωτός που μπορεί να ανιχνεύσει ένας φωτοπολλαπλασιαστής.

| Ακρωνύμιο σπινθηριστή | Λειτουργία φθοριστή | Μήκος κύματος φωτός (nm) |
|-----------------------|---------------------|--------------------------|
| BBOT                  | Πρωτεύων-Δευτερεύων | 425-435                  |
| Butyl-PBD             | Πρωτεύων            | 360-365                  |
| PBD                   | Πρωτεύων            | 360-370                  |
| PPO                   | Πρωτεύων            | 360-365                  |
| p-TP                  | Πρωτεύων            |                          |
| Bis-MSB               | Δευτερεύων          | 420-430                  |
| Dimethyl POPOP        | Δευτερεύων          | 425-430                  |

Πίνακας 2.1 Οδηγός επιλογής υγρών σπινθηριστών κατά τον τύπο του περιεχόμενου φθοριστή (Ανώνυμος, 2022)



Εικ. 2.2 Φωτόνια φωτός που εκπέμπονται από την αποδιέγερση του διαλύτη (Solvent), την αποδιέγερση του πρωτεύοντα φθοριστή (PPO), την αποδιέγερση του δευτερεύοντα φθοριστή (POPOP) σε σχέση με το μήκος κύματος φωτός που ανιχνεύεται καλύτερα από έναν φωτοπολλαπλασιαστή (450 nm) (Ανωνύμου, 2022)

## 2.3 Χαρακτηριστικά των φθοριστών

Οι περισσότεροι διαλύτες που χρησιμοποιούνται στον υγρό σπινθηρισμό είναι αρωματικές ενώσεις οι οποίες δεν είναι αποδοτικοί φθοριστές και αυτός είναι ο λόγος που οι διαλύτες αναμιγνύονται με κατάλληλους φθοριστές. Επομένως μπορεί να συνοψιστεί ότι τα χαρακτηριστικά ενός κατάλληλου φθοριστή είναι τα εξής:

Μικρός χρόνος φθορισμού (μικρός χρόνος εκπομπής φωτός μετά από διέγερση), κατάλληλη χημική σταθερότητα, κατάλληλη διαλυτότητα στον διαλύτη και τέλος, όπως αναφέρθηκε, μεγάλη απορροφητικότητα της ενέργειας αποδιέγερσης από τα μόρια του διαλύτη και ταυτόχρονη εκπομπή φωτός με μήκος κύματος κατάλληλο για ανίχνευση από το φωτοπολλαπλασιαστή, σύμφωνα με την Εικόνα 2.2.

Επιπλέον το πόσο φως θα παραχθεί είναι συνάρτηση της κατάλληλης αναλογίας διαλύτη - φθοριστή. Το ποιοτικό σχήμα της Εικόνας 2.3 δείχνει ορισμένες βέλτιστες συγκεντρώσεις διαφορετικών φθοριστών.

## 2.4 Ανάλυση διεργασιών υγρού σπινθηρισμού

Είναι φανερό από τα προηγούμενα ότι οι κύριες συνιστώσες του υγρού σπινθηριστή, δηλαδή ο διαλύτης, η διαλυμένη ουσία (ο πρωτεύων φθοριστής) και ο δευτερεύων φθοριστής, σκοπό έχουν να μετατρέψουν τα αόρατα φωτόνια μεγάλης ενέργειας που προκύπτουν από την

αποδιέγερση του διαλύτη ή από την επανασύνδεση στον διαλύτη σε ορατά φωτόνια μικρότερης ενέργειας (μεγαλύτερου μήκους κύματος), ώστε αυτά να ανιχνευθούν από τον φωτοπολλαπλασιαστή.



Εικ. 2.3 Επίδραση της συγκέντρωσης του φθοριστή στην απόδοση παραγωγής φωτός (Ανώνυμος, 2022)

Αυτό επιτυγχάνεται διότι η μετατροπή σε ένα βήμα ή οι μετατροπές σε δύο βήματα δεν διατηρούν την ενέργεια των φωτονίων. Εξαιτίας των απωλειών ενέργειας τα τελικά φωτόνια του ορατού φωτός που παράγονται στον υγρό σπινθηριστή μπορούν να ανιχνευτούν στον φωτοπολλαπλασιαστή. Για την σωστή λειτουργία του υγρού σπινθηριστή ο διαλύτης πρέπει να έχει τις εξής κύριες ιδιότητες: (α) Καθαρότητα, συμπεριλαμβανομένης της διαύγειας για ορατό φως, (β) Υψηλή ικανότητα διάλυσης για τους φθοριστές, το (γ) Υψηλή απόδοση μετατροπής της ενέργειας των -β σωματιδίων σε διέγερση και (δ) Χημική σταθερότητα, δηλαδή μηδενική ή περιορισμένη δυνατότητα χημικής αλληλεπίδρασης με τους φθοριστές ή το υγρό δείγμα. Ειδικά για το σημείο (δ) επισημαίνεται ότι ακόμα και μικρές ποσότητες ανεπιθύμητων ουσιών μπορούν να αλληλεπιδράσουν με τον διαλύτη με χημικό τρόπο και να περιορίσουν την ικανότητά του να διεγείρεται αποτελεσματικά από τα -β σωματίδια. Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται χημική εξασθένιση του φωτός (chemical quenching)

Η απόδοση του υγρού σπινθηριστή (scintillation yield), δηλαδή ο αριθμός των φωτονίων που παράγει ανά -β σωματίδιο που αλληλεπιδρά εξαρτάται κυρίως από τη συγκέντρωση του φθοριστή. Τα φωτόνια που αλληλεπιδρούν με τον φθοριστή, προέρχονται από τον διαλύτη με δύο τρόπους:

κατά 40% από την αποδιέγερση διεγερμένων μορίων του διαλύτη με ταυτόχρονη εκπομπή φωτονίων, και

κατά 60% από την επανασύνδεση ιόντων των μορίων του διαλύτη με ταυτόχρονη εκπομπή φωτονίων.

Εννοείται σιωπηλά ότι ένα -β σωματίδιο μπορεί να προκαλέσει πολλούς ιονισμούς μορίων του διαλύτη καθώς επίσης και πολλές διεγέρσεις μορίων του διαλύτη και εκεί οφείλεται η παραγωγή πολλών φωτονίων ανά keV ενέργειας -β σωματιδίου. Επίσης υπάρχει η περίπτωση ένα διεγερμένο μόριο του διαλύτη να σχηματίσει διμερές (dimer) με ένα μη διεγερμένο μόριο του διαλύτη και να "μοιραστεί" την ενέργεια διεγέρσεως με αυτό. Αυτή η κατάσταση ονομάζεται "διεγερμένο διμερές" (excited dimer ή excimer). Η δημιουργία διεγερμένων διμερών είναι χρήσιμη στον υγρό σπινθηριστή διότι κατανέμει ενέργεια από το -β σωματίδιο σε δύο μόρια του διαλύτη, τα οποία αποδιεγειρόμενα δίνουν φωτόνια χαμηλής ενέργειας που είναι και το επιδιωκόμενο. Αντίθετα η δημιουργία διεγερμένων μονομερών (ένα διεγερμένο μόριο του διαλύτη) θα αποδώσει κατά την αποδιέγερση φωτόνια υψηλότερης ενέργειας, πράγμα που δεν είναι τόσο επιθυμητό. Τα διεγερμένα διμερή παράγονται ιδιαίτερα όταν ο υγρός σπινθηριστής βρίσκεται σε σχετικά χαμηλή θερμοκρασία.



Εικ. 2.4 Αλληλεπίδραση -β σωματιδίων προερχόμενων από υγρό δείγμα (sample) με υγρό σπινθηριστή. Excited Solvent: Διεγερμένος διαλύτης, Ground Level Solvent: Διαλύτης στη θεμελιώδη ενέργεια (μη διεγερμένος), Emitted Photons: Εκπεμπόμενα φωτόνια, Excited Solute: Διεγερμένος φθοριστής, Ground Level Solute: Φθοριστής στη θεμελιώδη ενέργεια (μη διεγερμένος), Quenching: Εξασθένιση ορατού φωτός (Ανώνυμος, 2022)

Στην Εικόνα 2.4, που λειτουργεί συμπληρωματικά με την Εικόνα 2.1 δίνεται από τον Ανώνυμος (2022) μία εναλλακτική παρουσίαση των διεργασιών στον υγρό σπινθηριστή από την στιγμή της αλληλεπίδρασης του -β σωματιδίου μέχρι και την παραγωγή του φωτός. Στην Εικόνα 2.5, που λειτουργεί συμπληρωματικά με την Εικόνα 2.2, δίνεται από τον Ανώνυμος (2022) μια εναλλακτική παρουσίαση των μηκών κύματος φωτονίων που παράγονται από τον διαλύτη και τον πρωτεύοντα σπινθηριστή σε εφαρμογή για σπινθηριστή ΡΡΟ. Περισσότερες λεπτομέρειες δίνονται στις λεζάντες των δύο εικόνων όπου υπάρχει και μετάφραση ορολογίας στα αγγλικά.



Εικ. 2.5 Φωτόνια φωτός που εκπέμπονται από την αποδιέγερση του διαλύτη (Toluene Emission), φωτόνια φωτός που απορροφούνται από τον φθοριστή (PPO Absorption) και φωτόνια φωτός που εκπέμπονται από την αποδιέγερση του φθοριστή (PPO Emission). Κατά την διάρκεια των διεργασιών αυτών η ενέργεια των φωτονίων μειώνεται συνεχώς (αυξάνεται το μήκος κύματος) (Ανώνυμος, 2022)

Μια σχηματική αναπαράσταση των διεργασιών στον υγρό σπινθηριστή διακρίνεται στην Εικόνα 2.6.

## 2.5 Συσκευή υγρού σπινθηρισμού

Για την αξιοποίηση του φαινομένου του υγρού σπινθηρισμού έχουν κατασκευασθεί ειδικές συσκευές που ονομάζονται συσκευές υγρού σπινθηρισμού (liquid scintillators). Οι συσκευές αυτές χρησιμοποιούνται κυρίως για την ανίχνευση και την μέτρηση της ραδιενέργειας ασταθών πυρήνων που μπορούν να ανιχνευθούν μόνο από την εκπομπή -β σωματιδίων.



Εικ. 2.6 Αναπαράσταση των διεργασιών στον υγρό σπινθηριστή. -β PARTICLE: -β σωματίδιο, SOLVENT MOLECULE: Μόριο διαλύτη, EXCITED SCINTILLATOR: Διεγερμένος φθοριστής, EMITTED PHOTON: Εκπεμπόμενο φωτόνιο ορατού φωτός (από το διαδίκτυο)

Τέτοιοι πυρήνες είναι για παράδειγμα οι: Η-3, C-14, S-35, Ca-45, P-32 και I-131. Η απόδοση των συσκευών υγρού σπινθηρισμού είναι πολύ μεγάλη διότι, όπως ήδη αναφέρθηκε από ένα β σωματίδιο μπορούν να προκύψουν πολλά φωτόνια, των οποίων η ανίχνευση και μέτρηση είναι εύκολη με τον φωτοπολλαπλασιαστή. Λόγω του καλού βαθμού απόδοσης η μέθοδος προτιμάται εκεί που μπορεί να εφαρμοστεί. Στον Πίνακα 2.2 δίνονται ενδεικτικά κατώτερα όρια ανίχνευσης μορίων ή ατόμων ή πυρήνων από διάφορες άλλες μεθόδους ανάλυσης ώστε να γίνει κατανοητή η απόδοση των συσκευών υγρού σπινθηρισμού.

| Μέθοδος Ανάλυσης                           | Όριο Ανίχνευσης              | Είδος μεθόδου - Παρατηρήσεις |
|--|------------------------------|------------------------------|
| Υπέρυθρη φασματοσκοπία                     | 10 <sup>15</sup> μόρια       | Μη καταστροφική              |
| Υπεριώδης φασματοσκοπία                    | 10 <sup>15</sup> μόρια       | Μη καταστροφική              |
| Φασματοσκοπία ατομικής<br>απορρόφησης      | 10 <sup>13</sup> άτομα       | Καταστροφική                 |
| Φασματοσκοπία εκπομπής<br>φλόγας           | 10 <sup>13</sup> άτομα       | Καταστροφική                 |
| Αέρια χρωματογραφία                        | 10 <sup>13</sup> άτομα       | Καταστροφική                 |
| Υγρός σπινθηρισμός για<br>ασταθείς πυρήνες |                              | Μη καταστροφική              |
| <sup>14</sup> C                            | 10 <sup>11</sup> πυρήνες     | Χρόνος ημιζωής 5730 έτη      |
| <sup>3</sup> H                             | 10 <sup>9</sup> πυρήνες      | Χρόνος ημιζωής 12.26 έτη     |
| <sup>32</sup> P                            | 6 x 10 <sup>16</sup> πυρήνες | Χρόνος ημιζωής 14.29 μέρες   |

Πίνακας 2.2 Ενδεικτικά κατώτερα όρια ανίχνευσης διαφόρων μεθόδων ανάλυσης

\_

Για να λειτουργήσει ικανοποιητικά μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού θα πρέπει τα μήκη κύματος του ανιχνευόμενου φωτός να μετατρέπονται σε αντίστοιχο ηλεκτρικό σήμα στον φωτοπολλαπλασιαστή. Τα ηλεκτρικά σήματα από τον φωτοπολλαπλασιαστή θα πρέπει να τροφοδοτούνται μέσω αναλογοψηφιακής μετατροπής σε έναν πολυδιαυλικό (ή αλλιώς πολυκαναλικό) αναλυτή. Ο λόγος για αυτό είναι ότι τα -β σωματίδια, όπως είναι γνωστό, δεν παράγονται από έναν ασταθή πυρήνα σε μία μόνο ενέργεια, παρουσιάζουν δηλαδή φάσμα ενέργειας. Επομένως ένας ασταθής πυρήνας που ανιχνεύεται με τη βοήθεια -β ακτινοβολίας στον υγρό σπινθηριστή μπορεί να παράγει φως διαφόρων μηκών κύματος, άρα ηλεκτρικά σήματα διαφόρων τιμών. Το διαφορικό φάσμα ενέργειας -β ακτινοβολίας από έναν ασταθή πυρήνα 2.7.



Εικ. 2.7 Διαφορικό φάσμα ενέργειας -β ακτινοβολίας από ασταθή πυρήνα. Αυτή η -β ακτινοβολία μπορεί να διακρίνεται από άλλες παραγόμενες από τον ίδιο ή άλλους πυρήνες από τα χαρακτηριστικά της, τα οποία είναι:  $E_p$ : Πιθανότερη ενέργεια -β σωματιδίου,  $E_{max}$ : Μέγιστη ενέργεια -β σωματιδίου, H# (ή  $E_{mean}$ ): Inflection point ή μέση ενέργεια -β σωματιδίου (Ανώνυμος, 2022).

Το διαφορικό φάσμα ενέργειας -β ακτινοβολίας όπως συλλέγεται στον πολυκαναλικό αναλυτή έχει τη μορφή της Εικόνας 2.8



Εικ. 2.8 Διαφορικό φάσμα ενέργειας -β ακτινοβολίας στον πολυκαναλικό αναλυτή (Ανώνυμος, 2022).

Με βάση αυτήν την τεχνική συγκρότηση η συσκευή υγρού σπινθηρισμού είναι στην ουσία μια συσκευή -β φασματοσκοπίας υψηλής απόδοσης. Η υψηλή απόδοση δεν βασίζεται μόνο στο πλήθος των παραγόμενων φωτονίων του ορατού φωτός, τα οποία αναμένεται να είναι πολλαπλάσια από το πλήθος των αλληλεπιδρώντων -β σωματιδίων. Βασίζεται επίσης και στη γεωμετρία του υγρού σπινθηριστή ο οποίος περιέχει το υγρό δείγμα με τους ασταθείς πυρήνες προς ανίχνευση. Το βασικό στοιχείο αυτής της γεωμετρίας είναι ότι οποιοσδήποτε ασταθής πυρήνας βρίσκεται περικυκλωμένος σε στερεά γωνία 360<sup>0</sup> από υγρό σπινθηριστή. Επομένως η ανίχνευση των -β σωματιδίων γίνεται υπό γεωμετρία δείγματος ανιχνευτή "4π". Υπάρχει ασφαλώς υπόψη ότι η συνήθεις γεωμετρίες ανίχνευσης ακτινοβολίας είναι σε στερεά γωνία 180<sup>0</sup> ή "2π".

Σημειώνεται στο σημείο αυτό ότι η γεωμετρία ανίχνευσης έχει τυποποιηθεί σε φιαλίδια μικρού όγκου (βλέπε και Δαλάκα, 2012). Τα φιαλίδια αυτά είναι διαφανούς ή διαφώτιστου τοιχώματος. Τα διαφανούς τοιχώματος είναι συνήθως από γυαλί το οποίο δεν πρέπει να περιέχει ισότοπα που εκπέμπουν διασπώμενα -β σωματίδια, όπως π.χ. το Κ-40. Τα διαφώτιστου τοιχώματος είναι συνήθως από λευκό διαφώτιστο πλαστικό. Το πλαστικό αυτό είναι επιθυμητό να μην περιέχει ισότοπα, να είναι ελαφρά αγώγιμο ώστε να μην προάγει εκφορτίσεις στατικού ηλεκτρισμού και να μην διαχέει το φως έντονα. Το ύψος, η διάμετρος και ο όγκος των φιαλιδίων αυτών έχουν τυποποιηθεί (λεπτομέρειες στην Δαλάκα, 2012). Διακρίνονται δύο κύριοι όγκοι γυάλινων και πλαστικών φιαλιδίων. Αυτά των 20 mL και αυτά των περίπου 6-8 mL. Ο όγκος των φιαλιδίων έχει επιλεχθεί επίτηδες μικρός προκειμένου τυχόν φωτόνια υψηλών ενεργειών μακριά από τα ορατά μήκη κύματος που παράγονται μέσα στο μίγμα δείγματος και υγρού σπινθηριστή και τα οποία δεν διεγείρουν τον διαλύτη, να διασχίζουν το φιαλίδιο χωρίς να αλληλεπιδράσουν και να επηρεάσουν το συλλεγόμενο φάσμα. Επιπλέον, φιαλίδια μεγαλύτερου όγκου προάγουν τη διάχυση του φωτός με αποτέλεσμα το συλλεγόμενο φάσμα -β ακτινοβολίας να προκύπτει χαμηλότερης διακριτικής ικανότητας από το βέλτιστο. Αυτό είναι ένα πρόβλημα που παρατηρείται, όπως είναι γνωστό, σε όλους τους ανιχνευτές που βασίζονται στον σπινθηρισμό.

Με βάση αυτές τις παρατηρήσεις η αρχή λειτουργίας μιας συσκευής υγρού σπινθηρισμού μπορεί να απεικονιστεί όπως στην Εικόνα 2.9.



Εικ. 2.9 Αρχή λειτουργίας και στοιχειώδης τεχνική συγκρότηση μιας συσκευής υγρού σπινθηρισμού (από το διαδίκτυο)

Η πυκνότητα του υγρού σπινθηριστή στους σύγχρονους εμπορικά διαθέσιμους υγρούς σπινθηριστές είναι κατάλληλα μεγάλη ώστε οι πιθανότητες το -β σωματίδιο να διεγείρει τον διαλύτη να είναι αυξημένες σε σχέση με εκείνες του να φτάσει στο τοίχωμα του φιαλιδίου χωρίς να αλληλεπιδράσει.

Πολλές από τις εμπορικά διαθέσιμες συσκευές υγρού σπινθηρισμού διαθέτουν δύο ή περισσότερους φωτοπολλαπλασιαστές. Επομένως η τεχνική τους συγκρότηση είναι σχηματικά αυτή της Εικόνας 2.10.



Εικ. 2.10 Τεχνική συγκρότηση συσκευής υγρού σπινθηρισμού με δύο φωτοπολλαπλασιαστές (από το διαδίκτυο).

Η τιμή του ηλεκτρικού σήματος από τον φωτοπολλαπλασιαστή εξαρτάται από τη θέση, στην οποία παράγεται το φως μέσα στο φιαλίδιο. Όσο κοντύτερα στον φωτοπολλαπλασιαστή παράγεται το φως τόσο μεγαλύτερη τιμή έχει το σήμα. Όταν υπάρχουν δύο φωτοπολλαπλασιαστές, υπάρχει και ηλεκτρονικό κύκλωμα σύμπτωσης (coincidence circuit) που καταχωρεί μόνο τα ηλεκτρικά σήματα που δημιουργούνται ταυτόχρονα (= εντός τυπικά 20 ns, η τιμή αυτή είναι ρυθμιζόμενη) και στους δύο φωτοπολλαπλασιαστές. Στόχος είναι η απαλλαγή της ανίχνευσης από την επίδραση της γεωμετρίας του φιαλιδίου και ιδιαίτερα από το διαχεόμενο φως. Ένα άλλο πλεονέκτημα της χρήσης δύο ή περισσότερων φωτοπολλαπλασιαστών και κυκλώματος σύμπτωσης είναι η ενίσχυση του βαθμού απόδοσης καθώς από την αλληλεπίδραση του ίδιου -β σωματιδίου με τον σπινθηριστή λαμβάνονται δύο

ηλεκτρικά σήματα τα οποία αθροίζονται. Περισσότερα για τους πολλούς φωτοπολλαπλασιαστές και το κύκλωμα σύμπτωσης θα δοθούν σε επόμενες ενότητες.

## 2.6 Ανίχνευση περισσότερων του ενός -β σωματιδίων

Οι συσκευές υγρού σπινθηρισμού ανιχνεύουν καλύτερα όταν τα -β σωματίδια που αλληλεπιδρούν είναι ενός είδους και προερχόμενα από έναν ασταθή πυρήνα. Για τον σκοπό αυτό προτιμάται το υγρό δείγμα να περιέχει μόνο έναν ασταθή πυρήνα που εκπέμπει μόνο ένα είδος -β σωματιδίου. Αυτό είναι εξαιρετικά δύσκολο αλλά επιτυγγάνεται ως εξής: Αν υποτεθεί ότι το δείγμα είναι κατ' αρχήν στερεό, πρώτος στόχος είναι η υγροποίηση του, η διάσπαση δηλαδή της κρυσταλλικής του δομής και η διάστασή του σε υγρό. Αυτό επιτυγχάνεται συνήθως με συνδυασμό οξέων αλλά και με άλλες μεθόδους. Επόμενος στόχος για αυτό το πλέον υγρό δείγμα είναι η επεξεργασία του με μεθόδους αναλυτικής ανόργανης και οργανικής χημείας, για την απόσπαση πάλι σε υγρό δείγμα ενός και μόνο στοιχείου, το οποίο έχει τον ασταθή πυρήνα προς ανίχνευση. Η μέθοδος αυτή συνδέεται με τη ρύθμιση του σθένους του στοιχείου στην επιθυμητή τιμή και την υποβολή του υγρού δείγματος σε ιοντοανταλλαγή. Κατά την ιοντοανταλλαγή το στοιχείο που ενδιαφέρει μεταφέρεται στον φορέα των ιόντων (συνήθως κατάλληλη ρητίνη) και ιόντα από την ρητίνη παίρνουν τη θέση του στο υγρό. Στην συνέχεια η ρητίνη εκπλύεται με κατάλληλο οξύ, το οποίο παρασύρει το στοιχείο που ενδιαφέρει και δημιουργεί το υγρό δείγμα που είναι κατάλληλο να αναμιχθεί με τον υγρό σπινθηριστή. Η μέθοδος είναι χρονοβόρα και κοστοβόρα. Επίσης ο βαθμός απόδοσής της, δηλαδή ο βαθμός απόσπασης του στοιχείου που ενδιαφέρει από το πρώτο υγρό δείγμα ποικίλει ανάλογα με τις συνθήκες της διεργασίας σε ό,τι αφορά το είδος του στερεού δείγματος από το οποίο ξεκινούν όλα, το είδος της ρητίνης και άλλους πολλούς παράγοντες.

Προκύπτει επομένως ότι είναι ευκολότερο να οδηγούνται στη συσκευή υγρού σπινθηρισμού υγρά δείγματα, τα οποία περιέχουν πολλά είδη ασταθών πυρήνων που εκπέμπουν πολλά -β σωματίδια διαφορετικών ενεργειών (δηλαδή διαφορετικών  $E_{\text{mean}}$ ,  $E_{\text{max}}$ ). Αυτό επιτυγχάνεται πραγματοποιώντας μόνο ένα μέρος της πιο πάνω διαδικασίας, δηλαδή την υγροποίηση του στερεού δείγματος. Φυσικά πρέπει να λαμβάνονται μέτρα, π.χ. να εφαρμόζονται μέθοδοι εμπλουτισμού, ώστε το στερεό δείγμα να περιέχει όσο το δυνατό λιγότερα είδη ασταθών πυρήνων. Ένα τέτοιο υγρό δείγμα στη συσκευή υγρού σπινθηρισμού υπόκειται σε ανίχνευση περισσότερων του ενός -β σωματιδίων (multilabel counting).

To multilabel counting είναι δυνατό αν οι μέσες ( $E_{mean}$ ) και οι μέγιστες ( $E_{max}$ ) ενέργειες των -β σωματιδίων είναι σημαντικά διαφορετικές μεταξύ τους. Δυστυχώς η συνήθης περίπτωση
για τους περισσότερους ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια είναι ότι αυτές οι ενέργειες είναι αρκετά κοντά. Υπάρχουν βεβαίως χαρακτηριστικές εξαιρέσεις. Ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια διαφορετικών ενεργειών στην περιοχή των χαμηλών ενεργειών είναι το H-3 ( $E_{max} = 18$  keV) και ο C-14 ( $E_{max} = 156$  keV). Ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια διαφορετικών ενεργειών στην περιοχή των υψηλών ενεργειών είναι το Sr-90 και το Y-90. Προχείρως μπορεί να λέγεται ότι όλοι οι υπόλοιποι ασταθείς πυρήνες έχουν κοντινές ενέργειες -β σωματιδίων, χωρίς αυτό να είναι και απόλυτα ακριβές. Στον Πίνακα 2.3 διακρίνονται ασταθείς πυρήνες που έχουν διαφορετικές ενέργειες  $E_{max}$  -β σωματίδίων. Στο σχήμα της Εικόνας 2.11 διακρίνεται μια αναπαράσταση των φασμάτων -β ακτινοβολίας ορισμένων από τους ασταθείς πυρήνες του Πίνακα 2.3. Παρατηρείται ότι αυτά τα φάσματα ακτινοβολίας έχουν κοινές περιοχές και αλληλεπικαλύψεις, πράγμα που γενικά εμποδίζει την εύκολη ανάλυση της σχετικής πληροφορίας. Το πώς αντιμετωπίζεται αυτό θα εξετασθεί σε επόμενη ενότητα.

Πίνακας 2.3 Χαρακτηριστικοί ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια σημαντικά διαφορετικών μέγιστων ενεργειών

| Ισότοπα          | $E_{\rm max}$ (MeV) |
|------------------|---------------------|
| <sup>3</sup> H   | 0.018               |
| $^{14}$ C        | 0.156               |
| <sup>35</sup> S  | 0.168               |
| <sup>45</sup> Ca | 0.250               |
| <sup>32</sup> P  | 1.710               |
| <sup>131</sup> I | 0.610               |



Εικ. 2.11 Φάσματα ακτινοβολίας -β ορισμένων από τους πυρήνες του Πίνακα 2.3 (από το διαδίκτυο)

## 2.7 Ανίχνευση -α σωματιδίων

Για τα -α σωματίδια ισχύει σχεδόν ό,τι και για τα -β σωματίδια. Η μέθοδος δηλαδή θεωρείται πολύ κατάλληλη και για την ανίχνευση -α σωματιδίων από ασταθείς πυρήνες σε υγρά δείγματα. Επίσης με τη μέθοδο γίνεται φασματοσκοπία -α σωματιδίων χαμηλής διακριτικής ικανότητας. Μπορούν δηλαδή να διαχωριστούν -α σωματίδια των οποίων οι ενέργειες είναι αρκετά διαφορετικές μεταξύ τους. Αυτό διευκολύνεται από το ότι τα -α σωματίδια από ασταθείς πυρήνες προκύπτουν με συγκεκριμένες ενέργειες και όχι με φάσμα ενεργειών όπως τα -β σωματίδια. Το πρόβλημα της ανίχνευσης δυσκολεύει όταν στο υγρό δείγμα υπάρχουν ταυτόχρονα ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -α και -β σωματίδια διαφόρων ενεργειών. Φυσικά το πρόβλημα αυτό μπορεί να αντιμετωπιστεί αν στο υγρό δείγμα έχει επιτευχθεί διαχωρισμός πυρήνων που εκπέμπουν -α σωματίδια από πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια και ιδανικά αν στο υγρό δείγμα υπάρχει μόνο ένας ασταθής πυρήνας. Για την ανίχνευση -α σωματιδίων σε δείγματα που εκπέμπουν και -β σωματίδια ή το αντίθετο θα χρειαστεί να γίνει αναφορά σε επόμενη ενότητα.

#### 2.8 Ανίχνευση φωτονίων

Τα φωτόνια είναι δυνατόν να αλληλεπιδρούν με τον υγρό σπινθηριστή και να παράγουν φως. Παρόλο αυτά το σύνηθες είναι ότι τα φωτόνια διασχίζουν τον υγρό σπινθηριστή και διαφεύγουν προς το περιβάλλον. Από την άλλη υπάρχουν φωτόνια τα οποία διασχίζουν τα τοιχώματα της συσκευής του υγρού σπινθηρισμού και εξασθενημένα φθάνουν να αλληλεπιδράσουν με τον υγρό σπινθηριστή στο φιαλίδιο. Γενικά μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού είναι κατάλληλη για ανίχνευση φωτονίων χαμηλών ενεργειών και δεν προσφέρεται για ανίχνευση φωτονίων υψηλών ενεργειών, δεν είναι δηλαδή μια συσκευή -γ φασματοσκοπίας. Μπορεί να αναφερθεί ότι αν τα φωτόνια έχουν ενέργεια μικρότερη από 30 keV, όπως παραδείγματος χάριν τα φωτόνια των Cr-51, Co-57 και I-125, τότε αυτά προάγουν την παραγωγή ηλεκτρονίων, τα οποία αλληλεπιδρούν με τον υγρό σπινθηριστή και παράγουν φως, κατά τα γνωστά. Ειδικότερα οι πυρήνες Cr-51 και Co-57 παράγουν ηλεκτρόνια λόγω εσωτερικών μετατροπών ενώ ο πυρήνας I-125 παράγει ηλεκτρόνια Auger. Για τα φωτόνια που έχουν ενέργεια από 30 keV μέχρι 2 MeV, ο υγρός σπινθηριστής δεν μπορεί να καταγράψει την ενέργειά τους. Καταγράφει όμως το συνεχές φάσμα Compton από χαμηλότερες ενέργειες φωτονίων που οφείλεται στα φωτόνια αυτά των 30 keV έως 2 MeV. Είναι γνωστό ότι προσεγγιστικά το φάσμα Compton καταγράφεται για ενέργειες φωτονίων από 0 έως  $E^*$ , σύμφωνα με την επόμενη σχέση:

# $E^* = 2E_{\gamma}^2 / (2E_{\gamma} + 0.510)$

όπου  $E_{\gamma}$ είναι η ενέργεια του φωτονίου που προκαλεί το φαινόμενο Compton σε MeV.

Αν τα φωτόνια που διασχίζουν τον υγρό σπινθηριστή έχουν ενέργεια μεγαλύτερη από 1.022 MeV στο φάσμα Compton μπορεί να εμφανίζονται και αλληλεπιδράσεις που οφείλονται στην παραγωγή ηλεκτρονίων λόγω δίδυμης γένεσης (pair production). Στην Εικόνα 2.12 δίνεται μια σχηματική αναπαράσταση του τι αναμένεται να ανιχνευτεί λόγω φωτονίων σε μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού.

(2.2)





Το φάσμα Compton που καταγράφεται σε μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού συνήθως διαφέρει από το φάσμα Compton που καταγράφεται σε έναν ανιχνευτή -γ φασματοσκοπίας. Ο λόγος για αυτό είναι ότι στα φιαλίδια υπάρχει κατά κανόνα εξασθένιση του παραγόμενου φωτός. Ένα τέτοιο φάσμα Compton χαρακτηρίζεται χρησιμοποιώντας τις συμβατικές παραμέτρους που χρησιμοποιούνται και για τον χαρακτηρισμό του φάσματος ενεργειών -β ακτινοβολίας, ως εξής:

Ως  $E_{\text{max}}$  ορίζεται η μέγιστη ενέργεια του φάσματος. Δεν καταγράφεται με σαφήνεια στο φάσμα.

 $\Omega_{\zeta} E_{p}$  ορίζεται η ενέργεια στην οποία παρατηρούνται τα περισσότερα γεγονότα που οφείλονται σε φωτόνια. Δεν καταγράφεται με σαφήνεια στο φάσμα.

Τέλος

Ως Η# ορίζεται η μέση ενέργεια του φάσματος Compton (inflection point) η οποία αντιστοιχεί στην ενέργεια της κορυφής Compton (Compton edge).

Στην Εικόνα 2.13 δίνεται ένα φάσμα Compton που προέκυψε από φιαλίδιο, στο οποίο δεν παρατηρείται εξασθένιση του παραγόμενου φωτός. Το φάσμα αυτό μοιάζει με αυτό που καταγράφεται σε ανιχνευτή -γ φασματοσκοπίας. Διακρίνεται αριστερά η αναμενόμενη κορυφή οπισθοσκεδάσεων και δεξιά η αναμενόμενη κορυφή Compton. Προσοχή χρειάζεται διότι στην Εικόνα 2.13 ο οριζόντιος άξονας είναι λογαριθμικός.





# 2.9 Μέτρηση ακτινοβολίας Cherenkov

Η ακτινοβολία Cherenkov παράγεται, όταν ένα φορτισμένο σωματίδιο διασχίζει ένα διαυγές μέσο με ταχύτητα μεγαλύτερη από την ταχύτητα του φωτός στο μέσο αυτό. Το φαινόμενο δεν παραβιάζει την θεωρία της σχετικότητας διότι η μέγιστη ταχύτητα του φωτός σε αυτήν εννοείται στο κενό. Υπάρχουν -β σωματίδια εκπεμπόμενα από ορισμένους πυρήνες, τα οποία έχουν αρκετή κινητική ενέργεια για να κινούνται στο νερό με τρόπο ώστε να παράγουν ακτινοβολία Cherenkov. Η ακτινοβολία Cherenkov έχει τη μορφή κυανού-λευκού φωτός το οποίο μπορεί να ενισχύεται από τον φωτοπολλαπλασιαστή της συσκευής υγρού σπινθηρισμού και να παράγει ηλεκτρικά σήματα κατά τα γνωστά. Τα ηλεκτρικά σήματα που παράγονται από το H-3

όταν αυτό αλληλεπιδρά με υγρό σπινθηριστή. Για να παραχθεί φως Cherenkov τα -β σωματίδια πρέπει να έχουν οπωσδήποτε μέγιστη ενέργεια μεγαλύτερη από 263 keV. Σε αυτή τη περίπτωση, θεωρητικά, είναι δυνατή η ανίχνευσή τους από συσκευές υγρού σπινθηρισμού. Πρακτικά, αυτό είναι δυνατόν κυρίως για P-32 και για Sr-90, τα οποία εκπέμπουν -β σωματίδια σε πολύ μεγάλες μέγιστες ενέργειες. Στον Πίνακα 2.4 δίνονται τα χαρακτηριστικότερα ισότοπα που μπορούν να ανιχνευθούν με την βοήθεια της ακτινοβολίας Cherenkov.

| Ισότοπο          | Ποσοστό εκπομπής<br>-β σωματιδίου με<br>E <sub>max</sub> > 263 KeV | E <sub>max</sub> (keV) | Ενδεικτικός βαθμός<br>απόδοσης για<br>μέτρηση σε νερό |
|------------------|--|------------------------|---|
| <sup>36</sup> Cl | 100%   | 709                    | 7%  |
| <sup>32</sup> P  | 100%   | 1710                   | 53%   |
| <sup>90</sup> Sr | 100%   | 545                    | 25%   |

Πίνακας 2.4 Κάποια ισότοπα που μπορούν να ανιχνευθούν από ακτινοβολία Cherenkov.

Η περίπτωση του Sr-90 παρουσιάζει ειδικά χαρακτηριστικά που αξίζει να αναφερθούν. Το Sr-90 είναι ένα ισότοπο με χρόνο ημιζωής ~29 έτη. Το Sr-90 διασπώμενο παράγει Y-90. Ο χρόνος ημιζωής του Y-90 είναι ~65 ώρες. Αυτό σημαίνει ότι ένα διάλυμα που περιέχει Sr-90 περιέχει οπωσδήποτε και Y-90. Επιπλέον τα δύο φτάνουν σε ραδιενεργό ισορροπία το αργότερο σε 10 περίπου ημέρες. Τέλος το Y-90 εκπέμπει με ποσοστό εκπομπής 100% -β σωματίδιο με ενέργεια 2284 keV. Επομένως συμφέρει ένα διάλυμα με Sr-90 να είναι σε ραδιενεργή ισορροπία με το θυγατρικό του Y-90 προκειμένου η ανίχνευση του Sr-90 να γίνεται τόσο από τα -β σωματίδια των 546 keV όσο και από τα -β σωματίδια των 2284 keV.

Το φως Cherenkov έχει υψηλή κατευθυντικότητα (directionality). Το αποτέλεσμα είναι ότι τα φωτόνια Cherenkov μπορεί να ανιχνεύονται μόνο από έναν φωτοπολλαπλασιαστή και ως εκ τούτου να απορρίπτονται από συστήματα με δύο φωτοπολλαπλασιαστές. Για αυτό παρατηρούνται χαμηλοί βαθμοί απόδοσης. Η απόδοση μπορεί να αυξηθεί με απενεργοποίηση του ηλεκτρονικού κυκλώματος σύμπτωσης.

## 2.10 Υπόστρωμα από ανεπιθύμητες παρεμβολές

Ως υπόστρωμα παρεμβολών σε μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού εννοούνται ηλεκτρικά σήματα που καταγράφονται χωρίς να υπάρχει ραδιενεργή αιτία στο δείγμα. Αιτίες υποστρώματος παρεμβολών είναι:

α. Παλμοί ηλεκτρικών σημάτων που οφείλονται σε εικονικές (χωρίς αιτία) αλληλεπιδράσεις τύπου φωτοηλεκτρικού φαινομένου που συμβαίνουν στον φωτοπολλαπλασιαστή (οι αλληλεπιδράσεις αυτές, όπως αναφέρονται στη γλώσσα των ασχολούμενων με την ανίχνευση ραδιενέργειας οφείλονται στο λεγόμενο dark current). Αυτή η αιτία συμβάλλει έως το πολύ 10% στο συνολικό υπόστρωμα σε καλά σχεδιασμένες και κατασκευασμένες συσκευές υγρού σπινθηρισμού.

β. Συνακρόαση (cross talk): Εκπομπή φωτοηλεκτρονίου από την κάθοδο ενός φωτοπολλαπλασιαστή και ανίχνευσή του από τον άλλο φωτοπολλαπλασιαστή. Το φαινόμενο αυτό είναι περιορισμένο λόγω του ηλεκτρονικού κυκλώματος σύμπτωσης. Συνεισφέρει περίπου στο 22% του συνολικού υποστρώματος.

γ. Γυαλί φιαλιδίου και γυαλί παραθύρου του φωτοπολλαπλασιαστή: Δημιουργείται υπόστρωμα παρεμβολών εξαιτίας της παρουσίας K-40 στο γυαλί. Το υπόστρωμα αυτό συνεισφέρει συνολικά κατά ~37% στο συνολικό υπόστρωμα.

δ. Φωτόνια από το περιβάλλον που συνεισφέρουν περίπου στο 31% στο συνολικό υπόστρωμα παρεμβολών.

ε. Άλλος ηλεκτρονικός θόρυβος από τα κυκλώματα της συσκευής υγρού σπινθηρισμού.

Στην Εικόνα 2.14 δίνεται η τυπική μορφή ενός φάσματος υποστρώματος παρεμβολών σε μία συσκευή υγρού σπινθηρισμού. Το υπόστρωμα παρεμβολών δεν έχει την ίδια τιμή σε όλες τις ενέργειες αλλά συγκεντρώνεται στις χαμηλές ενέργειες του φάσματος με αποτέλεσμα να δυσκολεύει πάρα πολύ την ανίχνευση χαμηλών συγκεντρώσεων Η-3.





## 2.11 Ραδιενεργό υπόστρωμα

Οι πηγές ραδιενεργού υποστρώματος, το οποίο ασφαλώς προστίθεται στο υπόστρωμα παρεμβολών είναι φωτόνια που προέργονται από το περιβάλλον γύρω από τη συσκευή υγρού σπινθηρισμού, ηλεκτρόνια ή και μιόνια από τη κοσμική ακτινοβολία και -α ή -β σωματίδια που εκπέμπονται από ίγνη ανεπιθύμητων ουσιών στο υγρό δείγμα. Τα φωτόνια του περιβάλλοντος αλληλεπιδρούν με τον υγρό σπινθηριστή με βάση το φωτοηλεκτρικό φαινόμενο και τη σκέδαση Compton με αποτέλεσμα την παραγωγή ηλεκτρονίων. Φυσικά, αν κάποιος θέλει να περιορίσει την αλληλεπίδραση φωτονίων από το περιβάλλον με την ανίχνευση γρειάζεται να προστατέψει το φιαλίδιο και το σύστημα των φωτοπολλαπλασιαστών με μία θωράκιση, συνήθως από μόλυβδο, η οποία μπορεί να εξασθενήσει αυτά τα φωτόνια. Η θωράκιση από μόλυβδο (shielding) διακρίνεται στο σχήμα της Εικόνας 2.10. Παρόμοια με τα φωτόνια αλληλεπιδρούν και τα ηλεκτρόνια και τα μιόνια της κοσμικής ακτινοβολίας με αποτέλεσμα επίσης την παραγωγή ηλεκτρονίων. Αν τα -β σωματίδια από τα ίχνη ουσιών είναι κατάλληλης ενέργειας, παράγεται και φως Cherenkov. Οι παραπάνω αιτίες προσθέτουν σημαντικά στο υπόστρωμα -β ακτινοβολίας. Το υπόστρωμα -α ακτινοβολίας είναι πολύ σημαντικά μικρότερο από το υπόστρωμα -β ακτινοβολίας και τυχόν -α σωματίδια από ίχνη ουσιών είναι συνήθως ελάχιστα και δεν το αυξάνουν με στατιστικά σημαντικό τρόπο. Για την εκτίμηση του ραδιενεργού υποστρώματος κατασκευάζονται φιαλίδια που περιέχουν υγρά δείγματα και υγρό σπινθηριστή με την ίδια αναλογία και με την κατά το δυνατό ίδια χημική σύνθεση που υπολογίζεται ότι θα έχει και το φιαλίδιο που θα περιέγει ασταθείς πυρήνες προς μέτρηση.

### 2.12 Σχόλια και συμπεράσματα

Στο Κεφάλαιο 2 δόθηκαν με περιληπτικό τρόπο οι αρχές της μεθόδου υγρού σπινθηρισμού. Ιδιαίτερα παρουσιάστηκαν οι διεργασίες που λαμβάνουν χώρα στον υγρό σπινθηριστή όταν αυτός αλληλεπιδρά με -α ή και -β σωματίδια. Επίσης δόθηκε ο στόχος των διαφόρων συνθέσεων υγρών σπινθηριστών προκειμένου να παραχθούν φωτόνια σχεδόν ορατού φωτός (υπεριώδους) κατάλληλα για την ανίχνευσή τους μέσω φωτοπολλαπλασιαστή. Στη συνέχεια παρουσιάσθηκαν τα βασικότερα τεχνικά μέρη μιας συσκευής υγρού σπινθηρισμού μαζί με τη γεωμετρία του μετρούμενου δείγματος. Κατόπιν αναλύθηκε η δυσκολία που υπάρχει για την ανάλυση και μέτρηση δειγμάτων που περιέχουν πολλούς ασταθείς πυρήνες, οι οποίοι εκπέμπουν -β και -α σωματίδια διαφορετικών ενεργειών. Επιπλέον παρουσιάσθηκε το πώς καταγράφονται φωτόνια από το δείγμα και αναλύθηκε πρόχειρα πώς μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού μπορεί να ανιχνεύσει και να μετρήσει τη συγκέντρωση ορισμένων ισοτόπων με βάση το φως Cherenkov. Τέλος παρουσιάσθηκαν οι αιτίες που δημιουργούν υπόστρωμα στις μετρήσεις με υγρό σπινθηρισμό. Στο επόμενο Κεφάλαιο 3 θα παρουσιασθούν σε μεγαλύτερο βάθος τα τεχνικά στοιχεία που οδηγούν σε ορθές και ποιοτικές μετρήσεις με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού.

#### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3

### ΤΕΧΝΙΚΗ ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ ΥΓΡΟΥ ΣΠΙΝΘΗΡΙΣΜΟΥ

### 3.1 Εισαγωγή

Σε συνέχεια του Κεφαλαίου 2, στο οποίο έγινε η εισαγωγή στις βασικές αρχές μέτρησης με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού, όχι μόνο για την ανίχνευση σωματιδιακής ακτινοβολίας (-α και -β) αλλά και φωτονίων καθώς και ακτινοβολίας Cherenkov στο Κεφάλαιο 3 θα γίνει εισαγωγή στις μετρητικές προκλήσεις που συναντώνται στην εφαρμογή της μεθόδου. Πιο συγκεκριμένα, θα παρουσιαστούν, σε ικανοποιητική για τον σκοπό της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας λεπτομέρεια, τα ζητήματα της επιλογής του κατάλληλου υγρού σπινθηριστή, ο διαχωρισμός των -α από τα -β σωματίδια κατά την ταυτόχρονη ανίχνευσή τους και θα εισαχθεί η έννοια της σβέσης και η επίδρασή της στο βαθμό απόδοσης. Ειδικά για το τελευταίο ζήτημα θα παρουσιαστούν και τεχνικές για την ποσοτικοποίηση και αντιμετώπισή της.

## 3.2 Βέλτιστος υγρός σπινθηριστής

Τα υγρά δείγματα που περιέχουν ασταθείς πυρήνες και που χρειάζεται να μετρηθούν με την μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού μπορεί να είναι διαλύματα σε νερό ή διαλύματα σε οργανικές ενώσεις. Στην πραγματικότητα επομένως αυτά τα υγρά δείγματα μπορεί να είναι υδρόφιλα ή υδρόφοβα αντίστοιχα. Τα υδρόφοβα δείγματα μπορούν να αναμειγνύονται εύκολα με τους περισσότερους από τους υγρούς σπινθηριστές που διατίθενται εμπορικά. Αντίθετα τα υδρόφιλα δεν μπορούν να αναμιγθούν. Για τον σκοπό αυτό υπάργουν εμπορικά διαθέσιμοι υγροί σπινθηριστές με κατάλληλη σύνθεση για να αναμειγνύονται καλά με τα υδρόφιλα δείγματα. Αυτοί οι υγροί σπινθηριστές περιέχουν απορρυπαντικά τα οποία δρουν ως γαλακτοματοποιητές (emulsifiers) του σπινθηριστή και επιτρέπουν την ανάμειξή του με υδρόφιλα δείγματα. Επειδή η επίδραση των γαλακτοματοποιητών είναι δυνατόν να θολώσει το διάλυμα, όπως ακριβώς θολώνει το νερό όταν το αναμείξουμε με σαπούνι, οι εμπορικά διαθέσιμοι υγροί σπινθηριστές περιέγουν και προσμείξεις που διατηρούν την διαύγεια. Ένας υγρός σπινθηριστής με γαλακτοματοποιητή δεν έχει την ίδια απόδοση με έναν υγρό σπινθηριστή που δεν περιέχει γαλακτοματοποιητή, διότι με τον γαλακτοματοποιητή εμποδίζεται η διέγερση του διαλύτη από την ενέργεια των -β ή των -α σωματιδίων. Παρόλα αυτά η χρήση των υγρών σπινθηριστών με γαλακτοματοποιητή έχει επικρατήσει γιατί αυτοί μπορούν να αναμειχθούν επιτυχώς και με υδρόφοβα και με υδρόφιλα διαλύματα. Οι πλέον δημοφιλείς υγροί σπινθηριστές με αυτές τις ιδιότητες είναι της σειράς Ultima Gold, η οποία παράγεται από την Perkin Elmer. Σε ένα Εργαστήριο όπου γίνονται μετρήσεις με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού, είναι απαραίτητο (κατά τη σύσταση της Δρ. Κεχαγιά, 2022) να υπάρχουν τουλάχιστον τρεις τύποι από αυτή τη σειρά υγρών σπινθηριστών: α) Σπινθηριστής τύπου Ultima Gold για γενική χρήση, β) Σπινθηριστής τύπου Ultima Gold AB για χρήση με δείγματα που περιέχουν ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -α και -β σωματίδια και γ) Σπινθηριστής Ultima Gold LLD για δείγματα που περιέχουν πολύ μικρές ποσότητες ασταθών πυρήνων. Αν χρειάζεται κάποιος να επιλέξει έναν τύπο από αυτούς τους τρεις, ο κατάλληλος είναι ο τύπος Ultima Gold AB. Φυσικά υπάρχουν και άλλοι εμπορικά διαθέσιμοι υγροί σπινθηριστές του ίδιου ή άλλων επίσης γνωστών κατασκευαστών με ίδιες ή παρόμοιες ιδιότητες. Το πρόβλημα των εμπορικά διαθέσιμων υγρών σπινθηριστών είναι ότι έχουν ημερομηνία λήξης συνήθως τρία χρόνια μετά την παραγωγή τους. Επιπλέον, πρέπει να διατηρούνται σε θερμοκρασίες στην περιοχή -4 έως 22°C. Η κατασκευή υγρών σπινθηριστών στο εργαστήριο είναι δυνατή διότι είναι γνωστή και δημοσιευμένη η βασική τους σύνθεση σε ό,τι αφορά τον διαλύτη, τον πρωτεύοντα σπινθηριστή και τον γαλακτοματοποιητή. Παρόλα αυτά είναι άγνωστες οι προσθήκες που κάνουν οι διάφοροι κατασκευαστές για να εξασφαλίσουν τη διαύγεια των μιγμάτων. Η κατασκευή υγρών σπινθηριστών στο Εργαστήριο συμφέρει μόνο αν υπάρχει θέμα κόστους που προκύπτει από την συνεχή αγορά εμπορικών σπινθηριστών που λήγουν προτού χρησιμοποιηθούν. Πρέπει στο σημείο αυτό να επισημανθεί ότι οι διαλύτες των εμπορικά διαθέσιμων υγρών σπινθηριστών μακρινή μόνο σχέση έχουν με τους διαλύτες, δηλαδή τους αρωματικού υδρογονάνθρακες στους οποίους παρατηρήθηκε για πρώτη φορά το φαινόμενο του σπινθηρισμού. Δεν χρησιμοποιούνται πλέον ως διαλύτες ενώσεις όπως οι βενζίνες, το τολουένιο κλπ. διότι έχουν δύο ανεπιθύμητες ιδιότητες: είναι εύφλεκτοι και τοξικοί. Οι κατασκευαστές υγρών σπινθηριστών τους έχουν αντικαταστήσει με λιγότερο εύφλεκτους και λιγότερο τοξικούς. Από αυτή την άποψη οι εμπορικά διαθέσιμοι υγροί σπινθηριστές χαρακτηρίζονται ως "ασφαλέστεροι" ("safer"). Ο όρος safer έχει εισαχθεί για να περιγράψει χημικές ενώσεις με ανεπιθύμητα χαρακτηριστικά επικινδυνότητας σε σχέση με παρόμοιες ενώσεις με ανεπιθύμητα χαρακτηριστικά σε μεγαλύτερο βαθμό. Υπό την έννοια αυτή δεν υπάρχουν safe χημικές ενώσεις με ανεπιθύμητα χαρακτηριστικά επικινδυνότητας για τον άνθρωπο.

## 3.3 Βέλτιστη αναλογία υγρού δείγματος και υγρού σπινθηριστή

Είναι αποδεκτό για τον υγρό σπινθηρισμό ότι η αναλογία υγρού διαλύματος και υγρού σπινθηριστή δεν πρέπει να ξεπερνάει για όγκο μίγματος 20 mL, τα έξι μέρη όγκου υγρού δείγματος προς δεκατέσσερα μέρη όγκου υγρού σπινθηριστή (6/14). Η αναλογία αυτή δεν

είναι η μέγιστη επιτρεπόμενη αλλά είναι μια συνιστώμενη μέση τιμή. Η μέγιστη αναλογία μπορεί να φτάσει μέχρι και την τιμή 10/10, για δείγματα σε υδατικό διάλυμα. Αντίθετα μπορεί να πέσει στο 1/19 για δείγματα σε οργανικό διάλυμα. Ειδικά για δείγματα σε υδατικά διαλύματα συμβαίνει το εξής: το υπερβάλλον νερό κυριαρχεί στον όγκο του μίγματος με αποτέλεσμα να μειώνεται η απόδοση του σπινθηριστή. Δηλαδή αντί τα συστατικά του υγρού δείγματος να περιβάλλονται από σπινθηριστή, συμβαίνει ό,τι το υγρό δείγμα περιβάλλει τα συστατικά του σπινθηριστή. Αυτό ονομάζεται σημείο αντιστροφής (inversion point). Όταν ξεπεραστεί το σημείο αντιστροφής, το διάλυμα παύει να είναι διαυγές και τα παραγόμενα φωτόνια εξασθενούν χωρίς να φθάσουν στον φωτοπολλαπλασιαστή. Η ικανότητα του υγρού σπινθηριστή να αναμειγνύεται με διαύγεια με καλές ποσότητες υγρών δειγμάτων εξαρτάται και από την θερμοκρασία. Γενικά πρέπει να αποφεύγεται η ανάμειξη υγρών δειγμάτων με υγρό σπινθηριστή στα άνω όρια της επιτρεπόμενης αναλογίας, διότι μια μικρή αύξηση της θερμοκρασίας είναι δυνατόν να θολώσει το μίγμα. Αυτό είναι πάρα πολύ δύσκολο να διαπιστωθεί όταν χρησιμοποιούνται πλαστικά φιαλίδια.

# 3.4 Διαχείριση αποβλήτων

Τα μίγματα που προκύπτουν από τις μετρήσεις με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού έχουν δύο ανεπιθύμητες ιδιότητες: είναι ραδιενεργά και μη φιλικά προς το περιβάλλον. Επομένως πρέπει να αντιμετωπίζονται ως απόβλητα με συγκεκριμένους τρόπους. Στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας του ΕΜΠ, οι ποσότητες ραδιενέργειας στα μίγματα είναι ελάχιστες, κατά συνέπεια αυτή η ανεπιθύμητη ιδιότητα δεν παίζει ρόλο. Από την άλλη, παραμένει το θέμα ότι τα μίγματα αυτά έχουν και τοξικές ιδιότητες και πρέπει να διαχειρίζονται από εξουσιοδοτημένες για τον σκοπό αυτό εταιρίες ανακύκλωσης. Σημειώνεται όμως ότι υπάρχουν και βιοδιασπώμενοι υγροί σπινθηριστές όπως για παράδειγμα αυτοί των σειρών Εcoscint fluids και Uniscint BD της National Diagnostics. Προς το παρόν στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας τυχόν τέτοια απόβλητα της μεθόδου του υγρού σπινθηρισμού είναι ελάχιστα και φυλάσσονται σε πλαστικό δοχείο μικρού όγκου (<5L).

# **3.5** Διαχωρισμός -α και -β σωματιδίων (α/β discrimination ή α/β separation)

Είναι πολύ συνηθισμένο το υγρό δείγμα να περιέχει ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν ταυτόχρονα σωματίδια -α και -β. Για παράδειγμα, στη ραδιενεργό σειρά του U-238, παρατηρούνται στα πρώτα μέλη εκπομπές -α σωματιδίων από το U-238 και το U-234, και -β σωματιδίων από τα Th-234 και Pa-234.

$${}^{238}U \xrightarrow{a} {}^{234}Th \xrightarrow{\beta} {}^{234}Pa \xrightarrow{\beta} {}^{234}U \xrightarrow{a} \dots$$

Αντίστοιχα για την ίδια σειρά, οι πέντε πρώτες διασπάσεις που ξεκινούν από το Rn-222 εμφανίζουν τρείς εκπομπές -α σωματιδίων και δύο εκπομπές -β σωματιδίων.

$${}^{222}Rn \xrightarrow{a} {}^{218}Po \xrightarrow{\alpha} {}^{214}Pb \xrightarrow{\beta} {}^{214}Bi \xrightarrow{\beta} {}^{214}Po \xrightarrow{a} \dots$$

Κατά συνέπεια, προκύπτει ότι είναι σημαντικό να μπορούν να ανιχνευθούν και να μετρώνται και τα -α και τα -β σωματίδια που εκπέμπονται από το ίδιο υγρό μίγμα.

Τα -α σωματίδια που εκπέμπονται από ασταθείς πυρήνες είναι συνήθως μεγάλης κινητικής ενέργειας, στην περιοχή από 4 έως 6 MeV και έχουν υψηλές τιμές LET. Η ενέργεια αυτή αποσβένεται σε πολύ μικρές αποστάσεις και η αλληλεπίδραση με τον σπινθηριστή παράγει λίγα μόνο φωτόνια, σχεδόν 10 φορές λιγότερα σε σχέση με ένα σωματίδιο -β παρόμοιας ενέργειας.

Ο διαχωρισμός των διαφορετικών -α κορυφών που παράγονται από ασταθείς πυρήνες ισοτόπων είναι δύσκολος, καθώς οι κορυφές που σχηματίζονται στη συσκευή υγρού σπινθηρισμού έχουν μεγάλο εύρος (σχεδόν 1 MeV), δεδομένου ότι τα φάσματα που συλλέγονται είναι χαμηλής διακριτικής ικανότητας. Στο σχήμα της Εικόνας 3.1 μπορεί κανείς να δει ένα τέτοιο φάσμα που περιέχει δύο διαφορετικές -α κορυφές από υγρό δείγμα με U-233 (κύρια ενέργεια -α σωματιδίου 4.8 MeV) και Am-241 (κύρια ενέργεια -α σωματιδίου 5.5 MeV). Το δείγμα μετρήθηκε σε φιαλίδιο γεωμετρίας 20 mL που περιείχε 15 mL μίγματος. Παρατηρείται ότι δεν διακρίνονται μεταξύ τους οι δύο διαφορετικές -α κορυφές.



Εικ. 3.1 Φάσμα -α ακτινοβολίας χαμηλής διακριτικής ικανότητας που συλλέχθηκε σε συσκευή υγρού σπινθηρισμού από μεγάλο όγκο φιαλιδίου (Ανώνυμος, 2022)

Βελτίωση της διακριτικής ικανότητας μπορεί να επιτευχθεί είτε με την χρήση μόνο ενός φωτοπολλαπλασιαστή, είτε με την μείωση του όγκου του φιαλιδίου. Στο σχήμα της Εικόνας 3.2 μπορεί κανείς να δει ένα φάσμα που περιέχει δύο διαφορετικές -α κορυφές από υγρό δείγμα με U-233 και Am-241 Το δείγμα μετρήθηκε σε φιαλίδιο γεωμετρίας 6-8 mL. Παρατηρείται ότι αυτή τη φορά διακρίνονται μεταξύ τους οι δύο διαφορετικές -α κορυφές.



Εικ. 3.2 Φάσμα -α ακτινοβολίας χαμηλής διακριτικής ικανότητας που συλλέχθηκε σε συσκευή υγρού σπινθηρισμού από μικρότερο όγκο φιαλιδίου (Ανώνυμος, 2022)

Ο διαχωρισμός των σωματιδίων -α και -β βασίζεται στην μικρή διαφορά που παρουσιάζουν τα -α από τα -β σωματίδια ως προς τη διάρκεια των παραγόμενων παλμών. Η διάρκεια των παλμών των -α σωματιδίων είναι μεγαλύτερη από αυτή των -α σωματιδίων και αυτό εξηγείται όπως παρακάτω:

- Η αρχική αλληλεπίδραση των σωματιδίων -α είναι πολύ ισχυρότερη από αυτή των σωματιδίων -β, λόγω του διπλάσιου φορτίου και της μεγαλύτερης κινητικής τους ενέργειας. Επιπλέον η εμβέλεια των σωματιδίων -α στην ύλη είναι πολύ μικρότερη από αυτή των -β οπότε το ίχνος τους στην ύλη έχει πολύ μεγαλύτερη πυκνότητα ενέργειας.
- Σε σχέση με τα σωματίδια -β, τα -α, λόγω της μικρότερής τους εμβέλειας, αλληλεπιδρούν με πολύ λιγότερα μόρια του διαλύτη και προκαλούν πολύ λιγότερες διεγέρσεις. Αν ληφθεί υπόψη ότι το ύψος ενός παλμού από διεγέρσεις εξαρτάται από τον αριθμό των διεγέρσεων, τότε το ύψος που προκύπτει από ένα σωματίδιο -α είναι περίπου το 10% του ύψους που θα είχε προκύψει από σωματίδιο -β παρόμοιας ενέργειας.

- Λόγω της μικρότερης εμβέλειας των -α σωματιδίων, η πυκνότητα ιόντων στην περιοχή που γίνονται διεγέρσεις είναι υψηλή. Επομένως, η πιθανότητα επανασύνδεσης ιόντων και ηλεκτρονίων που βρίσκονται σε κοντινή απόσταση είναι μεγαλύτερη για διεγέρσεις που επάγονται από -α σωματίδια από ό,τι για διεγέρσεις που επάγονται από -β σωματίδια. Οι επανασυνδέσεις μπορούν να οδηγήσουν σε μόρια που βρίσκονται στη θεμελιώδη ενέργεια ή σε διεγερμένα μόρια. Τα διεγερμένα μόρια, σύμφωνα με την κβαντομηχανική, μπορούν να καταλήξουν με ένα ή τρία μονήρη ηλεκτρόνια (excited singlet και excited triplet αντίστοιχα). Το διεγερμένο μόριο με ένα μονήρες ηλεκτρόνιο έχει μία στάθμη διεγέρσεως. Αυτό με τρία μονήρη ηλεκτρόνια έχει τρεις στάθμες διεγέρσεως.
- Το διεγερμένο μόριο σε κατάσταση excited singlet αποδιεγείρεται άμεσα προς τη θεμελιώδη ενέργεια εκπέμποντας φωτόνιο σε πολύ μικρό χρόνο (ακαριαίο φωτόνιο).
- Το διεγερμένο μόριο σε κατάσταση excited triplet δεν αποδιεγείρεται άμεσα προς τη θεμελιώδη ενέργεια. Η αποδιέγερση γίνεται επίσης με φωτόνια αλλά με τρόπους που δεν χρειάζεται να αναφερθούν εδώ. Τα φωτόνια αυτά είναι καθυστερημένα με αποτέλεσμα το -α σωματίδιο να δημιουργεί παλμούς με μεγαλύτερη διάρκεια απόσβεσης σε σχέση με το -β σωματίδιο (δηλαδή παλμούς με μεγαλύτερη "ουρά" στο πεδίο του χρόνου).

Οι διαθέσιμες τεχνικές διαχωρισμού εκμεταλλεύονται μεθόδους αναγνώρισης και χρονομέτρησης παλμών όπως αυτές που υπάρχουν στους παλμογράφους, δηλαδή το λεγόμενο triggering. Η πρώτη τεχνική διαχωρισμού εκμεταλλεύεται τη χρονική στιγμή στην οποία γίνεται η "διέλευση από το μηδέν" (zero crossing) κατά την απόσβεση των παλμών που παράγονται από -α ή -β σωματίδια. Φυσικά ως "μηδέν" μπορεί να οριστεί και οποιαδήποτε θετική τιμή του παλμού. Σε αυτή τη περίπτωση η μέθοδος εκπίπτει στην τεχνική crossover. Ξεκινώντας ως δεδομένο ότι ένας παλμός από -α σωματίδιο είναι δύσκολο να διακριθεί σε σχέση με ένα παλμό από -β σωματίδιο, χρησιμοποιώντας δύο διαφορετικά φίλτρα RC τύπου low pass και ένα χρονόμετρο ακριβείας, ορίζεται ένας χρόνος αναφοράς τ. Όλοι οι παλμοί που προκύπτουν από -α σωματίδια διέρχονται από το μηδέν κατά την απόσβεσή τους σε χρόνο μεγαλύτερο του τ, ενώ όλοι οι παλμοί από τα -β διέρχονται από το μηδέν σε χρόνο μικρότερο του τ. Έτσι δημιουργούνται δύο φάσματα, ένα για τα σωματίδια -α και ένα για τα σωματίδια -β. Λόγω διαφορών που οφείλονται κυρίως στην στατιστική της μορφής των παλμών, υπάρχει spillover (δηλαδή επικάλυψη των δύο φασμάτων, στο φάσμα των -α σωματιδίων καταγράφονται σε μικρό ποσοστό και -β σωματίδια και αντίστροφα). Η βέλτιστη τιμή του τ καθορίζεται πειραματικά. Στο σχήμα της Εικόνας 3.3 δίνεται μια απεικόνιση της μεθόδου. Η κατακόρυφη γραμμή δηλώνει τον χρόνο τ.



Εικ. 3.3 Γραφική απεικόνιση της μεθόδου zero crossing για το διαχωρισμό παλμών -α και -β σωματιδίων στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού (Ανώνυμος, 2022)

Στο σχήμα της Εικόνας 3.4 διακρίνεται η εφαρμογή μιας δεύτερης τεχνικής, η οποία είναι κατάλληλη για παλμούς -α και -β σωματιδίων χωρίς να εφαρμόζεται zero crossing ή crossover. Η τεχνική αυτή είναι χρήσιμη όταν οι παλμοί από τα -α και -β σωματίδια παράγονται με μικρή χρονική διαφορά ο ένας από τον άλλον.



Εικ. 3.4 Διαχωρισμός -α και -β σωματιδίων με τη μέθοδο φίλτρων low pass και ηλεκτρονικού κυκλώματος άθροισης, (Ανώνυμος, 2022)

Κατά την τεχνική αυτή, το σήμα που παράγεται στον φωτοπολλαπλασιαστή επεξεργάζεται από δύο φίλτρα RC low pass. Το φίλτρο (1), το οποίο μαζί με το χρονόμετρο είναι κατάλληλο για την αναγνώριση των παλμών -β σωματιδίων, όταν εντοπίσει τέτοιο παλμό, τον αντιστρέφει. Το φίλτρο (2), το οποίο μαζί με το χρονόμετρο είναι κατάλληλο για την αναγνώριση παλμών -α σωματιδίων όταν εντοπίσει τον παλμό, τον αφήνει όπως είναι. Στη συνέχεια οι δύο παλμοί αθροίζονται από ένα ηλεκτρονικό κύκλωμα άθροισης. Αν το αποτέλεσμα είναι παλμός ο οποίος έχει θετικό μέρος, τότε ο παλμός αυτός καταχωρείται ως -α σωματίδιο. Αν το αποτέλεσμα είναι παλμός, ο οποίος έχει μόνο αρνητικό μέρος, τότε ο παλμός αυτός καταχωρείται ως -β σωματίδιο.

Μία τρίτη τεχνική για τον διαχωρισμό -α και -β σωματιδίων στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού είχε αναπτυχθεί την εποχή στην οποία δεν ήταν εύκολα διαθέσιμοι οι πολυκαναλικοί αναλυτές για την αποθήκευση των φασμάτων.



Εικ. 3.5 Απλοποιημένη τεχνική διαχωρισμού -α και -β σωματιδίων με τη βοήθεια χρονομέτρου και λογικών πυλών (Ανώνυμος, 2022)

Η τεχνική βασίζεται στην χρονομέτρηση σε λογικές πύλες και σε λογικά σήματα τάσης TTL και αποδίδεται στο σχήμα της Εικόνας 3.5. Στο ηλεκτρονικό κύκλωμα της μεθόδου διακρίνονται δύο λογικές πύλες: η λογική πύλη για τα -β σωματίδια (Gated Integrator B) και η λογική πύλη για τα -α σωματίδια (Gated Integrator A). Η λογική πύλη Β ανοίγει μόνο όταν ένας παλμός ξεκινήσει την χρονική στιγμή "0" και τελειώσει την χρονική στιγμή τ. Η λογική πύλη Α ανοίγει μόνο όταν ένας παλμός που ξεκίνησε την χρονική στιγμή "0" υπάρχει τη χρονική στιγμή τ. Η λογική στι τ. Η δογική στιγμή τ. Η λογική στι σ. δοι καταμετρητή για τα -α σωματίδια.

#### 3.6 Απόδοση υγρού σπινθηρισμού

Ως απόδοση υγρού σπινθηρισμού S<sub>x</sub> ορίζεται η συνολική ενέργεια που εκλύεται στο μίγμα δείγματος και υγρού σπινθηριστή (ως φωτόνια) διαιρεμένη με την ενέργεια των σωματιδίων που έχουν ως αποτέλεσμα τον φθορισμό του μίγματος. Ορίζεται ως:

$$S_x = \frac{N_{ph} E_{ph}}{E_{ex}}$$
(3.1)

όπου

ph = φωτόνιο

 $N_{ph} = \mu$ έσος αριθμός παραγόμενων φωτονίων

 $E_{ph}$  = μέση ενέργεια παραγόμενων φωτονίων, και

 $E_{ex}$  = ενέργεια των σωματιδίων που προκαλούν την παραγωγή φωτονίων

Ο διαλύτης είναι αυτός που καθορίζει την συνολική απόδοση του σπινθηρισμού. Η απόδοση έχει διαφορετικές τιμές ανάλογα με τον διαλύτη και τα ισότοπα που υπάρχουν στο δείγμα. Αν είναι γνωστή η απόδοση σπινθηρισμού, τότε μπορεί να εξαχθεί ο μέσος αριθμός των φωτονίων  $N_{ph}$  που παράγονται από ένα σωματίδιο ενέργειας  $E_{ex}$ .

$$N_{ph} = \frac{S_x E_{ex}}{E_{ph}}$$
(3.2)

Η μέση ενέργεια των φωτονίων *E*<sub>ph</sub> μπορεί να υπολογιστεί από το μέσο μήκος κύματος των φωτονίων από τον φθορισμό. Για παράδειγμα, ο σπινθηριστής PPO έχει μέσο μήκος κύματος

λ παραγόμενων φωτονίων περί τα 3800 °A. Όπως είναι γνωστό από τη φυσική, εφαρμόζεται η σχέση:

$$E_{ph} = hv = \frac{hc}{\lambda} \tag{3.3}$$

όπου

hη σταθερά του Planck σε eVs

vη συχνότητα της ακτινοβολίας του φωτονίου, και

cη ταχύτητα του φωτός στο κενό

Δηλαδή

$$E_{ph} = \frac{\left(4.1357 \times 10^{-15} \,\mathrm{eVs}\right) \left(2.99 \times 10^8 \,\mathrm{ms}^{-1}\right)}{3900 \times 10^{-10} \,\mathrm{m}} = 3.17 \,\mathrm{eV}$$
(3.4)

Οπότε εφαρμόζοντας τη σχέση (3.2) για μίγμα με περιεκτικότητα PPO περίπου 7 γραμμάρια ανά λίτρο τολουολίου, στο οποίο η απόδοση της μεταφοράς διέγερσης είναι περίπου 100%, και η απόδοση σπινθηρισμού είναι 4%, θα είναι:

$$N_{ph} = \frac{0.04E_{ex}}{E_{ph}} \tag{3.5}$$

ή

$$N_{ph} = \frac{0.04E_{ex}}{3.17\text{eV}} = \frac{0.0126 \times E_{ex}}{eV}$$
(3.6)

Εφαρμόζοντας τη σχέση (3.6) για φωτόνια που παράγονται από τα -β σωματίδια π.χ. του C-14, μέσης ενέργειας 50 keV, προκύπτει ότι κατά μέσο όρο για κάθε διέγερση προερχόμενη από τέτοιο -β σωματίδιο παράγονται 630 φωτόνια.

Ο αριθμός των φωτοηλεκτρονίων που παράγονται στην φωτοκάθοδο του φωτοπολλαπλασιαστή δίνεται από:

Αριθμός φωτοηλεκτρονίων = 
$$N_{ph}$$
 × απόδοση της φωτοκαθόδου (3.7)

Η απόδοση μιας τυπικής φωτοκαθόδου είναι περίπου 28% για τους φωτοπολλαπλασιαστές τύπου BIALKALI που χρησιμοποιούνται σήμερα.

# 3.7 Εξασθένιση ή σβέση παραγόμενου φωτός (Quenching)

Ως σβέση παραγόμενου φωτός στον υγρό σπινθηρισμό λογίζεται οποιαδήποτε διαδικασία, η οποία μπορεί να εμποδίσει την παραγωγή φωτονίων ή να μειώσει τον αριθμό των φωτονίων ή να μειώσει την ενέργεια των φωτονίων που φτάνουν μέχρι τον φωτοπολλαπλασιαστή. Από τη σβέση επομένως μειώνεται ο αριθμός  $N_{ph}$  ή η ενέργεια  $E_{ph}$  των παραγόμενων φωτονίων με αποτέλεσμα να μειώνεται η απόδοση του σπινθηρισμού, σύμφωνα και με τη σχέση (3.1).

Οι παράγοντες που προκαλούν σβέση είναι οι εξής:

- Ακαθαρσίες στο διάλυμα
- Ακατάλληλες ποσότητες διαλύματος ή διαλύτη (λάθος αναλογία)
- Πολύ μεγάλος όγκος δείγματος προς μέτρηση σε σχέση με τον όγκο του cocktail

Η σβέση χωρίζεται σε διάφορες κατηγορίες οι κυριότερες από τις οποίες είναι δύο:

#### Η οπτική σβέση και η χημική σβέση.

Η **οπτική σβέση** συμβαίνει όταν μη διαφανείς ουσίες μέσα στο μίγμα απορροφούν τα φωτόνια που εκλύονται από τον φθοριστή, πριν αυτά μπορέσουν να διαπεράσουν τα όρια του φιαλιδίου και να φτάσουν στον φωτοπολλαπλασιαστή. Το πρακτικό αποτέλεσμα είναι η μείωση των παλμών που καταγράφονται. Η οπτική σβέση είναι συνάρτηση της απόστασης *x* που διασχίζουν τα φωτόνια μέσα στο μίγμα σύμφωνα με την γνωστή σχέση εξασθένισης φωτονίων

$$I = I_0 e^{-\mu x} \tag{3.8}$$

όπου μ<br/> ο γραμμικός συντελεστής εξασθένισης φωτονίων σε cm $^{-1}$ 

Άρα η οπτική σβέση εξαρτάται από τη θέση των εκπομπών σωματιδίων -α ή σωματιδίων -β μέσα στο μίγμα.

Γενικά υλικά του μίγματος που έχουν χρώμα απορροφούν περισσότερο το ορατό φως που παράγεται από τον φθοριστή και συμβάλλουν στην οπτική σβέση. Στην πράξη, βέβαια, όλα τα υλικά έχουν ένα φάσμα απορρόφησης φωτός, οπότε η οπτική σβέση είναι πάντα παρούσα. Η οπτική σβέση λόγω χρώματος μπορεί να περιοριστεί με χρήση χημικών ουσιών αποχρωματισμού ή λεύκανσης. Για παράδειγμα δείγματα αίματος λευκαίνονται με υπεροξείδιο του υδρογόνου (οξυζενέ). Βεβαίως τέτοιες διαδικασίες αποχρωματισμού ή λεύκανσης ενισχύουν τη χημική σβέση (βλ. παρακάτω). Άλλες αιτίες οπτικής σβέσης είναι η απορρόφηση φωτονίων λόγω αποτυπωμάτων ή ακαθαρσιών ή συμπυκνώσεων υγρασίας πάνω στην επιφάνεια των φιαλιδίων.

Η **χημική σβέση** προκύπτει όταν τα -α ή τα -β σωματίδια δεν μεταφέρουν εξ ολοκλήρου την ενέργειά τους στα μόρια του διαλύτη διότι υπάρχουν ή έχουν δημιουργηθεί ακαθαρσίες εξαιτίας χημικών αντιδράσεων του δείγματος με το cocktail, οι οποίες απορροφούν ενέργεια διεγέρσεως.

Η χημική σβέση οφείλεται σε διάφορους μηχανισμούς:

α) Την όξινη σβέση που προκύπτει από την αλληλεπίδραση Η<sup>+</sup> με τον φθοριστή ή τους φθοριστές.

β) Τη σβέση διάλυσης που προκύπτει από την αύξηση της μέσης απόστασης μεταξύ των μορίων του διαλύτη, αν το cocktail είναι σε μικρότερη συγκέντρωση από την αναγκαία.

γ) Τη σβέση "δίπολο - δίπολο" που προκύπτει λόγω μη παραγωγής φωτός από την αλληλεπίδραση με τον διαλύτη. Η ενέργεια που δεν μετατρέπεται σε φως γίνεται ενέργεια ταλάντωσης,

και

 δ) Τη σύλληψη ηλεκτρονίου που εμποδίζει τη μεταφορά ενέργειας από ηλεκτρόνια στα μόρια του διαλύτη.

Άλλοι τύποι σβέσης είναι:

### Η ιδιοσβέση και η σβέση του φθοριστή.

Η **ιδιοσβέση** οφείλεται κυρίως στην αύξηση της συγκέντρωσης του υγρού δείγματος στο μίγμα πέρα από τη βέλτιστη αναλογία υγρού δείγματος και cocktail. Το αποτέλεσμα είναι ότι μειώνεται ο βαθμός απόδοσης του υγρού σπινθηρισμού.

Η **σβέση του φθοριστή** συνδέεται με την μείωση της συγκέντρωσης του υγρού δείγματος στο μίγμα κάτω από τη βέλτιστη αναλογία δείγματος και cocktail. Το αποτέλεσμα μπορεί να είναι μείωση αλλά και αύξηση της απόδοσης, ανάλογα με το αν η παραγωγή φωτονίων από τα -α ή -β σωματίδια γίνεται από αποδιέγερση διμερών ή όχι.

Για τη σβέση πρέπει να διατίθενται τεχνικές ή παράμετροι για την διαπίστωσή τους και να εφαρμόζονται οι αντίστοιχοι με τη σβέση τροποποιημένοι βαθμοί απόδοσης.

Στο σχήμα της Εικόνας 3.6 δίνεται το φάσμα ακτινοβολίας -β από ένα ασταθή πυρήνα στις δύο του εκδοχές: χωρίς σβέση (Unquenched) και με σβέση (Quenched).



Εικ. 3.6 Φάσματα - β ακτινοβολίας από ασταθή πυρήνα: το αριστερό με τις κατακόρυφες γραμμές είναι με σβέση, το δεξί με το πλέγμα είναι χωρίς σβέση (Ανώνυμος, 2022)

Η Εικόνα 3.6 αντιπροσωπεύει το φαινόμενο της σβέσης για μίγματα που περιέχουν ασταθείς πυρήνες που δεν είναι Η-3. Αν το μίγμα περιέχει μόνο Η-3 η μείωση του ύψους των παλμών και η μετακίνηση του κέντρου του φάσματος σε μικρότερες ενέργειες δεν είναι ορατή.

Η σβέση, κυρίως η χημική, μπορεί να παράγεται και τεχνητά για λόγους διερεύνησης της ποσοτικοποίησής της. Αυτό επιτυγχάνεται προσθέτοντας στο μετρούμενο μίγμα διάφορες ποσότητες από κατάλληλες χημικές ενώσεις όπως είναι ο τετραχλωράνθρακας (CCl<sub>4</sub>), το χλωροφόρμιο (CHCl<sub>3</sub>) και το νιτρομεθάνιο (CH<sub>3</sub>NO<sub>2</sub>). Επισημαίνεται όμως ότι έχει διαπιστωθεί για τον τετραχλωράνθρακα τοξική και καρκινογόνος δράση, οπότε η χρήση του έχει πρακτικά απαγορευτεί.

Στην Εικόνα 3.7 παρουσιάζεται η επίδραση διαφόρων συγκεντρώσεων τετραχλωράνθρακα σε μίγμα που περιέχει ασταθή πυρήνα C-14 και αναλύεται με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού.





Στην Εικόνα 3.8 παρουσιάζεται η επίδραση διαφόρων συγκεντρώσεων τετραχλωράνθρακα σε μίγμα που περιέχει ασταθή πυρήνα Η-3 και αναλύεται με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού.



Baseline discriminator setting



Ειδικά για την περίπτωση μίγματος που περιέχει μόνο H-3, η χημική σβέση περιορίζει τον αριθμό των αλληλεπιδράσεων που παράγουν φωτόνια ταυτόχρονα και στους δύο φωτοπολλαπλασιαστές. Επομένως περισσότερα φωτόνια απορρίπτονται από το κύκλωμα σύμπτωσης και προκύπτει ότι το ύψος παλμών του φάσματος συμπιέζεται χωρίς να παρατηρείται εύκολα αναγνωρίσιμη μετακίνηση του φάσματος σε μικρότερες ενέργειες.

## 3.8 Ποσοτικοποίηση σβέσης μέσω παραμέτρων και τεχνικών

Η σβέση μπορεί να ποσοτικοποιηθεί με βάση το συλλεγόμενο φάσμα από μίγμα με ασταθείς πυρήνες με άγνωστη ραδιενέργεια. Από το συλλεγόμενο φάσμα μπορούν να προσδιορίζονται μια σειρά από διαφορετικές παραμέτρους, οι οποίες είναι χρήσιμες για την ποσοτικοποίηση της σβέσης και τον υπολογισμό του αντίστοιχου βαθμού απόδοσης με σβέση. Οι παράμετροι αυτοί θα παρουσιασθούν στη συνέχεια. Για την ποσοτικοποίηση χρειάζεται ο υπολογισμός των παραμέτρων και για φάσμα από μίγμα με ασταθείς πυρήνες με γνωστή ραδιενέργεια. Οι τεχνικές για τον ορισμό των παραμέτρων και για την ποσοτικοποίηση της σβέσης και τον υπολογισμό του κατάλληλου βαθμού απόδοσης είναι δύο: τεχνική "του εσωτερικού προτύπου" και τεχνική "του εξωτερικού προτύπου".

## 3.9 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική εσωτερικού προτύπου

### 3.9.1 Γενικά

Το εσωτερικό πρότυπο, συνήθως ασταθής πυρήνας ή ασταθείς πυρήνες γνωστής ραδιενέργειας που εκπέμπουν -β σωματίδια παράγουν φάσμα στο μίγμα που βρίσκεται εντός του φιαλιδίου. Για την τεχνική μετρείται μια ομάδα μιγμάτων με διαφορετικές ραδιενέργειες προτύπου ή / και με διαφορετικά επίπεδα σβέσης. Από τα δεδομένα μπορούν να εξάγονται παράμετροι που συνδέονται με τη ποσοτικοποίησης της σβέσης και με αυτές μπορούν να υπολογισθούν οι αντίστοιχοι βαθμοί απόδοσης σε μίγματα με σβέση. Οι παράμετροι αυτές είναι κυρίως οι SIS και SCR και παρουσιάζονται στη συνέχεια.

### **3.9.2** Παράμετρος Spectral Index Sample (SIS)

Πρόκειται για παράμετρο που αντιπροσωπεύει τη μέση ενέργεια των -β σωματιδίων, η οποία υπολογίζεται με βάση τη σχέση:

$$SIS = K \frac{\sum_{ch=0}^{ch=\max} ch \times n(ch)}{\sum_{ch=0}^{ch=\max} n(ch)}$$
(3.9)

όπου

ch ο αριθμός του καναλιού του πολυκαναλικού αναλυτή

n(ch) οι παλμοί από -β σωματίδια που έχουν καταγραφεί στο συγκεκριμένο κανάλι ch, και

*Κ* ένας συντελεστής κανονικοποίησης που επιλέγεται τέτοιος ώστε διαφορετικά φάσματα που συγκρίνονται σε ό,τι αφορά το SIS τους να μηδενίζονται στο ίδιο κανάλι.

Σε περίπτωση που υπάρχει ενεργειακή βαθμονόμηση, η σχέση (3.9) διαμορφώνεται στην:

$$SIS = K' \frac{\sum_{i} E_{i} \times n(E_{i})}{\sum_{i} n(E_{i})}$$
(3.10)

όπου

 $E_i$  η ενέργεια των -β σωματιδίων που αντιστοιχούν στο κανάλι *i* του πολυκαναλικού αναλυτή  $n(E_i)$  οι παλμοί από -β σωματίδια που έχουν καταγραφεί με τη συγκεκριμένη ενέργεια  $E_i$ , και K' ένας συντελεστής κανονικοποίησης που επιλέγεται τέτοιος ώστε διαφορετικά φάσματα που συγκρίνονται σε ό,τι αφορά το SIS τους να έχουν την ίδια μέγιστη παρατηρούμενη ενέργεια.

Στο σχήμα της Εικόνας 3.6 διακρίνονται δύο κατακόρυφες γραμμές. Η δεξιά με το όνομα "SISu", αντιπροσωπεύει τη μέση ενέργεια των -β σωματιδίων σε φάσμα, στο οποίο δεν παρατηρείται σβέση. Η αριστερή με το όνομα "SISq" αντιπροσωπεύει τη μέση ενέργεια των -β σωματιδίων, σε φάσμα, στο οποίο παρατηρείται σβέση. Προκύπτει αβίαστα ότι φάσματα, στα οποία παρατηρείται σβέση, συγκρίνονται με φάσματα των ίδιων ασταθών πυρήνων, στα οποία δεν παρατηρείται σβέση με βάση την ανισότητα:

$$SISq \le SISu$$
 (3.11)

Όσο μεγαλύτερη είναι η διαφορά

$$\left|SISq - SISu\right| \ge 0 \tag{3.12}$$

τόσο περισσότερη σβέση υπάρχει και τόσο μικρότερος είναι ο βαθμός απόδοσης. Για τον μειωμένο βαθμό απόδοσης θα πρέπει, σε τέτοιες περιπτώσεις, να υπολογισθεί ο κατάλληλος συντελεστής διόρθωσης.

#### 3.9.3 Υπολογισμός βαθμού απόδοσης με την SIS

Για τον υπολογισμό του βαθμού απόδοσης με χρήση της παραμέτρου SIS, όταν υπάρχει σβέση, κατασκευάζεται ένα υγρό δείγμα, το οποίο αναμειγνύεται με cocktail στην συνιστώμενη αναλογία. Για το μίγμα αυτό, που λογίζεται πλέον ως μίγμα βαθμονόμησης σβέσης, μετρείται το SIS. Στο μίγμα προστίθεται μικρή ποσότητα, στην περιοχή των 0-5 μL, παράγοντα που επάγει σβέση. Τέτοιος παράγων είναι όπως αναφέρθηκε το χλωροφόρμιο (CHCl<sub>3</sub>) ή το νιτρομεθάνιο (CH<sub>3</sub>NO<sub>2</sub>). Για το νέο μίγμα μετρείται το véo SIS, το οποίο

3-16

ασφαλώς σύμφωνα και με τα προηγούμενα πρέπει να προκύψει μικρότερο. Στη συνέχεια στο μίγμα προστίθεται επιπλέον μικρή ποσότητα του παράγοντα και μετρείται το νέο επίσης μικρότερο SIS. Αφού αυτή η διαδικασία επαναληφθεί αρκετές φορές συγκεντρώνονται αρκετά ζεύγη δεδομένων ώστε να διαμορφωθεί ένα σχήμα σαν της Εικόνας 3.9. Στον οριζόντιο άξονα του σχήματος είναι οι τιμές των SIS, ενώ στον κατακόρυφο είναι οι τιμές του βαθμού απόδοσης υπολογιζόμενες με τη βοήθεια της σχέσης (2.1).





Για να λειτουργήσει ο υπολογισμός του βαθμού απόδοσης με βάση τη καμπύλη της Εικόνας 3.9 θα πρέπει όλες οι μετρήσεις να έχουν γίνει για μίγμα που περιέχει την ίδια σύνθεση ασταθών πυρήνων με την ίδια ραδιενέργεια.

Ο υπολογισμός του βαθμού απόδοσης γίνεται ως εξής: Μετράται η SIS του άγνωστου μίγματος. Η τιμή αυτή μεταφέρεται στο γράφημα της Εικόνας 3.9 και από εκεί εκτιμάται ο βαθμός απόδοσης. Το μίγμα πρέπει να έχει παρασκευαστεί από υγρό δείγμα που έχει, αν όχι τους ίδιους ασταθείς πυρήνες με το μίγμα βαθμονόμησης σβέσης, τουλάχιστον κοντινή ραδιενέργεια. Επίσης το υγρό δείγμα θα πρέπει να έχει, όσο είναι δυνατόν, την ίδια χημική σύσταση όπως το υγρό δείγμα στο μίγμα βαθμονόμησης σβέσης. Η απολύτως ελάχιστη προϋπόθεση είναι το δείγμα να έχει το ίδιο pH. Τέλος το μίγμα βαθμονόμησης σβέσης.

Γενικά δεν είναι γνωστός ο βαθμός απόδοσης του μίγματος και η αντίστοιχη SIS χωρίς σβέση. Μπορεί αυτός να υποτεθεί ότι βρίσκεται περί το 95 έως 100%, δηλαδή στην αρχή του οριζόντιου τμήματος της καμπύλης και ανάλογα να εκτιμηθεί η τιμή του αντίστοιχου SIS.

#### **3.9.4** Παράμετρος Sample Channel Ratio (SCR)

Η παράμετρος αυτή χρησιμοποιείται επίσης για την εκτίμηση της σβέσης. Υπολογίζεται ως ο λόγος των μετρούμενων παλμών σε δύο διαφορετικές ενεργειακές περιοχές που συνορεύουν. Το πώς λειτουργεί η παράμετρος αυτή αποδίδεται στο σχήμα της Εικόνας 3.10.



Εικ. 3.10 Ενεργειακές περιοχές για την εκτίμηση της παραμέτρου SCR (Ανώνυμος, 2022) Ο παράγων SCR για ένα φάσμα -β ακτινοβολίας προκύπτει από τη σχέση:

$$SCR = \frac{\mu \epsilon \tau \rho o \dot{\mu} \epsilon v o i \pi a \lambda \mu o \dot{i} \sigma \tau \eta v \epsilon v \epsilon \rho \gamma \epsilon i a \kappa \dot{\eta} \pi \epsilon \rho i o \chi \dot{\eta} B}{\mu \epsilon \tau \rho o \dot{\mu} \epsilon v o i \pi a \lambda \mu o \dot{i} \sigma \tau \eta v \epsilon v \epsilon \rho \gamma \epsilon i a \kappa \dot{\eta} \pi \epsilon \rho i o \chi \dot{\eta} A}$$
(3.13)

Αν φάσματα, στα οποία παρατηρείται σβέση "q", συγκρίνονται με φάσματα των ίδιων ασταθών πυρήνων, στα οποία δεν παρατηρείται σβέση "u" τότε η σβέση εκτιμάται με βάση την ανισότητα:

$$SCRq \le SCRu$$
 (3.14)

Όσο μεγαλύτερη είναι η διαφορά

$$\left|SCRq - SCRu\right| \ge 0 \tag{3.15}$$

τόσο περισσότερη σβέση υπάρχει και τόσο μικρότερος είναι ο βαθμός απόδοσης. Για τον μειωμένο βαθμό απόδοσης θα πρέπει, σε τέτοιες περιπτώσεις, να υπολογισθεί ο κατάλληλος συντελεστής διόρθωσης.

#### 3.9.5 Υπολογισμός βαθμού απόδοσης με την SCR

Για τον υπολογισμό του βαθμού απόδοσης με χρήση της παραμέτρου SCR κατασκευάζεται ένα υγρό δείγμα, π.χ. με Η-3, το οποίο αναμειγνύεται με cocktail στην συνιστώμενη αναλογία. Για το μίγμα αυτό, που λογίζεται πλέον ως μίγμα βαθμονόμησης σβέσης, μετρείται η SCR. Στο μίγμα προστίθεται μικρή ποσότητα, στην περιοχή των 0-5 μL, παράγοντα που επάγει σβέση. Για το νέο μίγμα μετρείται η νέα SCR, το οποίο ασφαλώς σύμφωνα και με τα προηγούμενα πρέπει να προκύψει μικρότερο. Στη συνέχεια στο μίγμα προστίθεται επιπλέον μικρή ποσότητα του παράγοντα και μετρείται η νέα επίσης μικρότερη SCR. Αφού αυτή η διαδικασία επαναληφθεί αρκετές φορές, έστω πέντε, συγκεντρώνονται αρκετά φάσματα -β ακτινοβολίας Η-3 με σταδιακά περισσότερη σβέση όπως αυτά που αποτυπώνονται στην Εικόνα 3.11.



Εικ. 3.11 Φάσματα - β ακτινοβολίας Η-3 για το βαθμό απόδοσης σε δείγμα που παρουσιάζει σβέση (Ανώνυμος 2022)

Πίνακας 3.1 Πειράματα υπολογισμού βαθμού απόδοσης σβέσης της Εικόνας 3.9

(Ανώνυμος, 2022)

| Δείγμα | Cocktail | Παράγων      | H-3    | CPM(A)     | CPM(B)     | %E             | SCR  |
|--------|----------|--------------|--------|------------|------------|----------------|------|
|        | (mL)     | σβέσης-      | DPM    | Ενεργειακή | Ενεργειακή | 100×CPM(A)/DPM | B/A  |
|        |          | νιτρομεθάνιο |        | Περιοχή Α  | Περιοχή Β  |                |      |
|        |          | (mL)         |        |            |            |                |      |
| 1      | 15       | 0.005        | 115000 | 57614      | 40873      | 50%            | 0.71 |
| 2      | 15       | 0.010        | 115000 | 46452      | 28756      | 40%            | 0.62 |
| 3      | 15       | 0.015        | 115000 | 30226      | 14480      | 26%            | 0.48 |
| 4      | 15       | 0.025        | 115000 | 23051      | 9061       | 20%            | 0.40 |
| 5      | 15       | 0.030        | 115000 | 14887      | 4514       | 13%            | 0.30 |

Στον Πίνακα 3.1 δίνονται τα πειραματικά αποτελέσματα των δοκιμών βαθμού απόδοσης σβέσης που έγιναν για τα φάσματα Η-3 της Εικόνας 3.11. Με βάση αυτό τον πίνακα κατασκευάζεται η καμπύλη βαθμονόμησης σβέσης της Εικόνας 3.12.



Εικ. 3.12 Σύνδεση του βαθμού απόδοσης Η-3 με τον παράγοντα SCR (Ανώνυμος, 2022)

Για να λειτουργήσει ο υπολογισμός του βαθμού απόδοσης με βάση την καμπύλη της Εικόνας 3.12 θα πρέπει όλες οι μετρήσεις να έχουν γίνει για μίγμα που περιέχει την ίδια σύνθεση ασταθών πυρήνων με την ίδια ραδιενέργεια.

Ο υπολογισμός του βαθμού απόδοσης γίνεται ως εξής: Μετράται η SCR του άγνωστου μίγματος. Το μίγμα πρέπει να έχει παρασκευαστεί από υγρό δείγμα που έχει, αν όχι τους ίδιους ασταθείς πυρήνες με το μίγμα βαθμονόμησης σβέσης, τουλάχιστον κοντινή ραδιενέργεια. Επίσης το υγρό δείγμα θα πρέπει να έχει, όσο είναι δυνατόν, την ίδια χημική σύσταση όπως το υγρό δείγμα στο μίγμα βαθμονόμησης σβέσης. Η απολύτως ελάχιστη προϋπόθεση είναι το δείγμα να έχει το ίδιο pH. Τέλος το μίγμα βαθμονόμησης σβέσης. Ματολύτως σβέσης. Με το ίδιο cocktail στην ίδια βέλτιστη αναλογία όπως και το μίγμα βαθμονόμησης σβέσης. Με το που θα μετρηθεί η SCR του αγνώστου μίγματος, η τιμή του μεταφέρεται στην καμπύλη της Εικόνας 3.11 για να βρεθεί ο βαθμός απόδοσης. Για παράδειγμα έστω ότι άγνωστο μίγμα H-3 μετράει στην ενεργειακή περιοχή A 29158 CPM και στην ενεργειακή περιοχή B 20160 CPM. Ο παράγων SCR του μίγματος υπολογίζεται ως 20160/29158 = 0.69. Από την ευθεία της Εικόνας 3.12 ο βαθμός απόδοσης υπολογίζεται σε %Ε = 48%. Κατά συνέπεια το μίγμα περιέχει ραδιενέργεια DPM =  $100 \times 29158 / 48 = 60745$ .

Γενικά δεν είναι γνωστή η παράμετρος SCR του μίγματος χωρίς σβέση. Μπορεί αυτή να υποτεθεί ότι βρίσκεται εκεί που ο βαθμός απόδοσης είναι περί το 95 έως 100%, όπως προκύπτει από την Εικόνα 3.11.

## 3.9.6 Υπολογισμός ραδιενέργειας χωρίς παραμέτρους

Η διαδικασία αυτή πραγματοποιείται με πρώτο βήμα τη μέτρηση του μίγματος με ισότοπο προς μέτρηση. Ακολουθεί η μέτρηση του ίδιου μίγματος με την προσθήκη μικρής ποσότητας υγρού δείγματος ισοτόπου γνωστής ραδιενέργειας σε DPM ίδιου με το υγρό δείγμα ισοτόπου προς μέτρηση. Στο νέο μίγμα καθορίζεται η αύξηση στον ρυθμό των παλμών. Γίνεται η παραδοχή ότι η μικρή ποσότητα υγρού δείγματος ισοτόπου που προστέθηκε παρουσιάζει παρόμοια σβέση με το αρχικό υγρό δείγμα. Η ραδιενέργεια του αρχικού υγρού δείγματος ισοτόπου (sample DPM) μπορεί να υπολογίζεται από τη σχέση:

Sample DPM = 
$$(DPM \ added) \frac{R_1 - R_0}{R_2 - R_1}$$
 (3.16)

όπου

 $R_1 = \text{CPM}$  του αρχικού δείγματος

 $R_2 = \text{CPM}$  του τελικού δείγματος

 $R_0 = υπόστρωμα$ 

Μερικά μειονεκτήματα της μεθόδου του εσωτερικού προτύπου είναι:

- Ο όγκος του δείγματος που προστίθεται πρέπει να είναι αρκετά μικρός για να μην μειώσει αισθητά την αναλογία του σπινθηριστή
- Η μέτρηση του όγκου που προστίθεται πρέπει έχει επαρκή ακρίβεια
- Αυξάνεται το ενδεχόμενο λάθους κατά τον χειρισμό
- Επίπονη χειρωνακτική εργασία όταν υπάρχει μεγάλος όγκος δειγμάτων προς μέτρηση, και
- Η μέθοδος εφαρμόζεται δύσκολα αν πρόκειται για δείγματα με χαμηλή ραδιενέργεια

Στο σχήμα της Εικόνας 3.13 παρουσιάζεται μια αναπαράσταση της μεθόδου.





# 3.10 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική εξωτερικού προτύπου

## 3.10.1 Γενικά

Το εξωτερικό πρότυπο, συνήθως μια πηγή φωτονίων, παράγει φάσμα Compton στο μίγμα που βρίσκεται εντός του φιαλιδίου. Μια ομάδα μιγμάτων με διαφορετικά επίπεδα σβέσης ακτινοβολούνται από την εξωτερική πηγή και συλλέγονται τα αντίστοιχα φάσματα. Από τα δεδομένα μπορούν να εξάγονται παράμετροι που συνδέονται με τη ποσοτικοποίησης της σβέσης και με αυτές μπορούν να υπολογισθούν οι αντίστοιχοι βαθμοί απόδοσης σε μίγματα με σβέση. Οι παράμετροι αυτές είναι οι ESC, ESCR, IPCS, SIE, SQE και TSIE (ή SQP) και παρουσιάζονται στη συνέχεια.

## 3.10.2 Παράμετρος External Standard Count (ESC)

Ως ESC ορίζεται ο αριθμός παλμών στο πάνω μέρος του φάσματος Compton. Από την ομάδα μιγμάτων με διαφορετικά επίπεδα σβέσης προκύπτει μια καμπύλη που συνδέει την ESC με τον βαθμό απόδοσης. Από το μίγμα με την άγνωστη ραδιενέργεια προσδιορίζεται η παράμετρος ESC του μίγματος, η οποία μεταφέρεται στην καμπύλη και με αυτό τον τρόπο προσδιορίζεται ο βαθμός απόδοσης στο μίγμα με την άγνωστη ραδιενέργεια. Η μέθοδος αυτή εξαρτάται πολύ από τον όγκο του μίγματος διότι το φαινόμενο Compton είναι πιο έντονο για μεγαλύτερους όγκους. Το μίγμα με την άγνωστη ραδιενέργεια πρέπει να έχει παρασκευαστεί από υγρό δείγμα που έχει, αν όχι τους ίδιους ασταθείς πυρήνες με το μίγμα βαθμονόμησης

σβέσης, τουλάχιστον κοντινή ραδιενέργεια. Επίσης το υγρό δείγμα θα πρέπει να έχει, όσο είναι δυνατόν, την ίδια χημική σύσταση όπως το υγρό δείγμα στο μίγμα βαθμονόμησης σβέσης. Η απολύτως ελάχιστη προϋπόθεση είναι το δείγμα να έχει το ίδιο pH. Τέλος το μίγμα πρέπει να έχει παρασκευασθεί με το ίδιο cocktail στην ίδια βέλτιστη αναλογία όπως και το μίγμα βαθμονόμησης σβέσης.

## 3.10.3 Παράμετρος External Standard Channel Ratio (ESCR)

Για τον υπολογισμό της παραμέτρου αυτής ορίζονται δύο ενεργειακές περιοχές, η "A", που καλύπτει όλο το συλλεγόμενο φάσμα της -β ακτινοβολίας και του φάσματος Compton σε μίγμα που δεν παρουσιάζει σβέση και η "B", που καλύπτει την περιοχή του φάσματος Compton που αντιστοιχεί σε μίγμα που δεν παρουσιάζει σβέση. Ο λόγος των παλμών στις δύο ενεργειακές περιοχές ορίζεται ως η παράμετρος ESCR. Για την εξήγηση της μεθόδου θα χρησιμοποιηθεί στη συνέχεια ένα παράδειγμα με μέτρηση H-3 με σκοπό τη βαθμονόμηση. Στο παράδειγμα ως εξωτερική πηγή φωτονίων θα χρησιμοποιηθεί Cs-137. Ως πρώτο βήμα ορίζονται οι ενεργειακές περιοχές Α και Β για μίγμα που δεν παρουσιάζει σβέση έχει ένα φάσμα -β ακτινοβολίας με τη μορφή της Εικόνας 3.14. Επίσης είναι γνωστό ότι η ακτινοβόληση μίγματος που δεν παρουσιάζει σβέση με εξωτερική πηγή Cs-137 δημιουργεί φάσμα Compton με τη μορφή της Εικόνας 3.15.



Εικ. 3.14 Τυπικό φάσμα - β ακτινοβολίας Η-3 χωρίς σβέση στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού (Ανώνυμος, 2022)



Εικ. 3.15 Τυπικό φάσμα Compton από εξωτερική πηγή Cs-137 χωρίς σβέση στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού (Ανώνυμος, 2022)

Συνδυάζοντας τα δύο φάσματα προκύπτει το σύνθετο φάσμα της Εικόνας 3.16.



Εικ. 3.16 Σύνθετο φάσμα -β ακτινοβολίας Η-3 και Compton Cs-137 για μίγμα χωρίς σβέση (Ανώνυμος, 2022)

Με τη βοήθεια του σύνθετου φάσματος μπορούν να ορίζονται οι ενεργειακές περιοχές Α και Β όπως στην Εικόνα 3.16.

Για τη συνέχεια είναι γνωστό ότι το μίγμα με H-3 που παρουσιάζει σβέση έχει ένα φάσμα -β ακτινοβολίας με τη μορφή της Εικόνας 3.17. Επίσης είναι γνωστό ότι η ακτινοβόληση μίγματος που παρουσιάζει σβέση με εξωτερική πηγή Cs-137 δημιουργεί φάσμα Compton με τη μορφή της Εικόνας 3.18.



Εικ. 3.17 Τυπικό φάσμα -β ακτινοβολίας Η-3 με σβέση στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού (Ανώνυμος, 2022)



Εικ. 3.18 Τυπικό φάσμα Compton από εξωτερική πηγή Cs-137 με σβέση στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού (Ανώνυμος, 2022)

Συνδυάζοντας τα δύο φάσματα προκύπτει το σύνθετο φάσμα της Εικόνας 3.19.



Εικ. 3.19 Σύνθετο φάσμα -β ακτινοβολίας Η-3 και Compton Cs-137 για μίγμα με σβέση (Ανώνυμος, 2022)

Έχοντας αυτά υπόψη η μέθοδος εφαρμόζεται ως εξής:

Το μίγμα με το H-3 μετρείται τόσο στην ενεργειακή περιοχή A όσο και στην B. Έστω ότι βρέθηκε (H-3)<sub>A</sub> = 4511 CPM και ότι (H-3)<sub>B</sub> = 11 CPM. Κατά τη μέτρηση αυτή η εξωτερική πηγή Cs-137 βρίσκεται θωρακισμένη μέσα σε μολύβδινο δοχείο ώστε να μην δημιουργείται φάσμα Compton (βλ. Εικόνα 3.20).



Εικ. 3.20 Σχηματική αναπαράσταση μέτρησης μίγματος με Η-3 χωρίς εξωτερική πηγή φωτονίων (Ανώνυμος, 2022).

Στη συνέχεια η πηγή Cs-137 τοποθετείται δίπλα στο φιαλίδιο και λαμβάνεται δεύτερη μέτρηση στις δύο ενεργειακές περιοχές (βλ. Εικόνα 3.19). Έστω ότι βρέθηκε (Cs-137 + H-3)<sub>A</sub> = 320428 CPM και ότι (Cs-137 + H-3)<sub>B</sub> = 114332 CPM. Κατά τη μέτρηση αυτή η εξωτερική πηγή Cs-137 βρίσκεται εκτός του μολύβδινου δοχείου ώστε να δημιουργείται φάσμα Compton (βλ. Εικόνα 3.21).



Εικ. 3.21 Σχηματική αναπαράσταση μέτρησης μίγματος με Η-3 με εξωτερική πηγή φωτονίων Cs-137 (Ανώνυμος, 2022).

Ακολουθεί ο υπολογισμός της παραμέτρου ESCR σύμφωνα με την παρακάτω σχέση:

$$ESCR = \frac{\binom{137}{\text{Cs}+3}H}{\binom{137}{\text{Cs}+3}H}_{\text{A}} - \binom{3}{\text{H}}_{\text{A}}}$$
(3.17)

Με αντικατάσταση προκύπτει ESCR = 0.362. Επιπλέον υπολογίζεται ο αντίστοιχος βαθμός απόδοσης στην ενεργειακή περιοχή Α - Β (δηλ. Α μείον Β).

Το πείραμα επαναλαμβάνεται αρκετές φορές, κάθε φορά έχοντας προσθέσει και μεγαλύτερη μικροποσότητα ενός παράγοντα που επάγει σβέση. Όταν ληφθούν αρκετές μετρήσεις χαράσσεται η καμπύλη που δίνει την εξάρτηση του βαθμού απόδοσης από την παράμετρο ESCR. Για μίγμα που περιέχει άγνωστη ραδιενέργεια υπολογίζεται η παράμετρος ESCR και συνδέεται με τον αντίστοιχο βαθμό απόδοσης με τη βοήθεια της καμπύλης. Συνήθως η καμπύλη είναι ευθεία γραμμή.

#### 3.10.4 Παράμετρος Inflection point of Compton Spectrum (IPCS)

Ως Inflection Point του φάσματος Compton ορίζεται η κορυφή Compton (Compton Edge), η οποία διακρίνεται σε ένα τυπικό σχήμα φάσματος Compton από -γ φασματοσκοπική ανάλυση στην Εικόνα 3.22.



Εικ. 3.22 Φάσμα Compton και κορυφή Compton (από το διαδίκτυο)

Η ενεργειακή θέση της κορυφής (το κανάλι του πολυκαναλικού αναλυτή) συνδέεται με το βαθμό της σβέσης. Όσο πιο αριστερά στο φάσμα βρίσκεται η κορυφή τόσο μεγαλύτερη είναι η σβέση. Για την εφαρμογή της παραμέτρου IPCS για την εύρεση του βαθμού απόδοσης μίγματος με σβέση μια ομάδα μιγμάτων με διαφορετικά επίπεδα σβέσης και γνωστή ραδιενέργεια ακτινοβολούνται από την εξωτερική πηγή και συλλέγονται τα αντίστοιχα φάσματα. Κατασκευάζεται μια γραφική παράσταση, η οποία συνδέει την IPCS με τον βαθμό απόδοσης. Ο βαθμός απόδοσης στο άγνωστο μίγμα προσδιορίζεται από την IPCS του άγνωστου μίγματος και τη χρήση της παράστασης. Μειονεκτήματα της παραπάνω μεθόδου είναι: Η αμφίβολη επαναληψιμότητα, η ανάγκη για εξωτερικό πρότυπο υψηλής ραδιενέργειας και η κακή απόδοση σε περιπτώσεις όπου υπάρχει οπτική σβέση.

#### 3.10.5 Παράμετρος Spectral Index External Standard (SIE)

Ως Spectral Index του εξωτερικού προτύπου ορίζεται η μέση ενέργεια του φάσματος Compton. Στο πλαίσιο του υγρού σπινθηρισμού η μέση ενέργεια του φάσματος Compton,
δηλαδή η παράμετρος SIE, χρησιμοποιείται για τον χαρακτηρισμό του φάσματος Compton, ως η πλέον κατάλληλη. Το φάσμα Compton γενικά, δηλαδή αυτό που βρίσκεται μέχρι την ενέργεια των 400 keV στην Εικόνα 3.22, μπορεί να χαρακτηρίζεται αν υποτεθεί ότι είναι ανάλογο με ένα φάσμα -β ακτινοβολίας με τρεις παραμέτρους.

Τη μέγιστη ενέργεια του φάσματος Compton ( $E_{max}$ ). Ο χαρακτηρισμός του φάσματος με την  $E_{max}$  δεν είναι εύκολος διότι η  $E_{max}$  δεν είναι καλά ορισμένη.

Την ενέργεια στην κορυφή Compton  $(E_p)$ . Ο χαρακτηρισμός του φάσματος με την  $E_p$  (Inflection Point) δεν είναι εύκολος διότι η  $E_p$  δεν είναι καλά ορισμένη.

Τη μέση ενέργεια SIE οριζόμενη από τη σχέση:

$$SIE = K \frac{\sum_{\substack{E\min\\Emax}}^{Emax} E_i \times n(E_i)}{\sum_{\substack{Emax\\Emax}}^{Emax} n(E_i)}$$
(3.18)

όπου

όπου

*E<sub>i</sub>* η ενέργεια των φωτονίων Compton που αντιστοιχούν στο κανάλι *i* του πολυκαναλικού αναλυτή

 $n(E_i)$ οι παλμοί από φωτόνια Compton που έχουν καταγραφεί με τη συγκεκριμένη ενέργεια  $E_i$ ,

 $E_{\rm max}$ τη μέγιστη ενέργεια του φάσματος Compton

E<sub>min</sub> η ελάχιστη ενέργεια του φάσματος Compton, η οποία δεν μπορεί να θεωρηθεί θόρυβος χαμηλών ενεργειών στο λαμβανόμενο φάσμα, και

K ένας συντελεστής κανονικοποίησης που επιλέγεται τέτοιος ώστε διαφορετικά φάσματα που συγκρίνονται σε ό,τι αφορά το SIE τους να έχουν την ίδια  $E_{max}$ .

Φάσματα, στα οποία παρατηρείται σβέση, συγκρίνονται με φάσματα των ίδιων ασταθών πυρήνων, στα οποία δεν παρατηρείται σβέση με βάση την ανισότητα:

$$SIEq \leq SIEu$$
 (3.19)

Όσο μεγαλύτερη είναι η διαφορά

$$\left|SIEq - SIEu\right| \ge 0 \tag{3.20}$$

τόσο περισσότερη σβέση υπάρχει και τόσο μικρότερος είναι ο βαθμός απόδοσης.

Για την εφαρμογή της παραμέτρου SIE για την εύρεση του βαθμού απόδοσης μίγματος με σβέση μια ομάδα μιγμάτων με διαφορετικά επίπεδα σβέσης και γνωστή ραδιενέργεια ακτινοβολούνται από την εξωτερική πηγή και συλλέγονται τα αντίστοιχα φάσματα. Κατασκευάζεται μια γραφική παράσταση, η οποία συνδέει την SIE με τον βαθμό απόδοσης. Ο βαθμός απόδοσης στο άγνωστο μίγμα προσδιορίζεται από την SIE του άγνωστου μίγματος και τη χρήση της παράστασης. Η τεχνική είναι ευαίσθητη στα "φαινόμενα τοιχώματος".

#### 3.10.6 Φαινόμενα τοιχώματος

Τα φαινόμενα τοιχώματος είναι σημαντικά για πλαστικά φιαλίδια. Η διάχυση του φωτός στα τοιχώματα των πλαστικών φιαλιδίων συνεισφέρει στο φάσμα Compton. Από αυτήν την άποψη επηρεάζει τις παραμέτρους που συνδέουν το φάσμα Compton με την σβέση στο πλαίσιο της τεχνικής του εξωτερικού προτύπου. Λόγω της διάχυσης το φάσμα Compton παραμορφώνεται στην περιοχή χαμηλών ενεργειών έως 40 keV. Για το λόγο αυτό ο υπολογισμός παραμέτρων όπως η SIE ξεκινάει από μια ενέργεια  $E_{\min}$  ώστε τα φαινόμενα τοιχώματος να αντισταθμίζονται. Στο σχήμα της Εικόνας 3.23 διακρίνεται το μέρος του φάσματος Compton που θεωρείται ευαίσθητο στα φαινόμενα τοιχώματος.



Εικ. 3.23 Φαινόμενα τοιχώματος στο φάσμα Compton (Ανώνυμος, 2022)

## 3.10.7 Παράμετρος Sample Quench External Standard (SQE)

Ως Sample Quench του εξωτερικού προτύπου ορίζεται η ποσότητα  $\log E_{max}$  του φάσματος Compton. Δεν χρησιμοποιείται συνήθως διότι δεν εξαρτάται σημαντικά από τη σβέση. Επιπλέον δεν έχει απόδοση όταν η σβέση είναι οπτική και εξαρτάται σημαντικά από τα "φαινόμενα τοιχώματος".

#### 3.10.8 Παράμετρος Transformed Spectral Index External Standard (TSIE)

Το ισοδύναμο όνομα αυτής της παραμέτρου για άλλους κατασκευαστές είναι SQP. Για τον υπολογισμό αυτής της παραμέτρου το φάσμα του εξωτερικού προτύπου μετασχηματίζεται σε λογαριθμικό ως προς την ενέργεια (δηλαδή τον οριζόντιο άξονα). Ο υπολογισμός της παραμέτρου γίνεται όπως για τη παράμετρο SIE. Η τιμή που λαμβάνεται έτσι ονομάζεται TSIE και αντιπροσωπεύει τη μέση λογαριθμική ενέργεια του φάσματος Compton.

$$TSIE(SQP) = K \frac{\sum_{ch=0}^{ch=\max} \log ch \times n(\log ch)}{\sum_{ch=0}^{ch=\max} n(\log ch)}$$
(3.21)

Σε περίπτωση που υπάρχει ενεργειακή βαθμονόμηση, η σχέση (3.11) διαμορφώνεται στην:

-

$$TSIE(SQP) = K \frac{\sum_{E\min}^{E\max} \log E_i \times n(\log E)}{\sum_{E\min}^{E\max} n(\log E)}$$
(3.22)

Στο σχήμα της Εικόνας 3.24 διακρίνεται ένα λογαριθμισμένο ως προς την ενέργεια *E*, φάσμα -β ακτινοβολίας από ασταθή πυρήνα. Η μέση λογαριθμική ενέργεια του φάσματος SQP(TSIE) αντιπροσωπεύεται από την κατακόρυφη γραμμή. Αξίζει να σημειωθεί ότι η κατακόρυφη γραμμή SQP(TSIE) παρατηρείται στο αριστερό μέρος του λογαριθμισμένου φάσματος, ενώ η κατακόρυφη γραμμή SIS παρατηρείται στο δεξί μέρος του γραμμικού φάσματος.



Εικ. 3.24 Φάσμα ακτινοβολίας - βλογαριθμισμένο ως προς την ενέργεια. Η κατακόρυφη γραμμή αντιπροσωπεύει την παράμετρο SQP (Ανώνυμος, 2022)

Προκύπτει ότι φάσματα, στα οποία παρατηρείται σβέση "q", συγκρίνονται με φάσματα των ίδιων ασταθών πυρήνων, στα οποία δεν παρατηρείται σβέση "u" με βάση την ανισότητα:

$$TSIE(SQP)q \le TSIE(SQP)u \tag{3.23}$$

Όσο μεγαλύτερη είναι η διαφορά

$$\left| TSIE(SQP)q - TSIE(SQP)u \right| \ge 0 \tag{3.24}$$

τόσο περισσότερη σβέση υπάρχει και τόσο μικρότερος είναι ο βαθμός απόδοσης. Για τον μειωμένο βαθμό απόδοσης θα πρέπει, σε τέτοιες περιπτώσεις, να υπολογισθεί ο κατάλληλος συντελεστής διόρθωσης.

Για την εφαρμογή της παραμέτρου TSIE για την εύρεση του βαθμού απόδοσης μίγματος με σβέση μια ομάδα μιγμάτων με διαφορετικά επίπεδα σβέσης και γνωστή ραδιενέργεια ακτινοβολούνται από την εξωτερική πηγή και συλλέγονται τα αντίστοιχα φάσματα. Κατασκευάζεται μια γραφική παράσταση, η οποία συνδέει την TSIE με τον βαθμό απόδοσης. Ο βαθμός απόδοσης στο άγνωστο μίγμα προσδιορίζεται από την TSIE του άγνωστου μίγματος και τη χρήση της παράστασης. Η τεχνική, λόγω της λογαρίθμισης δεν είναι ευαίσθητη στην οπτική σβέση, στα φαινόμενα τοιχώματος και στην επίδραση του όγκου του μίγματος.

## 3.10.9 Υπολογισμός βαθμού απόδοσης με την TSIE

Η λογική της ενότητας 3.9.3 επαναλαμβάνεται με τον ίδιο τρόπο για την παράμετρο TSIE. Σημειώνεται εδώ ότι για την εφαρμογή των σχέσεων (3.21) και (3.22) μπορεί γενικά να λαμβάνεται υπόψη ότι οι πολυκαναλικοί αναλυτές στις συσκευές υγρού σπινθηρισμού είναι είτε 2048, είτε 1024 καναλιών. Στην πρώτη περίπτωση, στο κανάλι "0" συνήθως αντιστοιχεί η ενέργεια 0 keV και στο κανάλι 2000 η ενέργεια 2000 keV. Στη δεύτερη περίπτωση, στο κανάλι "0" αντιστοιχεί η ενέργεια 0 keV και στο κανάλι 1000 η ενέργεια 2000 keV. Σε όλες τις περιπτώσεις η σχέση ενεργειακής βαθμονόμησης για -β και -α σωματίδια στον υγρό σπινθηρισμό μπορεί να θεωρείται γραμμική, δηλαδή

$$E = a \times ch \tag{3.25}$$

όπου *a* η κλίση της καμπύλης βαθμονόμησης υπολογιζόμενη ως 1 για πολυκαναλικό αναλυτή 2048 καναλιών και ως 2 για πολυκαναλικό αναλυτή 1024 καναλιών.

#### 3.11 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική efficiency tracing

Με το όνομα ιχνηλάτιση βαθμού απόδοσης (efficiency tracing) εννοούνται περισσότερες από μια τεχνικές. Εδώ παρουσιάζεται μία από αυτές, η οποία εφαρμόζεται μόνο σε συσκευές υγρού σπινθηρισμού, οι οποίες διαθέτουν πολυκαναλικό αναλυτή ή μπορούν να μετρήσουν σε τουλάχιστον τρία ενεργειακά παράθυρα. Στόχος της τεχνικής είναι ο προσδιορισμός του βαθμού απόδοσης για μίγματα που περιέχουν παρόμοια ραδιενέργεια, ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν παρόμοια -β ακτινοβολία και παρόμοια χημική σύσταση ή έστω κοντινό pH. Η τεχνική αυτή είναι ανεξάρτητη από τον βαθμό σβέσης και είναι κατάλληλη για τη μέτρηση ολικής -β ακτινοβολίας. Για την εφαρμογή με πολυκαναλικό αναλυτή συλλέγεται το φάσμα από ένα πρότυπο μίγμα χωρίς σβέση με γνωστούς ασταθείς πυρήνες και με γνωστή ραδιενέργεια. Στη συνέχεια το φάσμα χωρίζεται σε έξι διαδοχικές ενεργειακές περιοχές, π.χ. τις Α, Β, C, D, Ε και F, ή σε τρεις αν δεν υπάρχει πολυκαναλικός αναλυτής και υπάρχουν τρεις διαχωριστές. Με τη βοήθεια των έξι περιοχών διαμορφώνονται οι πιο κάτω ενεργειακές περιοχές: η 1 = A, η 2 = A+B, η 3 = A+B+C, η 4 = A+B+C+D, η 5 = A+B+C+D+E και η 6 = A+B+C+D+E+F. Για κάθε μία από αυτές τις περιοχές αυτές γίνονται μετρήσεις για το σύνολο της ραδιενέργειας του μίγματος και χαράσσεται μια καμπύλη που συνδέει τον αριθμό των παλμών σε κάθε μία ενεργειακή περιοχή. Τα πειραματικά σημεία που συλλέγονται αποτυπώνονται όπως στο σχήμα της Εικόνας 3.25.



Εικ. 3.25 Τεχνική ιχνηλάτισης βαθμού απόδοσης πρότυπου μίγματος - μετρήσεις σε έξι ενεργειακές περιοχές

Η σχέση των πειραματικών σημείων αναμένεται γραμμική και μπορεί να εκτιμάται με τη μέθοδο των ελαχίστων τετραγώνων. Η παραγόμενη ευθεία είναι της μορφής:

$$CPM = aE + b \tag{3.26}$$

χρησιμοποιείται για να εκτιμήσει την ποσότητα CPM στην ενέργεια  $E_{max}$  (=2000 keV). Με αυτό το CPM δηλαδή το CPM<sub>max</sub> ορίζεται ο βαθμός απόδοσης στη τιμή που αντιπροσωπεύει το μίγμα ως σύνολο για το ενεργειακό παράθυρο από E=0 έως  $E=E_{max}$ . Δηλαδή, ο βαθμός απόδοσης (B.A.<sub>max</sub>) προσδιορίζεται ως

$$B.A._{max} = \frac{CPM_{max}}{DPM}$$
(3.27)

Το μίγμα με την άγνωστη ραδιενέργεια αναμένεται λόγω σβέσης να μην έχει τον ίδιο βαθμό απόδοσης με το γνωστό μίγμα στα ενεργειακά παράθυρα που μελετήθηκαν. Παρόλο αυτά πρέπει να έχει τον ίδιο βαθμό απόδοσης για το ενεργειακό παράθυρο από E=0 έως  $E=E_{\rm max}$ . Το σχήμα της Εικόνας 3.26 δείχνει πώς αναμένεται να διαμορφωθούν οι μετρήσεις στις ενεργειακές περιοχές για μίγμα άγνωστης ραδιενέργειας με σβέση σε σχέση με τις μετρήσεις στις ίδιες ενεργειακές περιοχές για το πρότυπο μίγμα.



Εικ. 3.26 Τεχνική ιχνηλάτισης βαθμού απόδοσης μίγματος άγνωστης ραδιενέργειαςμετρήσεις σε έξι ενεργειακές περιοχές

Και εδώ, η σχέση των πειραματικών σημείων αναμένεται γραμμική και μπορεί να εκτιμάται με τη μέθοδο των ελαχίστων τετραγώνων. Η παραγόμενη ευθεία της μορφής:

και χρησιμοποιείται για να εκτιμήσει την ποσότητα CPM<sub>max</sub> στην ενέργεια  $E_{max}$  (=2000 keV). Σύμφωνα με τη σχέση (3.27) τα DPM του αγνώστου μίγματος υπολογίζονται ως

$$DPM = \frac{CPM_{max} (\alpha \gamma \nu \dot{\omega} \sigma \tau o \upsilon \mu \dot{\nu} \gamma \mu \alpha \tau o \varsigma)}{B.A._{max}}$$
(3.29)

Η τεχνική αυτή προϋποθέτει ότι το φάσμα αναφοράς του γνωστού μίγματος έχει αποθηκευτεί και τηρείται ώστε να υπάρχει πάντα διαθέσιμος ο Β.Α.<sub>max</sub>. Η τεχνική είναι ακατάλληλη για ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -α σωματίδια και χρησιμοποιείται για ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -α σωματίδια και χρησιμοποιείται για ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια και φωτόνια χαμηλής ενέργειας. Αν το εξεταζόμενο μίγμα έχει κυρίως Η-3, η τεχνική παρουσιάζει μεγάλα σφάλματα αν τα επίπεδα σβέσης είναι μεγάλα. Επιπλέον η τεχνική είναι ακατάλληλη για ασταθείς πυρήνες οι οποίοι διασπώμενοι ή αποδιεγειρόμενοι εκπέμπουν ηλεκτρόνια χαμηλής ενέργειας ή ακτίνες -x.

#### 3.12 Υπολογισμός ραδιενέργειας με τεχνική zero detection threshold

Με το όνομα ανίχνευση μηδενικού κατωφλίου (zero detection threshold) εννοούνται περισσότερες από μια τεχνικές. Εδώ παρουσιάζεται μία από αυτές. Στην αρχή καθορίζεται το ενεργειακό παράθυρο από  $E=E_{min}$  έως  $E=E_{max}$ , στο οποίο θα γίνει η μέτρηση, το οποίο συνήθως αντιστοιχεί σε κάποιο ασταθή πυρήνα ενδιαφέροντος που εκπέμπει -β σωματίδια. Η τιμή της  $E_{\min}$  μπορεί να είναι και 0 και η τιμή της  $E_{\max}$  μπορεί να είναι και μικρότερη από 2000 keV. Στόχος της τεχνικής είναι ο προσδιορισμός του βαθμού απόδοσης για μίγματα που περιέχουν παρόμοια ραδιενέργεια, τον ίδιο ασταθή πυρήνα ενδιαφέροντος και παρόμοια χημική σύσταση ή έστω κοντινό pH. Με βάση πρότυπο υγρό δείγμα κατασκευάζεται ικανός αριθμός από μίγματα. Το πρώτο από αυτά τα μίγματα περιέχει τη βέλτιστη αναλογία υγρού δείγματος και cocktail. Το δεύτερο περιέχει λιγότερη από τη βέλτιστη αναλογία. Ομοίως το τρίτο, το τέταρτο κ.ο.κ. Το τελευταίο από τα μίγματα υποτίθεται ότι λόγω της χαμηλής αναλογίας δεν παρουσιάζει καθόλου χημική σβέση. Μετρούνται τα CPM όλων των μιγμάτων και χαράσσεται η σχετική καμπύλη, όπως στο σχήμα της Εικόνας 3.21 με τα τετράγωνα σημεία. Το ίδιο πείραμα επαναλαμβάνεται για το άγνωστο υγρό δείγμα, από το οποίο κατασκευάζεται ικανός αριθμός από μίγματα όπως προηγουμένως. Μετρούνται τα CPM όλων των μιγμάτων και χαράσσεται η σχετική καμπύλη, όπως στο σχήμα της Εικόνας 3.27 με τα κυκλικά σημεία.



Εικ. 3.27 Τεχνική ανίχνευσης μηδενικού κατωφλίου

Η σχέση των πειραματικών σημείων για το πρότυπο υγρό δείγμα αναμένεται γραμμική και μπορεί να εκτιμάται με τη μέθοδο των ελαχίστων τετραγώνων. Η παραγόμενη ευθεία για το πρότυπο υγρό δείγμα είναι της μορφής:

$$CPM = a'E + b' \tag{3.30}$$

και χρησιμοποιείται για να εκτιμήσει την ποσότητα CPM<sub>min</sub> στην ενέργεια  $E_{min}$  (=0 keV).

Δηλαδή, ο βαθμός απόδοσης (B.A.min) προσδιορίζεται ως

$$B.A._{min} = \frac{CPM_{min}}{DPM}$$
(3.31)

Η σχέση των πειραματικών σημείων για το άγνωστο υγρό δείγμα αναμένεται ομοίως γραμμική. Η παραγόμενη ευθεία για το άγνωστο υγρό δείγμα είναι της μορφής:

$$CPM = c'E + d' \tag{3.32}$$

Σύμφωνα με τη σχέση (3.31) τα DPM του αγνώστου μίγματος υπολογίζονται ως

$$DPM = \frac{CPM_{min} (\alpha \gamma \nu \dot{\omega} \sigma \tau o \upsilon \mu \dot{\nu} \gamma \mu \alpha \tau o \varsigma)}{B.A._{min}}$$
(3.33)

Είναι προφανές ότι η μέθοδος αυτή δεν μπορεί να λειτουργήσει αν το άγνωστο υγρό δείγμα δεν έχει αρκετά μεγάλη ραδιενέργεια.

#### 3.13 Ειδικότερα για την ποσοτικοποίηση της οπτικής σβέσης

#### 3.13.1 Ο ρόλος των δύο φωτοπολλαπλασιαστών

Για τις μετρήσεις με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού παίζει σημαντικό ρόλο η θέση στην οποία εκπέμπονται τα -β σωματίδια ιδιαίτερα όταν υπάρχει οπτική σβέση. Στο σχήμα της Εικόνας 3.28 δίνεται μια τομή φιαλιδίου, στο οποίο εκπέμπονται -β σωματίδια σε διαφορετικές θέσεις X<sub>1</sub> και X<sub>2</sub> σε σχέση με τους φωτοπολλαπλασιαστές PMT1 και PMT2.



Εικ. 3.28 Επίδραση της θέσεως εκπομπής των -β σωματιδίων στην ανίχνευσή τους (Ανώνυμος, 2022)

Τα φωτόνια που παράγονται από τα σωματίδια -β που εκπέμπονται στην θέση X1, η οποία βρίσκεται στο γεωμετρικό κέντρο της τομής διανύουν την ίδια απόσταση είτε κατευθυνθούν προς τον πρώτο είτε προς τον δεύτερο φωτοπολλαπλασιαστή. Για τα σωματίδια -β που εκπέμπονται στην θέση Χ2, η διαφορά στο ύψος των παλμών που λαμβάνεται από τους δύο διαφορετικούς φωτοπολλαπλασιαστές είναι σχεδόν ανάλογη με την οπτική σβέση του δείγματος, διότι τα παραγόμενα φωτόνια διανύουν διαφορετικές αποστάσεις για να φτάσουν στους φωτοπολλαπλασιαστές και επομένως εξασθενούν διαφορετικά σύμφωνα και με τη σχέση (3.8). Κατά συνέπεια, χωρίς τη χρήση δύο ή περισσότερων φωτοπολλαπλασιαστών σε μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού, η οπτική σβέση δεν μπορεί να ποσοτικοποιείται ικανοποιητικά. Στην Εικόνα 3.29 αποτυπώνεται ένα παλαιότερο σύστημα συσκευής υγρού σπινθηρισμού με δύο φωτοπολλαπλασιαστές, χωρίς πολυκαναλικό αναλυτή, το οποίο βασίζεται σε τρία συστήματα διαχωριστών, ώστε το φάσμα της ακτινοβολίας να χωρίζεται σε τρεις ενεργειακές περιοχές Α, Β και C. Σε αυτό το σύστημα μετά την ανίχνευση παλμών που συμπίπτουν (coincidence), γίνεται άθροιση των παλμών αυτών στο σύστημα άθροισης (summing circuit) και το συνιστάμενο αναλογικό σήμα (analog signal) οδηγείται μέσω πύλης (gate) προς ενίσχυση σε ενισχυτή (amplifier).



Εικ. 3.29 Σύνθεση συστήματος συσκευής υγρού σπινθηρισμού με βάση την παλαιότερη τεχνολογία τριών διαχωριστών (Ανώνυμος, 2022)

Το ενισχυμένο σήμα τάσης οδηγείται σε τρεις διαφορετικούς διαχωριστές: τον διαχωριστή A (PHA-A, pulse height analyzer A), τον διαχωριστή B και τον διαχωριστή C. Κάθε σήμα τάσης που εμπίπτει μεταξύ κατωφλίου και παραθύρου ενός από τους διαχωριστές οδηγείται στον αντίστοιχο καταμετρητή (scalar).

Στην Εικόνα 3.30 αποτυπώνεται ένα σύγχρονο σύστημα συσκευής υγρού σπινθηρισμού με δύο φωτοπολλαπλασιαστές, με πολυκαναλικούς αναλυτές (έναν για κάθε φωτοπολλαπλασιαστή, τον Card 1 και τον Card 2). Σε αυτό το σύστημα μετά την ανίχνευση παλμών που συμπίπτουν (coincidence), γίνεται άθροιση των παλμών αυτών στο σύστημα άθροισης (summing circuit) και το συνιστάμενο αναλογικό σήμα (analog signal) οδηγείται μέσω πύλης (gate) προς ενίσχυση σε ενισχυτή (amplifier).



Εικ. 3.30 Σύνθεση συστήματος συσκευής υγρού σπινθηρισμού με βάση την τεχνολογία πολυκαναλικών αναλυτών (Ανώνυμος, 2022)

Το ενισχυμένο σήμα καταγράφεται μέσω αναλογοψηφιακών μετατροπέων (ADC) σε πολυκαναλικούς αναλυτές (MCA) με ικανό αριθμό καναλιών ώστε η ενεργειακή ανάλυση του φάσματος της ακτινοβολίας να είναι λεπτομερής. Το φάσμα της ακτινοβολίας συλλέγεται σε ηλεκτρονικό υπολογιστή (PC), στον οποίο γίνεται και η ανάλυσή του (spectrum analysis). Οι περισσότερες συσκευές υγρού σπινθηρισμού έχουν όπως έχει ήδη σημειωθεί τουλάχιστον δύο φωτοπολλαπλασιαστές. Υπάρχουν εμπορικά διαθέσιμες και συσκευές οι οποίες έχουν περισσότερους από δύο φωτοπολλαπλασιαστές, δηλαδή τρεις, τέσσερεις ή πέντε. Η ύπαρξη δύο φωτοπολλαπλασιαστών βελτιώνει την απόδοση των συσκευών με τη τεχνική της σύμπτωσης και της άθροισης των παλμών. Έτσι εξασφαλίζεται ότι η έξοδος παλμών της συσκευής βασίζεται σε όλα τα φωτόνια και ότι εξισορροπούνται όσο το δυνατόν φαινόμενα εξασθένησης φωτός που παρατηρούνται λόγω εκπομπής των φωτονίων σε διαφορετικές θέσεις. Στο σχήμα της Εικόνας 3.31 δίνεται για λόγους κατανόησης ένα φάσμα -β ακτινοβολίας που συλλέχθηκε από δύο φωτοπολλαπλασιαστές με άθροιση (summation) σε σύγκριση με ένα φάσμα της ίδιας -β ακτινοβολίας που συλλέχθηκε από ένα φωτοπολλαπλασιαστή (no summation).



Εικ. 3.31 Σύγκριση φάσματος -β ακτινοβολίας με ένα και δύο φωτοπολλαπλασιαστές (Ανώνυμος, 2022).

#### 3.13.2 Παράμετρος SIS και οπτική σβέση

Με τη βοήθεια των φασμάτων -β ακτινοβολίας που συλλέγονται στους δύο φωτοπολλαπλασιαστές μπορεί να κατασκευαστεί μια γραφική παράσταση, η οποία να συνδέει την SIS δείγματος χωρίς οπτική σβέση, όπως προκύπτει και από τους δύο φωτοπολλαπλασιαστές, η οποία συμβολίζεται με SIS<sub>s</sub>, και ορίζεται ως

$$SIS_s = SIS_{s1} + SIS_{s2} \tag{3.34}$$

με την SIS<sub>d</sub>, αντίστοιχου δείγματος με οπτική σβέση, η οποία προκύπτει από κάθε φωτοπολλαπλασιαστή χωριστά με βάση τη σχέση:

$$SIS_d = SIS_s + \left| SIS_{d1} - SIS_{d2} \right| \tag{3.35}$$

όπου SIS<sub>d1</sub> η SIS από τον πρώτο φωτοπολλαπλασιαστή και SIS<sub>d2</sub> η SIS από τον δεύτερο φωτοπολλαπλασιαστή.

Είναι φανερό ότι όταν δεν υπάρχει οπτική σβέση  $SIS_{d1} = SIS_{d2}$ , επομένως  $SIS_s = SIS_d$ .

Στη γραφική παράσταση της Εικόνας 3.32 δίνονται τυπικές καμπύλες SIS<sub>d</sub> σε συνάρτηση με την SIS<sub>s</sub>.



Εικ. 3.32 Παράμετρος SIS<sub>d</sub> ως συνάρτηση της παραμέτρου SIS<sub>s</sub> (Ανώνυμος, 2022)

Για την παραγωγή τέτοιων γραφικών παραστάσεων χρησιμοποιούνται δύο μίγματα ίδιου όγκου με παρόμοια ραδιενέργεια, παρόμοιους ασταθείς πυρήνες και παρόμοια χημική σύνθεση. Το ένα από αυτά παρουσιάζει μόνο χημική σβέση (chemical quench) ή καθόλου σβέση ενώ το άλλο παρουσιάζει και οπτική σβέση (color quench). Από τη μέτρηση του μίγματος με χημική ή καθόλου σβέση προκύπτει η ευθεία γραμμή της γραφικής παράστασης. Η ευθεία δηλώνει φυσικά ότι  $SIS_s = SIS_d$ . Από τη μέτρηση του μίγματος με οπτική σβέση προκύπτει η καμπύλη γραφική παράσταση. Η καμπύλη αυτή για μικρές τιμές του SISs (δηλαδή για μικρές ενέργειες φωτονίων) παραμένει ευθεία, διότι φωτόνια που παράγονται στην περιφέρεια του φιαλιδίου ανιχνεύονται από τους φωτοπολλαπλασιαστές με τον ίδιο τρόπο. Επίσης, η καμπύλη αυτή για μεγάλες τιμές του SIS<sub>s</sub> (δηλαδή για μεγάλες ενέργειες φωτονίων) παραμένει και πάλι ευθεία. Αυτό συμβαίνει διότι φωτόνια μεγάλης ενέργειας που παράγονται οπουδήποτε στο φιαλίδιο ανιχνεύονται από τους φωτοπολλαπλασιαστές με τον ίδιο τρόπο διότι τα φωτόνια μεγάλης ενέργειας δεν επηρεάζονται από την οπτική σβέση. Επομένως η καμπύλη γραφική παράσταση  $SIS_d = f(SIS_s)$  σχηματίζεται για φωτόνια μέτριας ενέργειας, τα οποία παράγονται περί το γεωμετρικό κέντρο του φιαλιδίου. Φωτόνια μικρής ενέργειας που παράγονται περί το γεωμετρικό κέντρο του φιαλιδίου δεν φτάνουν να μετρηθούν στους φωτοπολλαπλασιαστές.

Για την εκτίμηση της οπτικής σβέσης αγνώστου δείγματος (') υπολογίζεται από τη γραφική παράσταση το πηλίκο:

$$F = \frac{SIS_d}{SIS_s}$$
(3.36)

Γίνεται δεκτό ότι το άγνωστο δείγμα θα παρουσιάζει περίπου το ίδιο *F*. Επιπλέον για το άγνωστο δείγμα μπορεί να υπολογίζεται μόνο η τιμή SIS'<sub>d</sub>. Με τη βοήθεια της *F* μπορεί να υπολογίζεται και η τιμή SIS'<sub>s</sub>. Από τη στιγμή που έχει προσδιοριστεί η τιμή SIS'<sub>s</sub> το πρόβλημα του προσδιορισμού του βαθμού απόδοσης άγνωστου δείγματος με οπτική σβέση έχει μεταπέσει σε πρόβλημα προσδιορισμού του βαθμού απόδοσης άγνωστου δείγματος μόνο με χημική ή καθόλου σβέση όπως έχει ήδη αναλυθεί.

Η τεχνική αυτή έχει μεγάλο σφάλμα σε δύο περιπτώσεις: όταν η ποσότητα SIS<sub>s</sub> είναι μικρή και όταν η χημική και οπτική σβέση του άγνωστου δείγματος δεν είναι κοντά στην χημική και οπτική σβέση του γνωστού δείγματος.

#### 3.14 Σχόλια και συμπεράσματα

Στο Κεφάλαιο 3 δόθηκαν συστάσεις σχετικά με την επιλογή του κατάλληλου υγρού σπινθηριστή από τους εμπορικά διαθέσιμους, ανάλογα με το αν το προς μέτρηση υγρό δείγμα είναι ανόργανο ή οργανικό. Δόθηκε επίσης η συνηθέστερη συνταγή σχετικά με τη βέλτιστη αναλογία ανάμειξης δείγματος και υγρού σπινθηριστή. Επιπλέον αναλύθηκαν συνοπτικά οι μέθοδοι του zero crossing, των φίλτρων RC Low Pass και των σημάτων τάσης TTL σε συνδυασμό με λογικές πύλες, για τον διαγωρισμό των -α και -β σωματιδίων. Αναλύθηκε πώς προκύπτει η απόδοση του σπινθηρισμού και ορίστηκε και επεξηγήθηκε το φαινόμενο της σβέσης όπως διαχωρίζεται σε οπτική και χημική. Έπειτα παρουσιάστηκαν μέθοδοι για την ποσοτικοποίηση της σβέσης με κατάλληλες παραμέτρους καθώς και πώς αυτές μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την διόρθωση του βαθμού απόδοσης ενός δείγματος που μετράται και αποδεδειγμένα παρουσιάζει σβέση. Τέλος επισημάνθηκαν οι αυξημένες δυνατότητες των σπινθηρισμού διαθέτουν συσκευών υγρού που δύο ή και περισσότερους φωτοπολλαπλασιαστές, έναντι των συσκευών που διαθέτουν έναν.

# ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4

# ΠΡΟΒΛΗΜΑΤΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ ΥΓΡΟΥ ΣΠΙΝΘΗΡΙΣΜΟΥ

# 4.1 Εισαγωγή

Στο Κεφάλαιο 3, παρουσιάστηκαν τα κύρια σημεία για την τεχνική εφαρμογή της μεθόδου υγρού σπινθηρισμού, με αναφορές όχι μόνο στις μεθόδους διαχωρισμού των -α και -β σωματιδίων κατά την ταυτόχρονη ανίχνευσή τους αλλά και στην έννοια της σβέσης και την επίδρασή της στον βαθμό απόδοσης. Στο Κεφάλαιο 4 αναφέρονται τα κύρια προβλήματα που συναντώνται κατά την εφαρμογή της μεθόδου. Πιο συγκεκριμένα, γίνονται σχόλια για την επίδραση του όγκου και της ομοιογένειας του μίγματος. Παρουσιάζεται το φαινόμενο της φωταύγειας και οι διάφορες αιτίες της. Σχολιάζονται επιπλέον φαινόμενα που επηρεάζουν το υπόστρωμα και η επίδραση του στατικού ηλεκτρισμού. Τέλος, γίνεται μια εισαγωγή στην ταυτόχρονη μέτρηση πολλαπλών ισοτόπων και στα προβλήματά της. Δίνεται επίσης και ένας κατάλογος για τη διάγνωση συνήθων προβλημάτων και την εφαρμογή αντίστοιχων πιθανών λύσεων.

# 4.2 Επίδραση όγκου μίγματος

Η μέγιστη απόδοση του φωτοπολλαπλασιαστή επιτυγχάνεται αν η αλληλεπίδραση των φωτονίων του μίγματος γίνει στο κέντρο της φωτοκαθόδου (PMT Cathode). Η απόδοση μειώνεται με την απόσταση από το κέντρο σύμφωνα με το σχήμα της Εικόνας 4.1.



Εικ. 4.1 Απόδοση της φωτοκαθόδου του φωτοπολλαπλασιαστή ανάλογα με τη θέση εκπομπής φωτονίων από το μίγμα (Ανώνυμος, 2022)

Επομένως η απόδοση της ανίχνευσης στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού ποικίλει με τον όγκο του μίγματος και είναι χαμηλή αν ο όγκος είναι μικρός. Η παράμετρος SIS σε αυτή τη περίπτωση επηρεάζεται με παρόμοιο τρόπο σαν να υπάρχει σβέση. Επομένως χρειάζεται μια

τεχνική προσδιορισμού του βαθμού απόδοσης συναρτήσει του όγκου. Για το σκοπό αυτό κατασκευάζεται συνήθως ένα γράφημα που συνδέει το βαθμό απόδοσης με τον όγκο του μίγματος. Στο σχήμα της Εικόνας 4.2 φαίνεται μία τέτοια γραφική παράσταση. Ο μικρός όγκος μίγματος επιδρά αρνητικά και στις τεχνικές που βασίζονται στο εξωτερικό πρότυπο. Το φάσμα Compton θα αλλοιωθεί διότι τα φωτόνια χαμηλής ενέργειας θα συνεισφέρουν σε αυτό περισσότερα από τα φωτόνια υψηλής ενέργειας διότι μικρότερος όγκος μίγματος συνεπάγεται ότι τα φωτόνια υψηλής ενέργειας διότι μικρότερος όγκος μίγματος συνεπάγεται ότι τα φωτόνια υψηλών ενεργειών θα διαπεράσουν το μίγμα χωρίς να αλληλεπιδράσουν με αυτό. Η θέση της αιχμής Compton δεν επηρεάζεται από αυτή τη κατάσταση αλλά επηρεάζεται η μέση ενέργεια του φάσματος Compton και επομένως επηρεάζεται η παράμετρος SIE. Η επίδραση στην παράμετρο TSIE δεν είναι σημαντική λόγω της λογαριθμικής της φύσης.





## 4.3 Επίδραση ομοιογένειας μίγματος

Στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού υποτίθεται πάντα ότι το υγρό ραδιενεργό δείγμα είναι ομοιογενώς διαλυμένο στο cocktail και ότι όλες οι παράμετροι υπολογίζονται για τέτοια ομοιογενή μίγματα. Υπάρχουν βέβαια περιπτώσεις, στις οποίες αυτή η παραδοχή δεν ισχύει. Για παράδειγμα, όταν μετρώνται φύλλα χαρτιού (π.χ. από φίλτρα) στην επιφάνεια των οποίων υπάρχουν ραδιενεργοί πυρήνες ή όταν το ραδιενεργό δείγμα δεν μπορεί να διαλυθεί στο cocktail. Στις περιπτώσεις αυτές ο βαθμός απόδοσης επηρεάζεται από την απορρόφηση του φωτός στο χαρτί ή στο αδιάλυτο δείγμα. Προφανώς ο βαθμός απόδοσης του ομογενώς διαλυμένου δείγματος. Επομένως η μέτρηση ανομοιογενών μιγμάτων πρέπει να αποφεύγεται. Αν δεν μπορεί να γίνει αλλιώς, ο βαθμός απόδοσης του ανομοιογενούς μίγματος προσδιορίζεται σαν να υπάρχει χημική σβέση με τη βοήθεια της παραμέτρου TSIE καθώς και

της μέγιστης ενέργειας του συλλεγόμενου φάσματος -β ακτινοβολίας (spectrum end point ή SEP).

### 4.4 Επίδραση φωταύγειας χημικής αιτιολογίας

Σε αρκετές περιπτώσεις υπάρχει παραγωγή φωτός στο μίγμα που είναι αποτέλεσμα χημικής αντιδράσεως μεταξύ των συστατικών του. Τα φωτόνια αυτά συλλέγονται στο φάσμα σαν να είναι -β ακτινοβολία H-3. Αν ο ρυθμός παραγωγής φωτονίων από φωταύγεια χημικής αιτιολογίας (chemiluminescence) είναι μικρός τότε το κύκλωμα σύμπτωσης των δύο φωτοπολλαπλασιαστών μπορεί να τον αποκλείσει. Επιπλέον θεωρείται ότι η παραγωγή τέτοιου είδους φωτονίων σταματάει όταν εξαντληθεί το δυναμικό της χημικής αντίδρασης που τα προκαλεί. Συνήθως ο συντελεστής K τέτοιων αντιδράσεων είναι μεγάλος, οπότε ο χρόνος που χρειάζεται για να πάψει το φαινόμενο δεν ξεπερνάει τα 10-15 min. Αν το φαινόμενο παραμείνει τότε έχει εκφυλιστεί σε μικρό ρυθμό παραγωγής φωτονίων, ο οποίος μπορεί να αντιμετωπιστεί από το κύκλωμα σύμπτωσης. Ο τρόπος αντιμετώπισης είναι ο παρακάτω. Αν είναι  $L_c$  ο ρυθμός παραγωγής φωτονίων σε CPM από αυτή τη φωταύγεια, τότε

$$L_c = \frac{\left(C_1 + C_2\right) \times 2t}{60 \text{ sec}} \tag{4.1}$$

όπου

 $C_i$ είναι ο ρυθμός ανίχνευσης (σε CPM) όλων των φωτονίων στον φωτοπολλαπλασιαστή i (i=1,2) και

*t* είναι το χρονικό παράθυρο σύμπτωσης (coincidence window σε sec), στο οποίο αν φτάσουν δύο διαφορετικοί παλμοί από φωτόνια θεωρούνται ότι συνέπεσαν.

Για να εκτιμηθεί η τάξη μεγέθους του φαινομένου ας υποτεθεί ότι  $C_1 + C_2 = 10^5$  CPM και ότι t = 20 ns. Για τις τιμές αυτές προκύπτει ότι το φαινόμενο αποδίδεται ως  $6.7 \times 10^{-4}$  CPM. Η ποσότητα αυτή είναι προφανώς αμελητέα. Στις περιπτώσεις που η ποσότητα δεν είναι αμελητέα, το σχετικό κύκλωμα σύμπτωσης εργάζεται σύμφωνα με το σχήμα της Εικόνας 4.3.



Εικ. 4.3 Αντιμετώπιση της φωταύγειας χημικής αιτιολογίας με τη βοήθεια κυκλώματος σύμπτωσης δύο φωτοπολλαπλασιαστών (Ανώνυμος, 2022)

Τα φωτόνια φωταύγειας λόγω χημικής αιτιολογίας ανιχνεύονται στους φωτοπολλαπλασιαστές PMT-1 και PMT-2 διαφορετικές χρονικές στιγμές διότι σε αντίθεση με τα φωτόνια που παράγονται λόγω σπινθηρισμού είναι μοναδικά και σπανίως βρίσκονται στο κέντρο του δείγματος. Τα φωτόνια αυτά δεν συγχέονται με τα φωτόνια λόγω σπινθηρισμού διότι ανιχνεύονται πρακτικά ταυτόχρονα αυτά και στους δύο φωτοπολλαπλασιαστές. Με την υπόθεση ότι τα φωτόνια από φωταύγεια χημικής αιτιολογίας ανιχνεύονται στους δύο φωτοπολλαπλασιαστές σε διαφορετικό χρόνο >= του 2t, το κύκλωμα σύμπτωσης μπορεί να τα καταγράψει ως διαφορετικά από τα φωτόνια του σπινθηρισμού. Τα καταγεγραμμένα φωτόνια λόγω φωταύγειας αφαιρούνται από τα συνολικά φωτόνια του σπινθηρισμού. Επίσης μπορούν να αφαιρεθούν και σε επίπεδο φάσματος.

# 4.5 Επίδραση άλλης φωταύγειας

Φωταύγεια παράγεται στο υγρό μίγμα την ώρα της μέτρησης και από δύο άλλες αιτίες: λόγω θερμοκρασίας του χώρου ή λόγω έκθεσης του υγρού μίγματος στο φως του περιβάλλοντος. Η φωταύγεια που οφείλεται θερμοκρασία ονομάζεται θερμοφωταύγεια στην (thermoluminescence). Το υγρό μίγμα λόγω της θερμοκρασίας του χώρου αποθηκεύει ενέργεια την οποία αποδίδει αργότερα κατά τη μέτρηση ιδιαίτερα αν η θερμοκρασία στο χώρο μέτρησης είναι αυξημένη. Για την αποφυγή της θερμοφωταύγειας χρειάζεται το υγρό μίγμα πριν τη μέτρηση να είναι σε γαμηλή θερμοκρασία και επίσης στο χώρο της μέτρησης δίπλα στο φωτοπολλαπλασιαστή η θερμοκρασία να είναι εξίσου χαμηλή. Για αυτό το λόγο πολλές συσκευές υγρού σπινθηρισμού κλιματίζουν κατάλληλα τον χώρο μέτρησης με μικρή κλιματιστική μονάδα, η οποία ασφαλώς προσθέτει στο κόστος της συσκευής. Αν η συσκευή υγρού σπινθηρισμού δεν διαθέτει κλιματιστική μονάδα στο χώρο μέτρησης, αρκεί ο ευρύτερος χώρος, στον οποίο βρίσκεται η συσκευή και φυλάσσονται τα μίγματα να διατηρείται σε σταθερή και χαμηλή θερμοκρασία (στην περιοχή των 22 °C) με τη βοήθεια κλιματιστικής συσκευής χώρου. Αν δεν υπάρχει δυνατότητα κλιματιστικής συσκευής χώρου αρκεί σε κάθε περίπτωση η θερμοκρασία του ευρύτερου χώρου που βρίσκεται η συσκευή να διατηρείται σταθερή.

Η φωταύγεια που οφείλεται στο φως του περιβάλλοντος εξηγείται από την αποθήκευση ενέργειας που γίνεται στο υγρό μίγμα από το φως του περιβάλλοντος, η οποία απελευθερώνεται ως φωταύγεια την ώρα της μέτρησης. Υπενθυμίζεται ότι η μέτρηση με τον υγρό σπινθηρισμό γίνεται στο απόλυτο σκοτάδι. Για να αποφευχθεί αυτού του είδους φωταύγεια, πριν μετρηθεί το υγρό μίγμα αφήνεται στο σκοτάδι μερικά λεπτά (π.χ. 10-15). Στο χρονικό αυτό διάστημα εξαντλείται η φωταύγεια που οφείλεται στο φως του περιβάλλοντος. Η διαδικασία έχει το αγγλικό όνομα dark adapt.

# 4.6 Επίδραση στατικού ηλεκτρισμού

Στα υγρά μίγματα είναι δυνατόν να παράγονται ηλεκτροστατικά φορτία λόγω τριβών ή πιέσεων μεταξύ διαφορετικών υλικών ή λόγω τριβών με τα τοιχώματα των φιαλιδίων. Η εκκένωση του στατικού ηλεκτρισμού οδηγεί σε εκπομπή φωτονίων παρόμοιων με αυτά του υγρού σπινθηρισμού. Το φαινόμενο αυτό καταπολεμάται ως εξής: 1) Με τη βοήθεια των κυκλωμάτων σύμπτωσης των φωτοπολλαπλασιαστών, 2) Επειδή τα φωτόνια αυτά είναι μικρής ενέργειας, με τη βοήθεια κατωφλίου ύψους τάσης παλμού, 3) Με τη βοήθεια ηλεκτρικού πεδίου που αναπτύσσεται από τη συσκευή υγρού σπινθηρισμού στο χώρο μέτρησης, 4) Με πλαστικά φιαλίδια τα οποία είναι ελαφρώς αγώγιμα, οπότε τα ηλεκτροστατικά φορτία οδηγούνται στη "γείωση", 5) Με την έκθεση του φιαλιδίου σε μια πηγή -α σωματιδίων. Τα -α σωματίδια όντας θετικά φορτισμένα αλληλεπιδρούν με τυχόν ηλεκτροστατικά φορτία και τα εξουδετερώνουν.

## 4.7 Επίδραση τυχαίου θορύβου στο υπόστρωμα

Κατά τη μέτρηση στη συσκευή υγρού σπινθηρισμού καταγράφονται παλμοί υποστρώματος, οι οποίοι συμμετέχουν στο φάσμα και οφείλονται, όπως αναφέρθηκε και στο Κεφάλαιο 2, σε ηλεκτρονικό θόρυβο (τυχαίο θόρυβο - random noise) που δημιουργείται εντός της συσκευής. Υπάρχει όμως και ηλεκτρονικός θόρυβος (τυχαίος) που δημιουργείται εκτός συσκευής όπως είναι για παράδειγμα ο θόρυβος από την ηλεκτρική γραμμή τροφοδοσίας της συσκευής και τη χρήση διακοπτών ισχύος κοντά στη συσκευή και ο θόρυβος λόγω ραδιοσυχνοτήτων από ηλεκτροκινητήρες, λαμπτήρες φθορισμού κλπ. Εξαιτίας του τυχαίου θορύβου γενικά το φάσμα του υγρού σπινθηρισμού μπορεί να παρουσιάζει μια επιπλέον κορυφή (extra peak) στην περιοχή χαμηλών ενεργειών όπως διακρίνεται στο σχήμα της Εικόνας 4.4.



Εικ. 4.4 Τυχαίος ηλεκτρονικός θόρυβος στο φάσμα -β ακτινοβολίας (Ανώνυμος, 2022)

Για την αντιμετώπιση του τυχαίου ηλεκτρονικού θορύβου από αιτίες εκτός συσκευής διατίθενται κατάλληλα ψηφιακά φίλτρα εξομάλυνσης (spectra smoothing filters). Επιπλέον η συσκευή είναι καλύτερο να τροφοδοτείται με ισχύ μέσω κυκλώματος εξομάλυνσης τάσεως ή από κατάλληλο UPS (uninterruptible power supply) καλής ποιότητας.

# 4.8 Προχωρημένη ανίχνευση υποστρώματος

Δεδομένου ότι σε μια συσκευή υγρού σπινθηρισμού επιδιώκεται τόσο η ανίχνευση -β σωματιδίων όσο και η ανίχνευση -α σωματιδίων, πρέπει να επιτυγχάνεται διαχωρισμός του υποστρώματος -β ακτινοβολίας από το υπόστρωμα -α ακτινοβολίας διότι δεν πρέπει να συγχέονται. Για το σκοπό αυτό χρησιμοποιείται, όπως και για τη διάκριση παλμών φωτός που οφείλονται σε -α ή σε -β σωματίδια το λεγόμενο τρισδιάστατο φάσμα. Ως τρισδιάστατο φάσμα ορίζεται αυτό το οποίο δεν εξαρτάται μόνο από την ενέργεια και το πλήθος των γεγονότων αλλά και από το χρονικό διάστημα στο οποίο εξελίσσεται κάθε μεμονωμένο γεγονός. Υπενθυμίζεται ότι τα -α σωματίδια παράγουν παλμούς φωτονίων που αποσβένονται με καθυστέρηση στο πεδίο του χρόνου σε σχέση με αυτούς των -β σωματιδίων. Αντίστοιχα το υπόστρωμα μπορεί να παρουσιάζει μια ακαριαία συνιστώσα καθώς επίσης και καθυστερημένες συνιστώσες. Η ακαριαία συνιστώσα, αποτελούμενη από λίγους παλμούς που απέχουν λίγο στο πεδίο του χρόνου, έχει χρονικό πλάτος περίπου 2 ns ενώ η καθυστερημένη συνιστώσα, αποτελούμενη από πολλούς παλμούς που απέχουν αρκετά στο πεδίο του χρόνου, μπορεί να φτάνει έως και τα 900 ns, όπως στο σχήμα της Εικόνας 4.5.



Εικ. 4.5 Ακαριαία και καθυστερημένη συνιστώσα του υποστρώματος (Ανώνυμος, 2022)

Η καθυστερημένη συνιστώσα του υποστρώματος αποτελείται συνήθως από παλμούς τάσεως στο πεδίο του χρόνου, οι οποίοι ακολουθούν την ακαριαία συνιστώσα μέχρι και 5 μs μετά. Το πλήθος των παλμών αυτών ποικίλει ανάλογα με το είδος του υποστρώματος. Για την μέτρηση αυτών των παλμών χρησιμοποιείται η παράμετρος Pulse Index. Μια απεικόνιση των παλμών που ακολουθούν την ακαριαία συνιστώσα στο πεδίο του χρόνου δίνεται στην Εικόνα 4.6.





Η παράμετρος Pulse Index αθροίζει τους παλμούς του υποστρώματος που παρατηρούνται σε συγκεκριμένα χρονικά διαστήματα, τα οποία ορίζονται σε σχέση με το σημείο που ξεκίνησε η ακαριαία συνιστώσα. Μετά την ανάλυση της ακαριαίας και της καθυστερημένης συνιστώσας του υποστρώματος στο πεδίο του χρόνου με τη βοήθεια της παραμέτρου Pulse Index παράγεται ένα διάγραμμα παλμών όπως αυτό της Εικόνας 4.7, το οποίο μας δίνει πληροφορίες για το πλήθος και την ενέργεια γεγονότων σε διαφορετικά χρονικά διαστήματα της παραμέτρου Pulse Index.



Εικ. 4.7 Πλήθος και ενέργεια γεγονότων υποστρώματος σε διαφορετικά χρονικά διαστήματα της παραμέτρου Pulse Index, η υψηλότερη κορυφή αφορά ασφαλώς την ακαριαία συνιστώσα του υποστρώματος (Ανώνυμος, 2022)

Σε περίπτωση που δεν διευκολύνεται η τρισδιάστατη ανάλυση φάσματος χρησιμοποιείται μια άλλη τεχνική η οποία λέγεται ολοκλήρωση με χρονικές πύλες (gated integration). Κατά τη μέθοδο αυτή το σήμα παλμών από το φωτοπολλαπλασιαστή χωρίζεται σε δύο τμήματα. Το πρώτο από τη χρονική στιγμή μηδέν έως τη χρονική στιγμή  $t_1$  αφορά στους παλμούς της ακαριαίας συνιστώσας ενώ το δεύτερο από τη χρονική στιγμή  $t_1$  έως τη χρονική στιγμή  $t_2$  αφορά στους παλμούς της καθυστερημένης συνιστώσας. Οι παλμοί της καθυστερημένης συνιστώσας αθροίζονται μεταξύ των χρονικών στιγμής  $t_1$  και  $t_2$  (ολοκλήρωση του σήματος – integration interval  $t_1$  του  $t_2$ ) με τη βοήθεια ενός κυκλώματος ολοκλήρωσης με χρονικές πύλες. Το ολοκληρωμένο σήμα συγκρίνεται ως προς το ύψος του, με τη βοήθεια μίας τιμής κατωφλίου (threshold), με το σήμα από την ακαριαία συνιστώσα και αν είναι του ίδιου ή μεγαλύτερου ύψους το υπόστρωμα θεωρείται ότι οφείλεται σε -β σωματίδια. Διαφορετικά οφείλεται σε -α σωματίδια. Η σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου φαίνεται στην Εικόνα 4.8.



Εικ. 4.8 Σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου gated integration για τη προχωρημένη ανίχνευση του υποστρώματος (Ανώνυμος, 2022)

## 4.9 Επιδράσεις στη μέτρηση Cherenkov

Η επίδραση της χημικής σβέσης στις μετρήσεις Cherenkov δεν είναι σημαντική. Παρατηρείται βέβαια επίδραση λόγω οπτικής σβέσης καθώς και επίδραση του όγκου του υγρού μίγματος αλλά αυτές μπορούν να αντιμετωπιστούν με τις τεχνικές που εφαρμόζονται για την ανάλυση των φασμάτων -β ακτινοβολίας με τη χρήση των διαφόρων παραμέτρων ποσοτικοποίησης της σβέσης, όπως SIS, SIE κλπ. Ο βαθμός απόδοσης της μεθόδου μπορεί να αυξηθεί με την προσθήκη ενός δευτερεύοντος φθοριστή ώστε το παραγόμενο φως να αποκτήσει χαμηλότερη συχνότητα, ευκολότερα ανιχνεύσιμη από τους φωτοπολλαπλασιαστές.

#### **4.10** Ανάλυση τύπου multi-label counting

Στη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού ορίζεται ως multi-label counting η μέτρηση μιγμάτων που περιέχουν περισσότερα από ένα είδους ασταθών πυρήνων, οι οποίοι εκπέμπουν -β σωματίδια σε ικανοποιητικά διαφορετικές μέγιστες ενέργειες ( $E_{max}$ ). Σκοπός του multi-label counting είναι να προσδιορίσει τους παλμούς που οφείλονται στους διαφορετικούς πυρήνες. Αν οι μέγιστες ενέργειες των εκπεμπόμενων -β σωματιδίων δεν είναι ικανοποιητικά διαφορετικές τότε δεν μπορεί να πραγματοποιηθεί multi-label counting. Ένα χαρακτηριστικό μίγμα που περιέχει τέτοιους ασταθείς πυρήνες είναι το μίγμα H-3 ( $E_{max} = 18.6$  keV) και C-14 ( $E_{max} = 156$  keV). Στην Εικόνα 4.9 παρουσιάζεται το φάσμα (μαύρη συνεχής γραμμή) από ένα τέτοιο μίγμα ως σύνθεση (convolution) φασμάτων -β ακτινοβολίας H-3 (διακοπτόμενη γραμμή με μεγάλες παύλες) και C-14 (διακοπτόμενη γραμμή με μικρές παύλες).



Εικ 4.9 Φάσμα υγρού σπινθηρισμού από μίγμα που περιέχει H-3 και C-14 (Ανώνυμος, 2022). Στην περίπτωση τέτοιου φάσματος υπολογίζεται η ποσότητα CPM<sub>T</sub> (=παλμοί φωτός ανά λεπτό) και η παράμετρος SIS<sub>T</sub> για το σύνολο του φάσματος. Επίσης εκτιμάται από μετρήσεις βαθμονόμησης η παράμετρος SIS<sub>H</sub> για το H-3 και η παράμετρος SIS<sub>C</sub> για τον C-14. Τότε μπορεί να υπολογίζεται η ποσότητα CPM<sub>H</sub> (=παλμοί φωτός ανά λεπτό για το φάσμα H-3) και η ποσότητα CPM<sub>C</sub> (=παλμοί φωτός ανά λεπτό για το φάσμα H-3) και

$$CPM_{H} = \frac{SIS_{C} - SIS_{T}}{SIS_{C} - SIS_{H}}CPM_{T}$$
(4.2)

$$CPM_{C} = \frac{SIS_{T} - SIS_{H}}{SIS_{C} - SIS_{H}}CPM_{T}$$
(4.3)

Η μέθοδος αυτή έχει τη δυσκολία ότι πρέπει να είναι γνωστές οι τιμές των παραμέτρων  $SIS_{\rm H}$  και  $SIS_{\rm C}.$ 

Μια άλλη μέθοδος για την εκτίμηση της ραδιενέργειας των πυρήνων ενός τέτοιου υγρού μίγματος βασίζεται στην παράμετρο SIE. Για την εφαρμογή της μεθόδου χρειάζεται να ορισθούν δύο περιοχές SIE, έστω η Α και Β. Για το σκοπό αυτό βοηθάει η γραφική απεικόνιση στην Εικόνα 4.10.



Εικ. 4.10 Περιοχές Α, Β του SIE για την εφαρμογή multi-label counting σε φάσμα Η-3 και C-14 (Ανώνυμος, 2022)

Η περιοχή Α επιλέχθηκε ώστε να αντιπροσωπεύει τη συνεισφορά από τον C-14. Η περιοχή Β επιλέχθηκε ώστε να αντιπροσωπεύει τη συνεισφορά από το H-3. Στην περιοχή Α καταμετρώνται και παλμοί φωτός εξαιτίας του H-3 (συνακρόαση). Στην περιοχή Β καταμετρώνται και παλμοί φωτός εξαιτίας του C-14. Στην Εικόνα 4.10 δίνονται προφανώς οι καμπύλες διόρθωσης σβέσης στις περιοχές Α και Β τόσο για τον C-14 όσο και για το H-3 με χρήση της παραμέτρου SIE.

Αν είναι  $N_A$  οι συνολικοί παλμοί στην περιοχή A,  $N_B$  οι συνολικοί παλμοί στην περιοχή B, C<sub>A</sub> ο βαθμός απόδοσης για τον C-14 στην περιοχή A, C<sub>B</sub> ο βαθμός απόδοσης για τον C-14 στην περιοχή B, H<sub>A</sub> ο βαθμός απόδοσης για το H-3 στην περιοχή A και H<sub>B</sub> ο βαθμός απόδοσης για το H-3 στην περιοχή B, τότε

$$N_A = H_A a_H + C_A a_C \tag{4.4}$$

$$N_B = H_B a_H + C_B a_C \tag{4.5}$$

όπου  $a_H$ η ραδιενέργεια του H-3 και  $a_C$ η ραδιενέργεια του C-14.

Η επίλυση του συστήματος των εξισώσεων (4.4) και (4.5) δίνει:

$$a_{C} = \frac{N_{B} - N_{A} \left(H_{B}/H_{A}\right)}{C_{B} - C_{A} \left(H_{B}/H_{A}\right)}$$
(4.6)

$$a_{H} = \frac{N_{A} - N_{B} \left( C_{A} / C_{B} \right)}{H_{A} - H_{B} \left( C_{A} / C_{B} \right)}$$
(4.7)

Για το multi-label counting υπάρχουν και άλλες μέθοδοι, όπως π.χ. αυτή που περιγράφεται στο Hidex DOC 410-001.

#### 4.11 Έλεγχος και διασφάλιση ποιότητας

Για την ομαλή λειτουργία μιας συσκευής υγρού σπινθηρισμού χρειάζονται συχνοί περιοδικοί έλεγχοι για την εξακρίβωση της καλής της λειτουργίας. Οι έλεγχοι ανήκουν σε δύο κατηγορίες: Έλεγχοι αποδοχής και έλεγχοι διασφάλισης ποιότητας. Οι έλεγχοι αποδοχής γίνονται κατά την παράδοση και εγκατάσταση της συσκευής. Θεωρείται σε αυτή τη διπλωματική εργασία ότι οι έλεγχοι αποδοχής έχουν γίνει. Οι έλεγχοι διασφάλισης ποιότητας προγματοποιούνται σε τακτά χρονικά διαστήματα και βασίζονται σε πρότυπες πηγές που μετρώνται με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού.

Ο κυριότερος έλεγχος αποδοχής είναι το λεγόμενο τεστ  $\chi^2$ . Ο έλεγχος αυτός πρέπει να γίνεται τόσο κατά την εγκατάσταση της συσκευής όσο και μετά από οποιαδήποτε μεγάλη επισκευή της. Για τον έλεγχο αυτό ένα μίγμα με ασταθείς πυρήνες που εκπέμπουν -β σωματίδια μετράται i = 1, 2, ..., n φορές. Σύμφωνα με τον Kobayashi (1988), το n μπορεί να είναι μεταξύ 5 και 30 με συνιστώμενη περιοχή μεταξύ 20 και 30. Κάθε μέτρηση θα πρέπει να συγκεντρώνει τουλάχιστον  $N_i \ge 10000$  γεγονότα. Αυτή η προϋπόθεση υπάρχει ώστε το στατιστικό σφάλμα Poisson της μέτρησης να πέσει κάτω από 1%. Η τιμή της παραμέτρου  $\chi^2$ για n - 1 βαθμούς ελευθερίας δίνεται από τη σχέση:

$$\chi^{2} = \sum_{i}^{n} \frac{\left(N_{i} - M\right)^{2}}{M}$$
(4.8)

όπου Μ η μέση τιμή των Ν<sub>i</sub> μετρήσεων.

Το επίπεδο σημαντικότητας προσδιορίζεται για την κατανομή  $\chi^2$  από πίνακες που παρέχονται στα συνήθη βιβλία στατιστικής. Το όριο αποδοχής της τιμής  $\chi^2$  είναι στην περιοχή σημαντικότητας από 0.9 και πάνω.

Αν η συσκευή υγρού σπινθηρισμού χρησιμοποιείται σε καθημερινή βάση τότε οι έλεγχοι διασφάλισης ποιότητας χωρίζονται σε αυτούς που εκτελούνται καθημερινά (Κ) και εβδομαδιαία (Ε). Με τους ελέγχους αυτούς διαπιστώνεται αν τα αποτελέσματα είναι στατιστικά όμοια με τα όρια που έχουν προσδιοριστεί από τον κατασκευαστή. Ο Πίνακας 4.1 περιέχει τους κυριότερους από αυτούς τους ελέγχους.

4-12

| Δοκιμή                                     | Πρότυπες πηγές  |                |  |  |  |
|--|-----------------|----------------|--|--|--|
|  | <sup>14</sup> C | <sup>3</sup> H |  |  |  |
| Ένδειξη στο αντίστοιχο ενεργειακό παράθυρο | К               | K              |  |  |  |
| Βαθμός απόδοσης μέτρησης                   | K               | K              |  |  |  |
| Μέτρηση υποστρώματος                       | K               | K              |  |  |  |
| Διόρθωση για σβέση                         | E               | E              |  |  |  |

Πίνακας 4.1 Περιοδικοί έλεγχοι καλής λειτουργίας συσκευής υγρού σπινθηρισμού (Ανώνυμος, 2022)

Σχετικά με τους έλεγχους διόρθωσης σβέσης και σε ό,τι αφορά τις πολύ γνωστές συσκευές υγρού σπινθηρισμού, όπως TRI-CARB της εταιρίας κατασκευής Perkin Elmer, στον Kobayashi (1988) περιέχεται το σχήμα της Εικόνας 4.11, στο οποίο δίνονται οι μέγιστες αποδεκτές τιμές των παραμέτρων SIS και TSIE για μίγματα χωρίς οποιαδήποτε σβέση (unquenched) που περιέχουν C-14 και H-3. Όπως είναι φανερό σε αυτή τη περίπτωση η μέγιστη τιμή της παραμέτρων SIS για C-14 είναι 160, δηλαδή αντιστοιχεί στα 159 keV της  $E_{\rm max}$  του C-14 και η μέγιστη τιμή της SIS για H-3 είναι 20, δηλαδή αντιστοιχεί στα 19 keV της  $E_{\rm max}$  του H-3. Επομένως κάθε μίγμα π.χ. με C-14 που παρουσιάζει SIS < 160 ή/και TSIE < 1000 θεωρείται ότι παρουσιάζει κάποιου είδους σβέση.



Εικ. 4.11 Σχέση μεταξύ SIS και TSIE για μίγμα που περιέχει Η-3 και C-14 (Kobayashi, 1988)

# 4.12 Διάγνωση και επίλυση προβλημάτων

# 4.12.1 Αιτίες υψηλού υποστρώματος

- 1. Είσοδος φωτός/κακή φωτοστεγανότητα του θαλάμου στον οποίο τοποθετείται το φιαλίδιο
- 2. Ασταθές τροφοδοτικό υψηλής τάσης (κυματισμός υψηλής τάσης)
- 3. Ρύπανση του θαλάμου στον οποίο τοποθετείται το φιαλίδιο
- Κακές συνδέσεις στα καλώδια μεταφοράς σήματος και ψυχρές κολλήσεις στα ηλεκτρονικά μέρη
- 5. Δυσλειτουργία κυκλώματος σύμπτωσης
- 6. Κακή τοποθέτηση εξωτερικού προτύπου κατά τη βαθμονόμηση
- Αδυναμία του μονοκαναλικού αναλυτή να ρυθμίζεται για μετρήσεις σε διαφορετικά ενεργειακά παράθυρα

# 4.12.2 Μεγάλη τυπική απόκλιση σε επαναληπτικές μετρήσεις του ίδιου δείγματος

- 1. Υψηλό υπόστρωμα (βλ πιο πάνω)
- 2. Κακή τοποθέτηση του φιαλιδίου μέσα στον θάλαμο
- 3. Δυσλειτουργικός καταμετρητής ή δυσλειτουργικό χρονόμετρο
- 4. Δυσλειτουργία κυκλωμάτων εκκίνησης (trigger logic) ή του ταλαντωτή χρονισμού

# 4.12.3 Χαμηλός βαθμός απόδοσης

- 1. Κακή τοποθέτηση του φιαλιδίου μέσα στον θάλαμο
- 2. Πτώση τάσης στο κύκλωμα υψηλής τάσης
- Κακή συλλογή φωτός λόγω ακαθαρσιών στους ανακλαστήρες του θαλάμου τοποθέτησης του φιαλιδίου και της επιφάνειας του φωτοπολλαπλασιαστή
- 4. Κακής ποιότητας φιαλίδια
- 5. Ακατάλληλη μεταβολή στο κατώφλι του κυκλώματος σύμπτωσης
- 6. Ελαττωματικό κύκλωμα σύμπτωσης
- Κακή ρύθμιση του μονοκαναλικού αναλυτή, ακατάλληλη για τη συνεργασία του με τον ενισχυτή

# 4.12.4 Ανεπιθύμητη κίνηση των φιαλιδίων

- 1. Ακατάλληλο μέγεθος φιαλιδίου
- 2. Ελάττωμα στο σύστημα κίνησης φιαλιδίων
- 3. Ελάττωμα στον αισθητήρα θέσης των φιαλιδίων
- 4. Ακατάλληλη τάση στον ιμάντα μετακίνησης

- 5. Κακή ευθυγράμμιση των τροχών μετάδοσης κίνησης
- 6. Δυσλειτουργία του μικροεπεξεργαστή ελέγχου του συστήματος μετάδοσης κίνησης

## 4.12.5 Το σύστημα δεν αποκρίνεται σε εντολές

- 1. Ελαττωματικό περιβάλλον αλληλεπίδρασης με τον χρήστη μέσω του Η/Υ
- 2. Κακές συνδέσεις με τον  $\mathrm{H/Y}$

# 4.12.6 Αποτελέσματα χωρίς νόημα

- 1. Ελαττωματική μνήμη ή ελαττωματικός επεξεργαστής
- 2. Κακές συνδέσεις με τον Η/Υ
- 3. Πολύ υψηλός ηλεκτρονικός θόρυβος στο περιβάλλον του Η/Υ
- 4. Κακή ηλεκτρική τροφοδοσία του Η/Υ

# 4.13 Σχόλια και συμπεράσματα

Στο Κεφάλαιο 4 έγινε αναφορά στα προβλήματα που παρουσιάζονται κατά την εφαρμογή της μεθόδου του υγρού σπινθηρισμού. Το γενικό συμπέρασμα είναι ότι οι συνθήκες, στις οποίες γίνεται μία μέτρηση επηρεάζουν σημαντικά το αποτέλεσμα. Οι παράγοντες που προκαλούν διακυμάνσεις μπορεί να είναι εύκολα μετρήσιμοι, όπως π.χ. η θερμοκρασία του μίγματος, αλλά μπορεί επίσης να μην είναι, όπως π.χ. τα ηλεκτροστατικά φορτία. Για αυτόν τον λόγο η εφαρμογή της μεθόδου είναι άρρηκτα συνδεδεμένη με ένα σύστημα διασφάλισης ποιότητας, το οποίο πρέπει να προβλέπει, μεταξύ άλλων, τακτικούς ελέγχους και δοκιμές του εξοπλισμού, παρατήρηση των συνθηκών του περιβάλλοντος και ιστορικό βαθμονομήσεων και μετρήσεων, με διαγράμματα συσχέτισης παραμέτρων σβέσης και βαθμού απόδοσης για ισότοπα που ενδιαφέρουν. Εφόσον υπάρχουν και τηρούνται τα βασικά ενός στοιχειώδους συστήματος ποιότητας, είναι δυνατή η διάγνωση και αντιμετώπιση προβλημάτων που μπορεί να προκύψουν. Στο επόμενο Κεφάλαιο 5 θα γίνει μια περιγραφή παρασκευής αναγκαίων πηγών βαθμονόμησης προκειμένου να χρησιμοποιηθούν για τη βαθμονόμηση διαχωρισμού -α από -β ακτινοβολία και τη βαθμονομηση απόδοσης για -α και για -β ακτινοβολία.

# ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5 ΔΕΙΓΜΑΤΑ ΒΑΘΜΟΝΟΜΗΣΗΣ ΓΙΑ ΜΕΤΡΗΣΗ ΟΛΙΚΗΣ -α ΚΑΙ - β ΑΚΤΙΝΟΒΟΛΙΑΣ

### 5.1 Εισαγωγή

Στο Κεφάλαιο 4 έγινε αναφορά σε μερικά από τα προβλήματα που μπορεί να προκύψουν κατά την εφαρμογή της μεθόδου μέτρησης με υγρό σπινθηρισμό. Η αντιμετώπιση των προβλημάτων αυτών συνδέεται με τον τακτικό έλεγχο των διαδικασιών αλλά και των χρησιμοποιούμενων συσκευών υγρού σπινθηρισμού στο πλαίσιο της εφαρμογής ενός τουλάχιστον στοιχειώδους συστήματος ποιότητας. Σημαντικό μέρος ενός τέτοιου συστήματος ποιότητας είναι ασφαλώς οι πηγές ραδιενέργειας που χρησιμοποιούνται για τη βαθμονόμηση και τον έλεγχο των συσκευών υγρού σπινθηρισμού. Στο Κεφάλαιο 5, γίνεται περιγραφή της διαδικασίας που ακολουθήθηκε ώστε να παρασκευαστούν μίγματα αναφοράς, που χρησιμοποιήθηκαν για βαθμονομήσεις για την παρούσα Διπλωματική Εργασία. Φυσικά τα μίγματα αυτά μπορούν να χρησιμοποιηθούν και για μελλοντικές ανάγκες. Αποτυπώνονται τα βήματα που ακολουθήθηκαν για την παρασκευή των μιγμάτων με τρόπο ώστε να διασφαλίζεται η ιχνηλασιμότητα με τα πρότυπα διαλύματα, που είναι εμπορικά διαθέσιμα και από τα οποία λήφθηκε η αναγκαία για τις βαθμονομήσεις ραδιενέργεια -α και -β ακτινοβολίας.

## 5.2 Μέθοδος μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας

Σύμφωνα με τον Καρφόπουλο (2019) η μέθοδος εφαρμόζεται κυρίως στον προκαταρκτικό έλεγχο δειγμάτων (screening) με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού, προκειμένου να αποφασιστεί ο περαιτέρω τρόπος ανάλυσής τους σε περίπτωση που η περιεχόμενη ραδιενέργεια είναι σημαντική και πρέπει να διερευνηθεί αναλυτικότερα. Ιδιαίτερα εφαρμόζεται σε υγρά δείγματα επιφανειακών και υπόγειων νερών ή σε φίλτρα από τεστ επιχρίσματος (smear test) που προκύπτουν από έλεγχο διαρροής ραδιενεργών πηγών ή σε φίλτρα αέρα. Στο πλαίσιο της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας η υπόψη μέθοδος ενδιαφέρει για τη μέτρηση νερού ανθρώπινης κατανάλωσης και εντάσσεται στις μετρήσεις που πραγματοποιούνται στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας και αφορούν σε:

δείγματα χώματος, νερού, τροφίμων, φίλτρων αέρα κ.ά. με τη μέθοδο της -γ
 φασματοσκοπικής ανάλυσης,

- ραδιολογικό έλεγχο σε πόσιμο νερό και δείγματα υδάτων από δεξαμενές, λίμνες και γεωτρήσεις για ανίχνευση τεχνητών ραδιοϊσοτόπων,
- τρόφιμα που προορίζονται για εξαγωγή ή για διάθεση στην Ελλάδα,
- εισαγόμενα υλικά και προϊόντα, κυρίως σε χύδην μορφή
- πρώτες ύλες που προορίζονται για την βιομηχανική παραγωγή οικοδομικών υλικών,
- τελικά προϊόντα οικοδομικών υλικών και
- υλικά με αυξημένη φυσική ραδιενέργεια (Naturally Occurring Radioactive Materials, NORM)

Για την εφαρμογή της μεθόδου μέτρησης ολικής -α και -β ακτινοβολίας εφαρμόζεται το πρότυπο ISO 11704:2018, στοιχεία για το οποίο δίνονται στη συνέχεια. Το πρότυπο αφορά σε μετρήσεις της ποιότητας του νερού και πιο συγκεκριμένα στη μέτρηση της ολικής -α και -β ακτινοβολίας σε μη αλατούχο νερό, με χρήση συσκευών υγρού σπινθηρισμού. Αφορά επίσης σε δείγματα νερού, τα οποία περιέχουν μη πτητικά ραδιοϊσότοπα και βρίσκονται σε θερμοκρασία χαμηλότερη από 80°C. Το πρότυπο εφαρμόζεται τόσο για πόσιμα όσο και για μη πόσιμα νερά, με τον περιορισμό το ίζημα σε αυτά να είναι λιγότερο από 5 g L<sup>-1</sup>, όπως π.χ. για τη μέτρηση του βρόχινου νερού, επιφανειακών και υπόγειων υδάτων, νερού το οποίο χρησιμοποιείται ως ψυκτικό σε βιομηχανικές εφαρμογές κ.ά. Το πρότυπο δεν λαμβάνει υπόψη το Rn-222 και τα βραχύβια θυγατρικά του που περιέχονται στο νερό και δεν προτείνεται για τον προσδιορισμό των ραδιενεργού ισοτόπου H-3.

Η μέτρηση της ολικής -α και -β ακτινοβολίας, η οποία περιγράφεται στο πρότυπο αποτελεί μια συγκριτική (με ποιοτικά χαρακτηριστικά) μέθοδο καθώς το αποτέλεσμα της μέτρησης του εξεταζόμενου δείγματος, συγκρίνεται με ένα όμοιο πρότυπο δείγμα, γνωστής ολικής -α και -β ακτινοβολίας. Για την εφαρμογή της μεθόδου απαιτείται απλή χημική επεξεργασία του εξεταζόμενου δείγματος, η οποία περιλαμβάνει το φιλτράρισμά του, για την απομάκρυνση τυχόν αιωρούμενων σωματιδίων (suspended matter), την προσθήκη νιτρικού οξέος για τη ρύθμιση του pH και τη θέρμανσή του με ταυτόχρονη ανάμιξη ώστε να απομακρυνθεί το περιεχόμενο αέριο ραδόνιο.

Σύμφωνα με το πρότυπο, για την προετοιμασία του εξεταζόμενου δείγματος και τη δημιουργία προτύπων δειγμάτων βαθμονόμησης της συσκευής υγρού σπινθηρισμού απαιτούνται κυρίως τα ακόλουθα υλικά / αντιδραστήρια:

- Πυκνό νιτρικό οξύ για τη ρύθμιση του pH.
- Υγρός σπινθηριστής (scintillation cocktail)

Μεθανόλη ή αιθανόλη

Επιπλέον ο απαιτούμενος εξοπλισμός περιλαμβάνει κυρίως:

- ζυγό ακριβείας,
- μαγνητικό αναδευτήρα,
- pΗμετρο,
- ογκομετρικά δοχεία με πλατύ στόμιο (100 mL και 500 mL)
- συσκευή υγρού σπινθηρισμού (liquid scintillator) με δυνατότητα διαχωρισμού της -α από τη -β ακτινοβολία,
- φιαλίδια 20 mL υγρού σπινθηρισμού από πολυαιθυλένιο / χαμηλής διάχυσης φωτός.

# 5.3 Πρότυπα διαλύματα βαθμονόμησης για τη μέθοδο

Ως πρότυπα διαλύματα για τη μέθοδο εννοούνται δύο διαφορετικά υγρά διαλύματα που περιέχουν γνωστή συγκέντρωση ραδιενεργών ισοτόπων. Το ένα από τα διαλύματα πρέπει να περιέχει ισότοπο ή ισότοπα που διασπώμενα εκπέμπουν -α σωματίδια. Για παράδειγμα ένα τέτοιο διάλυμα μπορεί να περιέχει U-236, το οποίο αποτελεί κατάλληλη επιλογή όταν η δοκιμή αφορά σε φυσική ραδιενέργεια. Το U-236 δεν παράγει βραχύβια θυγατρικά. Άλλα τέτοια κατάλληλα ισότοπα είναι για παράδειγμα το Am-241 και το Pu-239. Αυτά χρησιμοποιούνται συχνότερα όταν εξετάζεται η ρύπανση του νερού από τεχνητά παραγόμενα ραδιοϊσότοπα. Το άλλο διάλυμα πρέπει να περιέχει ισότοπο ή ισότοπα που διασπώμενα εκπέμπουν -β σωματίδια. Για παράδειγμα ένα τέτοιο διάλυμα μπορεί να περιέχει μίγμα Sr-90 και Y-90 ή K-40 ή Cl-36.

Με βάση το πρότυπο ISO 11704:2018, με τα πρότυπα διαλύματα διασφαλίζεται η ιχνηλασιμότητα της μεθόδου, πραγματοποιείται η βαθμονόμηση της συσκευής υγρού σπινθηρισμού και καθορίζεται ο παράγοντας για το διαχωρισμό των μετρήσεων που αφορούν σωματίδια -α από εκείνες που αφορούν σωματίδια -β. Ο παράγοντας αυτός ονομάζεται στη βιβλιογραφία είτε PSA (Pulse Shape Analysis) είτε PLI (Pulse Length Index). Προετοιμάστηκαν δύο τύποι δειγμάτων. Το πρώτο περιέχει ραδιοϊσότοπο Cl-36, το οποίο εκπέμπει -β, ενώ το δεύτερο περιέχει ραδιοϊσότοπο Am-241 το οποίο εκπέμπει -α. Σημαντική παράμετρος είναι η διαμόρφωση του pH των δειγμάτων αναφοράς, το οποίο με βάση το πρότυπο ISO 11704:2018 θα πρέπει να είναι στην περιοχή 1.7 ± 0.2. Ο τρόπος ρύθμισής του pH θα περιγραφεί σε επόμενο κατάλληλο σημείο.

Δίνεται σε αυτό το σημείο και η αναγκαία ορολογία:

Πρότυπο διάλυμα: Το διάλυμα που είναι εμπορικά διαθέσιμο και περιέχει σε πιστοποιημένη υψηλή συγκέντρωση το ισότοπο που ενδιαφέρει. Το ισότοπο αυτό μπορεί να είναι -β εκπομπός ή -α εκπομπός. Το διάλυμα είναι συνήθως ανόργανο οξύ χαμηλής μοριακότητας.

2) Πρότυπα δείγματα: Είναι παράγωγα των προτύπων διαλυμάτων, στα οποία έχει γίνει κατάλληλη αραίωση έτσι ώστε το ισότοπο που ενδιαφέρει να βρεθεί σε χαμηλότερη συγκέντρωση. Η αραίωση γίνεται με περισσότερο από το ίδιο οξύ με την ίδια μοριακότητα όπως και στο πρότυπο διάλυμα.

3) Δείγματα αναφοράς: Είναι παράγωγα των προτύπων δειγμάτων, στα οποία έχει προστεθεί ίδιο (κατά προτίμηση) ή άλλο οξύ με κατάλληλη μοριακότητα ώστε να ρυθμιστεί το pH ή / και η συγκέντρωση του ισοτόπου ή / και ο όγκος που ενδιαφέρουν στις επιθυμητές τιμές.

4) **Μίγματα αναφοράς:** Είναι παράγωγα των δειγμάτων αναφοράς, στα οποία έχει προστεθεί συμβατός υγρός σπινθηριστής στην κατάλληλη αναλογία.

# 5.4 Προετοιμασία προτύπου δείγματος με -β εκπομπό

Η παρασκευή του προτύπου δείγματος με -β εκπομπό πραγματοποιήθηκε με χρήση πρότυπου διαλύματος Cl-36 της εταιρείας POLATOM (Πολωνίας). Το υπόψη πρότυπο διάλυμα προμηθεύτηκε το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας από την εταιρεία MEDIRAY, Λ. ΜΕΣΟΓΕΙΩΝ 224 & ΑΕΤΙΔΕΩΝ 2, 15561 ΧΟΛΑΡΓΟΣ – ΑΘΗΝΑ, Τηλέφωνο:+30 210 6535927, Email: info@mediray.gr, η οποία είναι αντιπρόσωπος της POLATOM στην Ελλάδα. Το διάγραμμα διάσπασης του Cl-36 παρουσιάζεται στην Εικόνα 5.1.



Εικ. 5.1 Το διάγραμμα διάσπασης του Cl-36 (από το διαδίκτυο)

Όπως προκύπτει από το διάγραμμα διάσπασης, το Cl-36 διασπάται σε ποσοστό 98.1% με -β διάσπαση προς το σταθερό ισότοπο Ar-36 και σε ποσοστό 1.9% με σύλληψη ηλεκτρονίου (electron capture) προς το σταθερό ισότοπο S-36. Έτσι, από τη -β διάσπαση του ισοτόπου εκπέμπονται ηλεκτρόνια μέγιστης ενέργειας 709.53 keV σε ποσοστό 98.1%, ενώ από τη

διάσπαση με σύλληψη ηλεκτρονίου εκπέμπονται ηλεκτρόνια μέγιστης ενέργειας 1142.14 keV σε ποσοστό 1.9%. Ο χρόνος ημιζωής του ισοτόπου είναι 302000 y (από το διαδίκτυο).

Το πιστοποιητικό του πρότυπου διαλύματος, μέσω του οποίου εξασφαλίζεται η ιχνηλασιμότητα του μεγέθους ενεργότητα πηγής, δίνεται στην Εικόνα 5.2, ενώ το πρότυπο διάλυμα σε μορφή αμπούλας παρουσιάζεται στην Εικόνα 5.3.

| National Centre for Nuclear Research<br>Radioisotope Centre POLATOM<br>Laboratory of Radioactivity Standards<br>Andrzej Soltan 7, 05-400 Otwock, Poland<br>phone: +48 22 273 1941 fax: +48 22 718 0350 e-mail: metrologia@polatom.pl |   | CALIBRATION CERTIFICATE issued by ACCREDITED LABORATORY No AP 120 Date of issue: 29 <sup>th</sup> May 2018 Certificate No: BW/Z-63/13/18 Page: 2/2 |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
|--|---|--|--|--|----------------------|--------------------------|---------------------------|------------------------|-------------------|-----------------|------------------|
|  |   | CALIBRATION RESULTS Calibration results are the follow<br>Activity per 1 gram 220.7 ± 4.8 Bq on date 15 <sup>th</sup> Jun<br>of solution           |  |  |                      |                          | lowing:<br>June 2018, 12: | 00 CEST                |                   |                 |                  |
| Polish Ce  | Calibration laboratory accredited by<br>ntre for Accreditation, a signatory to EA MLA and ILAG<br>that include recognition of calibration certificates.<br>Accreditation No AP 120  |  | ADDIT<br>INFOR   | IONAL<br>MATION<br>Radionuclidic<br>impurities | Not                  | nore than 0.             | 1 % of princ              | ipal radionucl         | ide activity      |                 |                  |
|  | CALINDATION CEDTIFICATE   | Same   |  | Ampoule No                                     | BW/                  | 17/15/R <sub>8</sub> -10 |                           |                        |                   |                 |                  |
|  | CALIBRATION CERTIFICATE   | 0.0000000000000  | 1  | Mass of solution                               | 5.010                | 665 g                    |                           |                        |                   |                 |                  |
| Date of issue: 29" May 2018<br>OBJECT OF<br>CALIBRATION  | Certificate No: BW/Z-63/13/18<br>Radioactive solution   | Page: 1/2  | Carrier solution 0.1M HCI<br><u>Note</u> : It is recommended to use carrier solution with above composition<br>if dilution of standard solution is necessary |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| PRINCIPLE  | 36(2)   |  | NUCLE  | AR DATA  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| RADIONUCLIDE<br>SOLUTION No.   | DW/17/15/D  |  |  |  | _                    | Al                       | pha                       | Bet                    | a                 | Pho             | ton              |
| APPLICANT  | Mediray GPC<br>Mesogeion 224 & Aetideon 2   |  | Radio-<br>nuclide  | Half life                                      | Decay<br>mode        | Energy<br>[keV]          | Intensity<br>[%]          | Energy<br>max<br>[keV] | Intensit<br>y [%] | Energy<br>[keV] | Intensity<br>[%] |
| CALIBRATION METHOD   | Athens – Hellas   | radionuclides activity with  | <sup>36</sup> C1   | $(302 \pm 4) \times 10^{3}$<br>vears           | β <sup>-</sup><br>ec | -                        | -                         | 709<br>1142            | 98.1<br>1.9       | -               | -                |
|  | Issue Date: 10 <sup>th</sup> August 2015<br>Instruction BW-1-15, "Weighing of radioactive solutio<br>balance", Issue No: 5, Issue date: 5 <sup>th</sup> June 2012<br>Instruction BW-1-2, "Weighing with use of XA 82/220<br>Issue No: 1, Issue date: 19 <sup>th</sup> July 2012 | ons with use of Mettler MT5<br>0/Y2 balance",  |  |  | Authorized by:       |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| ENVIRONMENTAL<br>CONDITIONS  | Temperature         (23.2 + 23.6) °C           Atmospheric pressure         (1007.9 + 1009.9) hPa   |  |  |  |                      |                          |                           | .1.1.3                 | <u> </u>          | UNSAUL          |                  |
| DATE OF CALIBRATION  | 24 <sup>th</sup> May 2018   |  |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| TRACEABILITY   | This certificate is issued under the agreement EA ML<br>and provides traceability of measurement results to th<br>Units (SI).   | A in the field of calibration<br>e International System of   |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| CALIBRATION RESULTS  | The results have been presented on page 2 of this cert<br>of measurement.   | ificate including uncertainty  |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| UNCERTAINTY OF<br>MEASUREMENTS   | Uncertainty of measurement has been evaluated in co<br>M:2013. The expanded uncertainty assigned correspo<br>probability of 95 % and the coverage factor $k = 2$ .  | mpliance with EA-4/02<br>nds to a coverage   |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| AP 120<br>120 AP   | REFRONCE LA WZORCZW RAD $\widetilde{T}_{\rm CON}$ mpr in 2. Tor   | BORATOFIUM<br>OARTWWNOSCI<br>www.<br>mesz Dziel  |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |
| This certif  | icate may be presented or copied as a whole document of   | only.  |  |  |                      |                          |                           |                        |                   |                 |                  |

Εικ. 5.2 Πιστοποιητικό πρότυπου διαλύματος Cl-36.



Εικ. 5.3 Δεξιά: Η αμπούλα με το πρότυπο διάλυμα Cl-36 (-β εκπομπός), Αριστερά: η μολύβδινη θωράκιση για τη μεταφορά του διαλύματος.

Σύμφωνα και με το πιστοποιητικό του πρότυπου διαλύματος, η συνολική ενεργότητα του Cl-36 στην αμπούλα ήταν 220.7 ± 2.4 Bq·g<sup>-1</sup> (σε επίπεδο εμπιστοσύνης 1σ), την ημερομηνία αναφοράς 15-06-2018, ενώ η καθαρή μάζα του διαλύματος της αμπούλας 5.01665 g. Ως διαλύτης χρησιμοποιείται το υδροχλωρικό οξύ (HCl) 0.1 M.

Η συγκέντρωση Cl-36 στην αμπούλα της POLATOM είναι σημαντικά μεγαλύτερη από την αναγκαία για τη βαθμονόμηση. Επομένως, χρειάστηκε αραίωση (make-up), προκειμένου να επιτευχθεί μικρότερη συγκέντρωση για τη παρασκευή του πρότυπου δείγματος. Για την αραίωση και για την παρασκευή του πρότυπου δείγματος χρησιμοποιήθηκε ο ακόλουθος εξοπλισμός:

- ηλεκτρονικός ζυγός (τύπου AS60, εταιρείας κατασκευής OHAUS, SN:1667),
- ογκομετρική συσκευή με έμβολο (πιπέτα ακριβείας) για την ογκομέτρηση δειγμάτων υγρών διαλυμάτων (τύπου Transferpette, εταιρείας κατασκευής BRAND, όγκου 0.1 1 mL διακριτικής ικανότητας 1 μL και ακρίβειας 5 μL),
- διάλυμα κατάλληλης μοριακότητας HCl, αντί του προτεινόμενου στο πρότυπο HNO<sub>3</sub>, για λόγους συμβατότητας με το διαλύτη που χρησιμοποιεί η POLATOM,
- γυάλινα φιαλίδια χωρητικότητας 20 mL με πώμα, όπως αυτό που διακρίνεται στην Εικόνα 5.4.



Εικ. 5.4 Γυάλινα φιαλίδια χωρητικότητας 20 mL με πώμα

Η διαδικασία που ακολουθήθηκε έχει ως εξής:

- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος της αμπούλας της POLATOM και βρέθηκε 17.2053g.
- Μετρήθηκε το βάρος κενού γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 15.9788g (AΠΟΒΑΡΟ).
- Μετρήθηκε το βάρος πώματος γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 1.6073g.
- Αποσφραγίστηκε η αμπούλα της POLATOM.
- Λήφθηκαν 2 mL με τη πιπέτα ακριβείας και μεταγγίστηκαν στο γυάλινο φιαλίδιο.
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος του γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 17.9821g.
- Συμπληρώθηκε ο όγκος του γυάλινου φιαλιδίου με 0.1 M HCl.
- Μετρήθηκε το νέο μεικτό βάρος του γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 36.0048g.
- Σφραγίστηκε το φιαλίδιο με το πώμα του με την κατάλληλη συσκευή σφράγισης όπως αυτή που διακρίνεται στην Εικόνα 5.5.
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος του σφραγισμένου φιαλιδίου και βρέθηκε 37.6122g.
- Το υπόψη φιαλίδιο ονομάστηκε "0" και παραχωρήθηκε στην Ελληνική Επιτροπή
   Ατομικής Ενέργειας (ΕΕΑΕ) για τα δικά της πειράματα.
- Η διαδικασία επαναλήφθηκε για τη παρασκευή άλλων δύο φιαλιδίων με παρόμοιο τρόπο:
   του φιαλιδίου "1" και του φιαλιδίου "2".
- Τόσο για το φιαλίδιο "1" όσο και για το φιαλίδιο "2" χρησιμοποιήθηκε 1 mL από την αμπούλα της POLATOM.
- Το ΑΠΟΒΑΡΟ του φιαλιδίου "1" βρέθηκε 15.8220g.
- Το ΑΠΟΒΑΡΟ του φιαλιδίου "2" βρέθηκε 15.6451g.
- Συμπληρώθηκε ο όγκος των φιαλιδίων "1" και "2" με 0.1 M HCl.
- Το τελικό βάρος του φιαλιδίου "1" χωρίς πώμα βρέθηκε 35.8093g.
- Το τελικό βάρος του φιαλιδίου "2" χωρίς πώμα βρέθηκε 35.6619g.
- Το τελικό βάρος του φιαλιδίου "1" με πώμα βρέθηκε 37.3686g.
- Το τελικό βάρος του φιαλιδίου "2" με πώμα βρέθηκε 37.1909g.
- Το υπόλοιπο στην αμπούλα της POLATOM παραχωρήθηκε στην ΕΕΑΕ για τα πειράματά της.
- Τα γυάλινα φιαλίδια "1" και "2" αποθηκεύτηκαν ως πρότυπα δείγματα -β εκπομπού.
- Η διαδικασία έγινε τον Φεβρουάριο του 2019 (01-02-2019).


Εικ. 5.5 Συσκευές σφράγισης (αριστερά) και αποσφράγισης (δεξιά) φιαλιδίων όπως της Εικόνας 5.4

## 5.5 Προετοιμασία προτύπου δείγματος με -α εκπομπό

Η παρασκευή του προτύπου δείγματος με -α εκπομπό πραγματοποιήθηκε με χρήση πρότυπου διαλύματος Am-241 της εταιρείας POLATOM. Το υπόψη πρότυπο διάλυμα προμηθεύτηκε το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας από την εταιρεία MEDIRAY. Το διάγραμμα διάσπασης του Am-241 παρουσιάζεται στην Εικόνα 5.6. Το διάγραμμα διάσπασης του Am-241 είναι σαφώς πιο πολύπλοκο από εκείνο του Cl-36.



Εικ. 5.6 Διάγραμμα διάσπασης του Am-241 (από το διαδίκτυο)

Όπως προκύπτει από το διάγραμμα διάσπασης, το Am-241 διασπάται σε ποσοστό 85.2% και δευτερευόντως με ποσοστά 12.8% και 1.4% με -α διάσπαση προς το ασταθές ισότοπο

Np-237. Οι αντίστοιχες ενέργειες των εκπεμπόμενων -α σωματιδίων είναι 5.486 MeV, 5.443 MeV και 5.388 MeV. Τυχόν άλλα εκπεμπόμενα -α σωματίδια με χαμηλότερα ποσοστά εκπομπής μπορούν να αγνοούνται. Ο χρόνος ημιζωής του ισοτόπου είναι 432.6y (από το διαδίκτυο).

Το πιστοποιητικό του πρότυπου διαλύματος, μέσω του οποίου εξασφαλίζεται η ιχνηλασιμότητα του μεγέθους ενεργότητα πρότυπου διαλύματος, δίνεται στην Εικόνα 5.7.

|   | Radioisotope Centre POLATOM<br>boratory of Radioactivity Standa<br>Andrzej Soltan 7, 05-400 Otwock, Poland  | ch P  |  | ALIBRATIO<br>17 29 <sup>°</sup> May 20   | N CERTIF                        | ICATE issi<br>1. Certific                   | aed by ACCI  | REDITED LA<br>Z-63/12/18                          | BORATO                  | RY No AP 120                      | Page: 2/2           |
|---|---|---|--|--|---------------------------------|---|--|---|-------------------------|-----------------------------------|---------------------|
| phone: +48 Z  | 273 1941 fax: +48 22 718 0350 e-mail: metrologi<br>Calibration laboratory accredited by<br>tre for Accreditation, a signatory to EA MLA and I<br>that include recognition of calibration certificates.<br>Accreditation No AP 120 | LAC MRA   | P 120  | RATION RESUL<br>Activity per 1 gram<br>of solution<br>IONAL<br>MATION  | rs Calif<br>201.                | atory of<br>ration.resu<br>1 ± 4.5 Bq       | i' El secole<br>lts are the fo<br>on date 15 <sup>th</sup> l           | llowing:<br>filme 2018, 12                        | :00 CEST                |                                   |                     |
|   | CALIEDATION CEDTIFICATE   | The second  | and the second s | Radionuclidic<br>mpurities   | Not                             | nore than 0.                                | .1 % of princ  | ipal radionuc                                     | lide activit            | у                                 |                     |
| Data of issue 20 <sup>th</sup> May 2018               | CALIBRATION CERTIFICATE   |   | 1  | Ampoule No   | BW/                             | 15/18-09                                    |  |   |                         |                                   |                     |
| Date of issue: 29 May 2018                            | Ceruncale No. Bw/2-05/12/18   | P   | rage: 1/2  | fass of solution   | 5.104                           | 131 g                                       |  |   |                         |                                   |                     |
| OBJECT OF<br>CALIBRATION<br>PRINCIPLE<br>RADIONUCLIDE | Radioactive solution<br><sup>241</sup> Am   |   | NUCLE  | AR DATA  | 50 με<br><u>Note</u><br>tf dilu | g La as LaC<br>It is recom<br>ition of stan | l <sub>3</sub> ·7H <sub>2</sub> O in 1<br>mended to u<br>udard solutio | ml of 1 M H0<br>se carrier soli<br>n is necessary | Cl<br>ution with (<br>v | above compositic                  | m                   |
| SOLUTION No   | BW/15/18  |   | 10.7   |  |                                 | Al  | pha  | Be  | ta                      | Phot                              | 01                  |
| APPLICANT   | Mediray GPC<br>Mesogeion 224 & Actideon 2<br>15561 Holargos   |   | Radio-<br>nuclide  | Half life  | Decsy<br>mode                   | Energy<br>[keV]                             | Intensity<br>[%]   | Energy<br>[keV]                                   | Intensit<br>y [%]       | Energy<br>[keV]                   | Intensit<br>[%]     |
| CALIBRATION METHOD                                    | Athens – Hellas<br>Measurement Procedure BW-PP-1 "Measurement<br>the triple-to-double coincidence ratio TDCR meth<br>Issue Date: 10 <sup>th</sup> August 2015   | t of radionuclides activ<br>lod", Issue No: 6,  | ity with   | 432.6 ± 0.6<br>years   | α                               | 5388.3<br>5442.9<br>5485.6                  | 1.7<br>13.2<br>84.5  | Ń   | -                       | X: 11.9+22.2<br>γ: 26.34<br>59.54 | 36.7<br>2.3<br>35.9 |
|   | Instruction BW-I-15 "Weighing of radioactive sol<br>balance", Issue No: 5, Issue date: 5 <sup>th</sup> June 2012<br>Instruction BW-I-2 "Weighing with use of XA 82<br>Issue No: 1, Issue date: 19 <sup>th</sup> July 2012         | lutions with use of Met<br>/220/Y2 balance",  | tler MT5   |  |                                 |   |  | Aut   | norized by:             |                                   | *                   |
| ENVIRONMENTAL<br>CONDITIONS                           | Temperature (21.6 + 22.0) 'C<br>Atmospheric pressure (1009.0 + 1011.0) hPa  | 1. A. |  |  |                                 |   |  | A   | . mar                   | Koroska                           | 2                   |
| DATE OF CALIBRATION                                   | 28 <sup>th</sup> May 2018   |   | · •  | 5 g 3  |                                 |   |  |   |                         |                                   |                     |
| TRACEABILITY  | This certificate is issued under the agreement EA<br>and provides traceability of measurement results t<br>Units (SI).  | MLA in the field of ca<br>o the International Sys   | libration<br>tem of  | ÷  |                                 |   |  |   |                         |                                   |                     |
| CALIBRATION RESULTS                                   | The results have been presented on page 2 of this<br>of measurement.  | certificate including ur  | acertainty   |  |                                 |   |  |   |                         |                                   |                     |
| UNCERTAINTY OF<br>MEASUREMENTS                        | Uncertainty of measurement has been evaluated in<br>M:2013. The expanded uncertainty assigned corre<br>probability of 95 % and the coverage factor $k = 2$ .  | a compliance with EA-<br>sponds to a coverage   | 4/02   |  |                                 |   | 63   |   |                         |                                   |                     |
| AP<br>120   | KIEROWNI<br>WZOROW<br>R.<br>mgr inž   | k LABORATOPIUM<br>RADIOAKTYWNOSCI<br>Driud<br>Tomasz Dziel  |  | 151971<br>-  |                                 |   |  |   |                         |                                   |                     |
| met r   |   |   |  | in the second se |                                 |   |  |   |                         |                                   |                     |

Εικ. 5.7 Πιστοποιητικό πρότυπου διαλύματος Am-241

Σύμφωνα και με το πιστοποιητικό του πρότυπου διαλύματος, η συνολική ενεργότητα του Am-241 στην αμπούλα ήταν 201.1 ± 2.3 Bq·g<sup>-1</sup> (σε επίπεδο εμπιστοσύνης 1σ), την ημερομηνία αναφοράς 15-06-2018, ενώ η καθαρή μάζα του διαλύματος της αμπούλας 5.10431 g. Ως διαλύτης χρησιμοποιείται το υδροχλωρικό οξύ (HCl) 1 M.

Η συγκέντρωση Am-241 στην αμπούλα της POLATOM είναι σημαντικά μεγαλύτερη από την αναγκαία για τη βαθμονόμηση. Επομένως, χρειάστηκε αραίωση (make-up), προκειμένου να

επιτευχθεί μικρότερη συγκέντρωση για τη παρασκευή του πρότυπου δείγματος. Για την αραίωση και για την παρασκευή του πρότυπου δείγματος χρησιμοποιήθηκε ο εξοπλισμός που ήδη έχει αναφερθεί για το Cl-36 πλην του διαλύματος HCl.

Η διαδικασία που ακολουθήθηκε έχει ως εξής:

- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος της αμπούλας της POLATOM και βρέθηκε 17.4676g.
- Μετρήθηκε το βάρος κενού γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 15.6839g (AΠΟΒΑΡΟ).
- Μετρήθηκε το βάρος πώματος γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 1.5567g.
- Αποσφραγίστηκε η αμπούλα της POLATOM.
- Λήφθηκαν 0.5 mL με τη πιπέτα ακριβείας και μεταγγίστηκαν στο γυάλινο φιαλίδιο.
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος του γυάλινου φιαλιδίου και βρέθηκε 16.1929g.
- Σφραγίστηκε το φιαλίδιο με το πώμα του με την κατάλληλη συσκευή σφράγισης όπως αυτή που διακρίνεται στην Εικόνα 5.5.
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος του σφραγισμένου φιαλιδίου και βρέθηκε 17.7493g.
- Το υπόψη φιαλίδιο ονομάστηκε "1" και παραχωρήθηκε στην Ελληνική Επιτροπή
   Ατομικής Ενέργειας (ΕΕΑΕ) για τα δικά της πειράματα.
- Η διαδικασία επαναλήφθηκε για τη παρασκευή ενός ακόμη φιαλιδίου με παρόμοιο τρόπο:
   του φιαλιδίου "2".
- Για το φιαλίδιο "2" χρησιμοποιήθηκε 4.5 mL από την αμπούλα της POLATOM.
- Το ΑΠΟΒΑΡΟ του φιαλιδίου "2" βρέθηκε 15.7069g.
- Το τελικό βάρος του φιαλιδίου "2" χωρίς πώμα βρέθηκε 20.2215g.
- Το τελικό βάρος του φιαλιδίου "2" με πώμα βρέθηκε 21.6906g.
- Δεν υπήρξε υπόλοιπο στην αμπούλα της POLATOM.
- Το γυάλινο φιαλίδιο "2" αποθηκεύτηκε ως πρότυπο δείγμα -α εκπομπού.
- Η διαδικασία έγινε τον Φεβρουάριο του 2019 (01-02-2019).

## 5.6 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -β εκπομπό

Ακολουθήθηκε η εξής διαδικασία, που πραγματοποιήθηκε τον Δεκέμβριο του 2021 (21-12-2021):

- Χρησιμοποιήθηκε το φιαλίδιο "1".
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος του φιαλιδίου "1" με πώμα και βρέθηκε 37.3166g.
- Συγκρίθηκε με το αντίστοιχο μεικτό βάρος που είχε βρεθεί τον Μάρτιο του 2019, το οποίο ήταν 37.3686g. Η διαφορά θεωρείται αμελητέα.
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος φιαλιδίου "1" χωρίς πώμα και βρέθηκε 35.7213g.

- Συγκρίθηκε με το αντίστοιχο μεικτό βάρος που είχε βρεθεί τον Μάρτιο του 2019, το οποίο ήταν 35.8093g. Η διαφορά θεωρείται αμελητέα.
- Λήφθηκαν 1.2 mL από το φιαλίδιο "1" και τοποθετήθηκαν σε πλαστικό φιαλίδιο υγρού σπινθηρισμού ονομαστικού όγκου 20 mL. Ο όγκος 1.2 mL επιλέχθηκε κατάλληλα ώστε το δείγμα αναφοράς με -β εκπομπό να προκύψει με pH 1.7 και όγκο 6 mL σύμφωνα με τα απαιτούμενα από το εφαρμοζόμενο πρότυπο ISO 11704:2018 (βλ. αμέσως παρακάτω).
- Το νέο τελικό βάρος του φιαλιδίου "1" χωρίς πώμα βρέθηκε 34.4623g.
- Το νέο τελικό βάρος του φιαλιδίου "1" με πώμα βρέθηκε 36.0117g.
- Σύμφωνα με το εφαρμοζόμενο πρότυπο ISO 11704:2018 το κατάλληλο pH του δείγματος για μέτρηση με υγρό σπινθηρισμό πρέπει να είναι στη περιοχή 1.7. Δεχόμενοι ότι τα 1.2 mL από το φιαλίδιο "1" βρίσκονται σε τιμή pH 1 (0.1 M HCl) απαιτούνται να προστεθούν 4.8 mL H<sub>2</sub>O ώστε να προκύψουν 6 mL δείγματος αναφοράς με το συνιστώμενο pH 1.7 (αραίωση κατά Arrhenius).
- Στο πλαστικό φιαλίδιο προστίθενται υγρός σπινθηριστής τύπου ULTIMA GOLD Α/Β της εταιρίας κατασκευής Perkin Elmer. Ο υγρός σπινθηριστής παραχωρήθηκε στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας από την ΕΕΑΕ.
- Ο όγκος του υγρού σπινθηριστή που προστέθηκε ήταν 14 mL (ή 13.72g, η πυκνότητα του υγρού σπινθηριστή θεωρείται 0.98g cm<sup>-3</sup>). Με αυτόν τον τρόπο στο προς μέτρηση μίγμα αναφοράς τηρείται η αναλογία δείγματος προς σπινθηριστή στη συνιστώμενη τιμή 6 προς 14 και ο συνολικός όγκος του μίγματος προκύπτει ίσος με 20 mL, που είναι ίσο με τη χωρητικότητα του πλαστικού φιαλιδίου.
- Το τελικό βάρος του μίγματος αναφοράς βρέθηκε 28.0201g.

## 5.7 Προετοιμασία μίγματος αναφοράς με -α εκπομπό

Ακολουθήθηκε η εξής διαδικασία, που πραγματοποιήθηκε τον Δεκέμβριο του 2021 (21-12-2021):

- Χρησιμοποιήθηκε το φιαλίδιο "2".
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος του φιαλιδίου "2" με πώμα και βρέθηκε 21.6648g.
- Συγκρίθηκε με το αντίστοιχο μεικτό βάρος που είχε βρεθεί τον Μάρτιο του 2019, το οποίο ήταν 21.6906g. Η διαφορά θεωρείται αμελητέα.
- Μετρήθηκε το μεικτό βάρος φιαλιδίου "2" χωρίς πώμα και βρέθηκε 20.1796g.
- Συγκρίθηκε με το αντίστοιχο μεικτό βάρος που είχε βρεθεί τον Μάρτιο του 2019, το οποίο ήταν 20.2215g. Η διαφορά θεωρείται αμελητέα.

- Λήφθηκαν 0.12 mL από το φιαλίδιο "2" και τοποθετήθηκαν σε πλαστικό φιαλίδιο υγρού σπινθηρισμού ονομαστικού όγκου 20 mL. Ο όγκος 0.12 mL επιλέχθηκε κατάλληλα ώστε το δείγμα αναφοράς με -α εκπομπό να προκύψει με pH 1.7 και όγκο 6 mL σύμφωνα με τα απαιτούμενα από το εφαρμοζόμενο πρότυπο ISO 11704:2018 (βλ. αμέσως παρακάτω).
- Το νέο τελικό βάρος του φιαλιδίου "2" χωρίς πώμα βρέθηκε 20.0549g.
- Το νέο τελικό βάρος του φιαλιδίου "2" με πώμα βρέθηκε 21.6543g.
- Σύμφωνα με το εφαρμοζόμενο πρότυπο ISO 11704:2018 το κατάλληλο pH του δείγματος για μέτρηση με υγρό σπινθηρισμό πρέπει να είναι στη περιοχή 1.7. Δεχόμενοι ότι τα 0.12 mL από το φιαλίδιο "1" βρίσκονται σε τιμή pH 0 (1 M HCl) απαιτούνται να προστεθούν 5.88 mL H<sub>2</sub>O ώστε να προκύψουν 6 mL δείγματος αναφοράς με το συνιστώμενο pH 1.7 (αραίωση κατά Arrhenius).
- Στο πλαστικό φιαλίδιο προστίθενται υγρός σπινθηριστής τύπου ULTIMA GOLD Α/Β της εταιρίας κατασκευής Perkin Elmer. Ο υγρός σπινθηριστής παραχωρήθηκε στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας από την ΕΕΑΕ.
- Ο όγκος του υγρού σπινθηριστή που προστέθηκε ήταν 14 mL (ή 13.72g, η πυκνότητα του υγρού σπινθηριστή θεωρείται 0.98g cm<sup>-3</sup>). Με αυτόν τον τρόπο στο προς μέτρηση μίγμα αναφοράς τηρείται η αναλογία δείγματος προς σπινθηριστή στη συνιστώμενη τιμή 6 προς 14 και ο συνολικός όγκος του μίγματος προκύπτει ίσος με 20 mL, που είναι ίσο με τη χωρητικότητα του πλαστικού φιαλιδίου.
- Το τελικό βάρος του μίγματος αναφοράς βρέθηκε 27.90g.

## 5.8 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -β εκπομπό

Η ραδιενέργεια του προτύπου δείγματος με -β εκπομπό υπολογίζεται με βάση την παρακάτω σχέση:

$$A = A_0 \exp\left(-\frac{\ln 2}{T_{1/2}}t\right) \frac{m_1}{m_2} \frac{m_3}{m_4}$$
(5.1)

όπου

A: η συγκέντρωση (Bq·g<sup>-1</sup>) του Cl-36 στο δείγμα αναφοράς.

 $A_0$ : η συγκέντρωση (Bq·g<sup>-1</sup>) του Cl-36 στο πρότυπο διάλυμα (της POLATOM).

 $T_{1/2}$ : ο χρόνος ημιζωής του Cl-36

*t*: ο χρόνος που μεσολαβεί από την ημέρα αναφοράς (15-06-2018) της συγκέντρωσης του πρότυπου διαλύματος μέχρι την ημέρα της παρασκευής του μίγματος αναφοράς (21-12-2021).

Ο παράγοντας

$$\exp\left(-\frac{\ln 2}{T_{1/2}}t\right)$$

εκφράζει την απομείωση της ραδιενέργειας με την πάροδο του χρόνου. Δεδομένου ότι

 $t \ll T_{1/2}$ 

ο υπόψη παράγοντας αγνοείται, οπότε η (5.1) εκφυλλίζεται στη

$$A = A_0 \frac{m_1}{m_2} \frac{m_3}{m_4}$$
(5.2)

όπου

*m*<sub>1</sub>: η μάζα (g) του πρότυπου διαλύματος (POLATOM), η οποία μεταφέρθηκε στο πρότυπο δείγμα.

m<sub>2</sub>: η μάζα (g) του πρότυπου δείγματος.

m<sub>3</sub>: η μάζα (g) του πρότυπου δείγματος, η οποία μεταφέρθηκε στο δείγμα αναφοράς.

*m*<sub>4</sub>: η μάζα (g) του δείγματος αναφοράς που χρησιμοποιήθηκε για το μίγμα αναφοράς.

Για το φιαλίδιο "1" του -β εκπομπού που χρησιμοποιήθηκε ως πρότυπο δείγμα, αντικαθιστώντας  $A_0 = 220.7 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$ ,  $m_1 = 1$  g,  $m_2 = 19.9873$  g (=35.8093-15.8220),  $m_3 = 1.259$  g και  $m_4 = 6.059$  g (=1.259 + 4.8) στη σχέση (5.2) προκύπτει ότι η συγκέντρωση (Bq·g<sup>-1</sup>) του Cl-36 στο δείγμα αναφοράς είναι 2.294 Bq·g<sup>-1</sup>. Επομένως η ολική ραδιενέργεια στο μίγμα αναφοράς προέκυψε ίση με 13.90 Bq (=2.294 × 6.059).

### 5.9 Ραδιενέργεια δείγματος αναφοράς με -α εκπομπό

Η ραδιενέργεια του προτύπου δείγματος με -α εκπομπό υπολογίζεται ομοίως με βάση τη σχέση (5.1).

Και σε αυτή τη περίπτωση αν είναι

*t*: ο χρόνος που μεσολαβεί από την ημέρα αναφοράς (15-06-2018) της συγκέντρωσης του πρότυπου διαλύματος μέχρι την ημέρα της παρασκευής του μίγματος αναφοράς (21-12-2021).

Ο παράγοντας

$$\exp\left(-\frac{\ln 2}{T_{1/2}}t\right)$$

5-13

εκφράζει την απομείωση της ραδιενέργειας με την πάροδο του χρόνου. Δεδομένου ότι για το Am-241

$$t \ll T_{1/2}$$

ο υπόψη παράγοντας αγνοείται, οπότε η (5.1) εκφυλλίζεται στη (5.2).

Για το φιαλίδιο "2" του -α εκπομπού που χρησιμοποιήθηκε ως πρότυπο δείγμα, αντικαθιστώντας  $A_0 = 201.1 \pm 2.3 \text{ Bq} \cdot \text{g}^{-1}$ ,  $m_1 = 4.5146 \text{ g}$ ,  $m_2 = 4.5146 \text{ g}$ ,  $m_3 = 0.1247 \text{ g}$  και  $m_4 = 6.0047 \text{ g}$  (=0.1247 + 4.8) στη σχέση (5.2) προκύπτει ότι η συγκέντρωση (Bq·g<sup>-1</sup>) του Am-241 στο δείγμα αναφοράς είναι 4.1763 Bq·g<sup>-1</sup>. Επομένως η ολική ραδιενέργεια στο μίγμα αναφοράς προέκυψε ίση με 25.08 Bq (=4.1763 × 6.0047).

### 5.10 Αβεβαιότητες ραδιενέργειας των δειγμάτων αναφοράς

Γίνονται οι παρακάτω συλλογισμοί για την εκτίμηση της σχετικής (%) αβεβαιότητας σε επίπεδο εμπιστοσύνης 1σ. Για τον υπολογισμό αυτής της αβεβαιότητας λαμβάνονται υπόψη μόνο οι αβεβαιότητες τύπου Β (συστηματικά σφάλματα) που υπεισέρχονται στη μέτρηση. Επομένως

$$u = \sqrt{u_s^2 + u_w^2} \tag{5.3}$$

όπου

 $u_s$  η σχετική αβεβαιότητα προτύπου διαλύματος (source) για το Cl-36 =  $100 \times (2.4/220.7) = 1.0874\%$  σύμφωνα με το πιστοποιητικό του πρότυπου διαλύματος.

 $u_s$  η σχετική αβεβαιότητα προτύπου διαλύματος (source) για το Am-241 =  $100 \times (2.3/201.1)$ = 1.1437% σύμφωνα με το πιστοποιητικό του πρότυπου διαλύματος.

 $u_w$  η σχετική αβεβαιότητα ζύγισης ή / και ογκομέτρησης. Αυτή η αβεβαιότητα, επειδή δεν υπάρχει στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας πρόσφατη διαπίστευση των χρησιμοποιούμενων ζυγών και πιπετών ακριβείας, μπορεί να εκτιμηθεί ως εξής: Γίνεται δεκτό ότι όλες οι μετρήσεις μάζας βρίσκονται περί την τάξη μεγέθους 10g και ότι το αντίστοιχο σφάλμα βρίσκεται στο 0.01g. Επομένως  $u_s = 0.1\%$ .

Το συμπέρασμα είναι ότι η σχετική αβεβαιότητα των μετρήσεων σε επίπεδο εμπιστοσύνης 1σ ταυτίζεται με τη σχετική αβεβαιότητα που αναφέρεται στο πιστοποιητικό του προτύπου διαλύματος.

### 5.11 Σχόλια και συμπεράσματα

Η διαδικασία παρασκευής μιγμάτων αναφοράς με γνωστή ραδιενέργεια ιχνηλάσιμη προς τα πίσω έως και τα πρότυπα διαλύματα, από τα οποία παρασκευάστηκαν είναι απολύτως απαραίτητη για τη βαθμονόμηση συσκευών υγρού σπινθηρισμού. Με βάση τα μίγματα αναφοράς υπολογίζονται οι βαθμοί απόδοσης για την ανίγνευση -α και -β σωματιδίων και ο τρόπος που τα δύο αυτά είδη ακτινοβολίας διαχωρίζονται. Η ορθή παρασκευή των μιγμάτων αναφοράς είναι το ουσιαστικότερο βήμα ενός συστήματος ποιότητας μετρήσεων με τη μέθοδο του υγρού σπινθηρισμού. Η ραδιενέργεια των μιγμάτων αναφοράς συνοδεύεται τουλάχιστον από αβεβαιότητες τύπου Β, οι οποίες παρουσιάστηκαν σε επίπεδο εμπιστοσύνης 1σ. Δεδομένου ότι οι μεγαλύτερες αβεβαιότητες αυτού του τύπου συνδέονται με τις αβεβαιότητες των προτύπων διαλυμάτων της POLATOM, οι υπολογισμοί έδειξαν ότι ακόμα και αν οι αβεβαιότητες μετρήσεως των διαφόρων μαζών εκτιμηθούν σε ένα μέγιστο 0.1%, αυτό που παίζει ρόλο στη τελική τιμή των αβεβαιοτήτων είναι μόνο οι αβεβαιότητες των προτύπων διαλυμάτων, οι οποίες βρίσκονται στη περιοχή του 1%. Στο επόμενο Κεφάλαιο 6 θα παρουσιαστούν οι συσκευές υγρού σπινθηρισμού που διατίθενται στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας και θα αναλυθεί η γραφειοκρατική οργάνωση που απαιτείται για την παραγωγική χρήση μίας τουλάχιστον από αυτές.

# ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6 ΣΥΣΚΕΥΕΣ ΥΓΡΟΥ ΣΠΙΝΘΗΡΙΣΜΟΥ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ ΠΥΡΗΝΙΚΗΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΕΜΠ

### 6.1 Εισαγωγή

Στο Κεφάλαιο 5 αναλύθηκε η διαδικασία παρασκευής των προτύπων βαθμονόμησης για τις συσκευές υγρού σπινθηρισμού του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας με ιχνηλασιμότητα στα πρότυπα διαλύματα της POLATOM. Στο Κεφάλαιο 6 θα παρουσιαστούν οι συσκευές υγρού σπινθηρισμού του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας, δηλαδή η συσκευή TRIATHLER MULTILABEL TESTER της εταιρείας κατασκευής HIDEX και η συσκευή TRICARB 2910TR της εταιρείας κατασκευής PERKIN ELMER. Συγκεκριμένα, θα γίνει αναφορά στις βασικές δυνατότητες των συσκευών καθώς και στις προαιρετικές δυνατότητές τους. Η ανάπτυξη για τη συσκευή TRIATHLER θα είναι μικρότερης σχετικά έκτασης ενώ η ανάπτυξη για τη συσκευή TRICARB θα είναι σαφώς μεγαλύτερης έκτασης. Ο λόγος για αυτό είναι επειδή στη συνέχεια αυτής της Διπλωματικής Εργασίας, θα παρουσιαστεί ένα παράδειγμα χρήσης της συσκευής TRICARB. Παραδείγματα χρήσης της συσκευής TRIATHLER θα παρουσιαστούν, αν δοθεί ευκαιρία, σε διαφορετική Διπλωματική Εργασία. Δεν κρίθηκε σκόπιμο σε αυτή τη Διπλωματική Εργασία να δοθούν παραδείγματα και για τις δύο συσκευές, διότι το μέγεθος της Εργασίας θα ξεπερνούσε σημαντικά τα απαιτούμενα στο πλαίσιο μιας Διπλωματικής. Φυσικά η παρουσίαση που γίνεται τόσο για το TRIATHLER όσο και για το TRICARB δεν ξεπερνάει σε καμία περίπτωση τα όρια μιας περίληψης με περιορισμένα λειτουργικά χαρακτηριστικά. Ο λόγος είναι διότι ο τρόπος λειτουργίας των συσκευών αυτών περιγράφεται σε σχετικώς εκτεταμένα εγχειρίδια, για τα οποία η μεταφορά σε αυτό το κείμενο δεν έχει νόημα. Επιπλέον, τόσο η εταιρεία HIDEX όσο και η εταιρεία PERKIN ELMER έχουν δημοσιεύσει πάρα πολλά άρθρα εφαρμογών (application notes) για τις συσκευές αυτές, στα οποία γίνεται επιπλέον περιγραφή τεχνικών λεπτομερειών που δεν περιέχονται στα εγχειρίδια. Ειδικότερα, τα εγχειρίδια και τα άρθρα εφαρμογών στα οποία βασίζεται το κείμενο του Κεφαλαίου 6 είναι τα:

HIDEX DOC 410-001

Kobayashi, 1988 PERKIN ELMER, 2011a και PERKIN ELMER, 2011b.

## 6.2 Συσκευή TRIATHLER εταιρείας κατασκευής HIDEX

Η συσκευή υγρού σπινθηρισμού TRIATHLER, είναι ένα από τα προϊόντα αυτής της κατηγορίας που κατασκευάζει η Φιλανδική εταιρεία HIDEX OY. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας απόκτησε μία τέτοια συσκευή στις αρχές της δεκαετίας του 2000, με τα ακόλουθα χαρακτηριστικά: TRIATHLER MULTILABEL TESTER (PB) A/B, τύπος 425004 με σειριακό αριθμό S/N 2030410, τα οποία αναλύονται όπως παρακάτω.

Η εικόνα της συσκευής είναι αυτή που διακρίνεται στην Εικόνα 6.1. Οι κύριες διαστάσεις της συσκευής είναι L=330 mm, W=250 mm και H=190 mm. Το βάρος της συσκευής χωρίς θωράκιση μολύβδου είναι περίπου 9 kg. Η συσκευή στη βασική της έκδοση (TRIATHLER LSC) διαθέτει ένα φωτοπολλαπλασιαστή και μπορεί να υποδεχθεί προς ανάλυση ένα μόνο δείγμα. Η συσκευή μπορεί να τροφοδοτηθεί με ρεύμα 110-250V AC ή με 12V DC. Η δυνατότητα αυτόνομης λειτουργίας και η φορητότητά της λόγω μικρού μεγέθους και βάρους την καθιστούν πολύ καλή επιλογή για εφαρμογές που απαιτούν μετρήσεις "στο πεδίο", εκτός του εργαστηριακού χώρου ή για εκπαιδευτικούς σκοπούς. Βεβαίως η αξία της συσκευής μετριάζεται επειδή υποδέχεται ένα μόνο δείγμα τη φορά.



Εικ. 6.1 Όψη της συσκευής Triathler (από το διαδίκτυο)

Το δείγμα μπορεί να βρίσκεται σε φιαλίδιο όγκου 20 mL ή σε φιαλίδιο όγκου 6-8 mL (βλ. σε προηγούμενα Κεφάλαια) ή σε φιαλίδιο τύπου Eppendorf για δείγματα όγκου 1 mL όπως στην Εικόνα 6.2.



Εικ. 6.2 Όψη φιαλιδίου Eppendorf (από το διαδίκτυο, μη φυσικές διαστάσεις)

Ο φωτοπολλαπλασιαστής συνδέεται με πολυκαναλικό αναλυτή 1024 διαύλων. Όπως έχει ήδη αναφερθεί σε προηγούμενο Κεφάλαιο για τους σκοπούς του υγρού σπινθηρισμού τέτοιοι πολυκαναλικοί αναλυτές έχουν ανάλυση 2 keV ανά κανάλι και η ενεργειακή περιοχή που καλύπτουν είναι από 0 έως 2000 keV. Για τη συσκευή TRIATHLER αναφέρεται ότι καλύπτει ενεργειακή περιοχή από 2 έως 2000 keV. Στην Εικόνα 6.3 διακρίνεται η θέση του φωτοπολλαπλασιαστή στο εσωτερικό της συσκευής, κάτω από το σημείο που σημειώνεται με τη μαύρη βούλα. Ο φωτοπολλαπλασιαστής είναι τοποθετημένος κατά τον κατακόρυφο άξονα και το παράθυρό του (η φωτοκάθοδος) "κοιτάει" προς τον θάλαμο που τοποθετούνται τα φιαλίδια.



Εικ. 6.3 Θέση του φωτοπολλαπλασιαστή στο εσωτερικό του TRIATHLER (κάτω από τη βούλα, από το διαδίκτυο)

Στην Εικόνα 6.4 διακρίνεται ο υποδοχέας (holder) φιαλιδίου 20 mL με και χωρίς φιαλίδιο. Στην Εικόνα 6.5 διακρίνεται ο υποδοχέας του φιαλιδίου 6-8 mL με και χωρίς φιαλίδιο. Στην Εικόνα 6.6 διακρίνεται ο υποδοχέας του φιαλιδίου Eppendorf με και χωρίς φιαλίδιο.



Εικ. 6.4 Υποδοχέας (holder) φιαλιδίου 20 mL με (αριστερά) και χωρίς φιαλίδιο (δεξιά)



Εικ. 6.5 Υποδοχέας (holder) φιαλιδίου 6-8 mL με (αριστερά) και χωρίς φιαλίδιο (δεξιά)



Εικ. 6.6 Υποδοχέας (holder) φιαλιδίου Eppendorf με (αριστερά) και χωρίς φιαλίδιο (δεξιά)

Οι υποδοχείς φιαλιδίων είναι κυλινδρικοί και έχουν εξωτερικά μαύρο χρώμα ώστε να αποφεύγεται η ανάκλαση του φωτός στο εξωτερικό τους. Εσωτερικά έχουν λευκό χρώμα ώστε να ενισχύεται η ανάκλαση του φωτός προς τον φωτοπολλαπλασιαστή. Στην πλευρά των υποδοχέων υπάρχει άνοιγμα, από το οποίο εξέρχεται το φως για να συναντήσει τον φωτοπολλαπλασιαστή. Η φόρτωση ενός υποδοχέα με φιαλίδιο στο θάλαμο της συσκευής γίνεται με το χέρι. Στην Εικόνα 6.7 φαίνεται τοποθετημένος ένας υποδοχέας με φιαλίδιο προς μέτρηση στο θάλαμο της συσκευής.



Εικ. 6.7 Υποδοχέας με φιαλίδιο προς μέτρηση στο θάλαμο του TRIATHLER



Εικ. 6.8 Φωτοστεγανό κάλυμμα του θαλάμου του TRIATHLER στην ανοικτή θέση

Ο χρήστης για να ξεκινήσει μία μέτρηση πρέπει πρώτα να στρέψει το φωτοστεγανό κάλυμμα του θαλάμου που διακρίνεται στην Εικόνα 6.8 με ωρολογιακή φορά από την ανοικτή θέση προς την κλειστή θέση ώστε να εξασφαλιστεί η φωτοστεγάνωση και το άνοιγμα του υποδοχέα να στραφεί προς τον φωτοπολλαπλασιαστή (βλ. Εικόνα 6.9. με το φωτοστεγανό κάλυμμα στην κλειστή θέση).



Εικ. 6.9 Φωτοστεγανό κάλυμμα του θαλάμου του TRIATHLER στην κλειστή θέση

Στις δυνατότητες της βασικής συσκευής συμπεριλαμβάνεται η συλλογή φάσματος είτε σε γραμμική είτε σε λογαριθμική κλίμακα, η σύνδεσή της με Η/Υ μέσω σειριακής θύρας και κατάλληλο λογισμικό ώστε το φάσμα να μεταφέρεται προς αποθήκευση ή επεξεργασία και άλλο κατάλληλο λογισμικό για την επεξεργασία των φασμάτων. Η συσκευή μπορεί να λειτουργήσει και να δώσει αποτελέσματα χωρίς σύνδεση με Η/Υ μέσω της χρήσης ειδικού πληκτρολογίου και μιας οθόνης LCD μικρών διαστάσεων, η οποία μπορεί να προβάλει μέγρι 32 αλφαριθμητικούς χαρακτήρες σε 2 γραμμές (2×16). Το πληκτρολόγιο χρησιμεύει για την επιλογή κατάλληλων πρωτοκόλλων για μέτρηση ασταθών πυρήνων που ενδιαφέρουν σε περιοχές ενδιαφέροντος του φάσματος όπως π.χ. του Η-3 και του C-14. Τα αποτελέσματα αυτής της διαδικασίας μπορούν να εκτυπώνονται απευθείας σε εκτυπωτή μέσω της σειριακής θύρας. Σύμφωνα με τον κατασκευαστή, ο βαθμός απόδοσης για τη μέτρηση -β σωματιδίων μπορεί να φτάσει μέχρι και περίπου 50%, όταν μετριέται Η-3 ή ακόμα και περίπου 70% όταν μετριέται C-14 (βλ. για παράδειγμα το πιστοποιητικό βαθμού απόδοσης της συσκευής που κατέχει το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεγνολογίας στην Εικόνα 6.10). Τα πρωτόκολλα αυτά είναι πολλά για να καλυφθούν οι συνήθως αναγκαίες περιπτώσεις ασταθών πυρήνων που εκπέμπουν -β σωματίδια. Ένα από τα πρωτόκολλα αυτά αφορά σε φωτόνια χαμηλών ενεργειών στην περιοχή κοντά ή μέσα στο ορατό φως. Η περιοχή αυτή ονομάζεται LUM και χρησιμεύει για την ποσοτική εκτίμηση του φαινομένου luminescence, το οποίο είναι η φωταύγεια από χημικές ή ενζυμικές αντιδράσεις. Το ελάχιστο όριο ανίχνευσης για αυτό το πρωτόκολλο μέτρησης προσδιορίζεται σε 10 attomol ATP (1 attomol =  $10^{-18}$  mole). Για τον ορισμό του μεγέθους ATP μπορεί κάποιος να ανατρέξει στη Wikipedia. Σύμφωνα με τον κατασκευαστή, αυτή η συσκευή υγρού σπινθηρισμού μπορεί να καταγράφει μέχρι 2.000.000 CPM όταν μετρά με υγρό σπινθηρισμό. Όταν μετρά luminescence η συσκευή μπορεί να καταγράψει έως και 30.000.000 CPS (counts per second). Σε κάθε περίπτωση, ο γρόνος μέτρησης μπορεί να επιλεχθεί από 0.1 δευτερόλεπτα έως και 99999 λεπτά.

Η συσκευή που έχει προμηθευτεί το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας είναι ενισχυμένων δυνατοτήτων, με επιπλέον κόστος, ως εξής:

(α) Είναι δυνατόν να διαχωρίζει τα -α από τα -β σωματίδια.

(β) Διαθέτει θωράκιση μολύβδου πάχους 10mm ώστε φωτόνια από το περιβάλλον να μην αλληλεπιδρούν με το φωτοπολλαπλασιαστή και δημιουργούν αυξημένο υπόστρωμα.

# QUALITY CONTROL CERTIFICATE

#### Date: 24-Sep-2003

| Model<br>Serial No.<br>Options  | 425-004<br>2030410<br>525-001<br>525-100 | Triathler Mu<br>A/B separat | ter<br>Orde<br>Distr | er No:<br>ributor: | 202199-GR/25.8.2003<br>HVD Vertriebs-GmbH |                          |         |   |  |
|---|--|-----------------------------|----------------------|--------------------|---|--------------------------|---------|---|--|
|   | 520-100 Internal Lead Shield             |                             |                      | Cust               | tomer:                                    | National Technical Univ. |         |   |  |
| Tested by:  | Tested by: TO                            |                             |                      |                    |   | of Athens                |         |   |  |
| 2   |  |                             |                      |                    |   | GREECE                   |         |   |  |
| Visual check<br>Temperature r<br>Mechanical op<br>Software funct<br>Software versio | ange test<br>erations<br>ions<br>on      |                             | X<br>X<br>X<br>1.8   |                    |   |                          |         |   |  |
|   |  | H-3                         | C-14                 | P-32               | Lumin.                                    | I-125                    | Cs-137  | 1 |  |
| Backgroun   | d, CPM                                   | 66                          | 97                   |                    | 20 cps                                    | 114                      | 79      |   |  |
| Counting e  | fficiency %                              | 42                          | 87                   |                    |   | 70                       | 5.2     |   |  |
| Counting w  | vindow                                   | 30-120                      | 50-900               | 5-1023             |   | 15-75                    | 520-780 |   |  |
| PMT volta   | ge V                                     | 1115                        | 1115                 | 1115               | 1220                                      | 991                      | 991     |   |  |

The LSC calibration has been made with unquenched standards (Wallac 1215-112). The standard volumes are 4 mL . Nuclides used are H-3, C-14 and blank.

Luminescence background is measured without a sample, the measuring chamber empty.

I-125 counting efficiency has been calculated from I-129 calibration standard (Wallac 1270-102).

Cs-137 counting efficiency is determined using a Cs-137 standard (NEN).

#### COMMENTS:

| Alpha/beta separation in <rn222> protocol (behind Extra key).</rn222>                                  |
|--|
| - LOG MCA selected.  |
| <ul> <li>Default settings are for MaxiLight cocktail. (HV 1080, PLI 352, ygain 80, ypos 43)</li> </ul> |
| <ul> <li>Attached is 2D sheet for Rn-222 extracted from water in MaxiLight cocktail.</li> </ul>        |
|  |
|  |

Εικ. 6.10 Πιστοποιητικό βαθμού απόδοσης TRIATHLER

(γ) Διαθέτει μικρό κυλινδρικό ανιχνευτή ιωδιούχου νατρίου (NaI) με διαστάσεις 32×32 mm, για τη μέτρηση δειγμάτων που εκπέμπουν φωτόνια. Σε αυτήν την περίπτωση ο κρύσταλλος NaI που βρίσκεται στο εσωτερικό του οργάνου στο πάνω αριστερό τεταρτημόριο, στρέφεται έτσι ώστε να τοποθετηθεί μεταξύ του φωτοπολλαπλασιαστή και του θαλάμου του δείγματος με τη βοήθεια του μοχλού που διακρίνεται κάτω δεξιά στην Εικόνα 6.1. Ο σχετικός χειρισμός του μοχλού, προς τα αριστερά, διακρίνεται στην Εικόνα 6.11.



Εικ. 6.11 Χειρισμός μοχλού μετακίνησης ανιχνευτή ΝαΙ (από το διαδίκτυο)

Όταν έχει γίνει η στροφή ανοίγει ταυτόχρονα και η κατάλληλη υποδοχή ώστε να τοποθετηθεί για μέτρηση το φιαλίδιο με το δείγμα (όπως στην Εικόνα 6.12)Το δείγμα στερεό ή υγρό, τοποθετείται σε φιαλίδιο γεωμετρίας 6-8 mL, ή παρόμοιο του οποίου όμως η διάμετρος δεν πρέπει να ξεπερνάει τα 13mm, ώστε να μπορεί να τοποθετηθεί στην υποδοχή.



Εικ. 6.12 Άνοιγμα θαλάμου για μέτρηση με τον ανιχνευτή NaI (από το διαδίκτυο)

Το φιαλίδιο δεν είναι απαραίτητο να είναι πλαστικό ή γυάλινο. Για την μέτρηση αυτή δεν χρειάζεται να δημιουργηθεί φωτοστεγανότητα, το κάλυμμα των Εικόνων 6.8 και 6.9 δεν χρησιμοποιείται.

(δ) Διαθέτει λογισμικό για την ανίχνευση διαφορετικών μεταξύ τους ασταθών πυρήνων που εκπέμπουν -β σωματίδια (multilabel counting). Το λογισμικό αυτό μπορεί να λάβει υπόψη

διορθώσεις για σβέση (quench correction), καθώς επίσης και φαινόμενα συνακρόασης (crosstalk) -β ακτινοβολίας.

(ε) Ειδικά για τον ασταθή πυρήνα P-32, τα -β σωματίδια που εκπέμπονται είναι τόσο υψηλής ενέργειας που δεν απαιτείται για τη μέτρησή του μίγμα με υγρό σπινθηριστή, δεν απαιτείται δηλαδή προετοιμασία δείγματος. Η μέτρηση γίνεται τοποθετώντας το διάλυμα που περιέχει P-32 σε ένα φιαλίδιο Eppendorf και το φιαλίδιο τοποθετείται με τη σειρά του σε έναν κύλινδρο, ο οποίος πωλείται χωριστά, που είναι κατασκευασμένος από πλαστικό σπινθηριστή. Τα -β σωματίδια που εκπέμπονται από το P-32 διασχίζουν το Eppendorf και αλληλεπιδρούν με το πλαστικό σπινθηριστή παράγοντας το φως που μπορεί να μετρηθεί. Η σχετική υλοποίηση αποδίδεται στην Εικόνα 6.13.



Εικ. 6.13 Μέτρηση δείγματος με Ρ-32 (από το διαδίκτυο)

## 6.3 Συσκευή TRICARB εταιρείας κατασκευής PERKIN ELMER

### 6.3.1 Γενικά

Η συσκευή υγρού σπινθηρισμού TRICARB, κατασκευάζεται από την πολυεθνική επιστημονικών οργάνων PERKIN ELMER. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας απόκτησε μία τέτοια συσκευή στην αρχή του 2015, με τα ακόλουθα χαρακτηριστικά: TRICARB 2910TR LSA, τύπος B291001 με σειριακό αριθμό S/N SGTC05150539. Πρόκειται για συσκευή υγρού σπινθηρισμού ελεγχόμενη από Η/Υ ελάχιστης συγκρότησης: μνήμη 2 GB, χωρητικότητα δίσκου 80 GB, με λογισμικό σε λειτουργικό σύστημα MS Windows.

Η εικόνα της συσκευής είναι αυτή που διακρίνεται στην Εικόνα 6.14. Οι κύριες διαστάσεις της συσκευής είναι L=103 cm, W=81 cm και H=47 cm. Το βάρος της συσκευής μαζί με θωράκιση μολύβδου είναι περίπου 200 kg. Η συσκευή διαθέτει δύο φωτοπολλαπλασιαστές

και μπορεί να υποδεχθεί προς ανάλυση πολλά δείγματα. Η συσκευή τροφοδοτείται με ρεύμα 220V AC.



Εικ. 6.14 Η συσκευή TRICARB 2910TR της PERKIN ELMER (από το διαδίκτυο)

## 6.3.2 Βασική συγκρότηση υλικού

(α) Αυτόματη αλλαγή δειγμάτων με τη βοήθεια ενός μηχανοτρονικού συστήματος βασισμένου σε ιμάντες μεταφοράς.

(β) Ο χώρος των δειγμάτων διατηρείται σκοτεινός με τη βοήθεια του καλύμματος που διακρίνεται στην Εικόνα 6.15.



Εικ. 6.15 Χώρος δειγμάτων στη συσκευή υγρού σπινθηρισμού TRICARB (από το διαδίκτυο)

(γ) Το προς μέτρηση δείγμα "βυθίζεται" με τη βοήθεια του μηχανοτρονικού συστήματος σε φωτοστεγανό θάλαμο που βρίσκεται μεταξύ των δύο φωτοπολλαπλασιαστών, όπως στην Εικόνα 6.16 και Εικόνα 6.17.



Εικ. 6.16 Το σύστημα των δύο φωτοπολλαπλασιαστών στη συσκευή TRICARB

(από το διαδίκτυο)



Εικ. 6.17 Ο φωτοστεγανός θάλαμος μεταξύ των δύο φωτοπολλαπλασιαστών στη συσκευή TRICARB. Το "ελλειψοειδές" από περιστροφή περίγραμμα είναι μολύβδινη θωράκιση (από το διαδίκτυο)

(δ) Η μέτρηση δείγματος γίνεται με τη βοήθεια του πολυκαναλικού αναλυτή με διακριτική ικανότητα 0.1 keV.

(ε) Με τη βοήθεια του λογισμικού και άλλων εργαλείων το φάσμα μπορεί να αναλυθεί λαμβάνοντας υπόψη διορθώσεις που χρειάζονται λόγω luminescence, σβέσης και υποστρώματος. Η ανάλυση του φάσματος γίνεται σε παραθυρικό περιβάλλον.

(στ) Για τις διορθώσεις σβέσης διατίθεται ενσωματωμένη στη συσκευή πηγή Ba-133, η οποία εκπέμπει φωτόνια χαμηλών ενεργειών και λειτουργεί για τον υπολογισμό της παραμέτρου

σβέσης TSIE. Στην περίπτωση του υπόψη οργάνου η ραδιενέργεια του Ba-133 είναι 18.8 kBq ± 15%. Η ημερομηνία αναφοράς της ραδιενέργειας είναι 15 Σεπτεμβρίου 2014. Η πηγή αυτή είναι τοποθετημένη στο δάπεδο του σκοτεινού θαλάμου μεταξύ των δύο φωτοπολλαπλασιαστών.

(ζ) Τα δείγματα τοποθετούνται σε κασέτες συστήματος Varisette. Οι κασέτες είναι δύο τύπων: i) Κασέτα με 12 θέσεις για φιαλίδια των 20 mL όπως στην Εικόνα 6.18, και, ii) Κασέτα με 18 θέσεις για φιαλίδια των 6-8 mL ή / και για φιαλίδια 4 mL όπως στην Εικόνα 6.19. Η συσκευή μπορεί να δεχτεί 408 δείγματα (34 κασέτες) με φιαλίδια των 20 mL ή 720 δείγματα (40 κασέτες) με φιαλίδια των 6-8 mL (ή 4 mL).



Εικ. 6.18 Varisette με 12 θέσεις για φιαλίδια των 20 mL



Εικ. 6.19 Varisette με 18 θέσεις για φιαλίδια των 6-8 mL

(η) Η αναγνώριση του είδους των κασετών, του αύξοντα αριθμού τους, του πρωτοκόλλου μέτρησης που θα εφαρμοστεί για τα δείγματα που αυτές περιέχουν γίνεται με τη βοήθεια ενός συστήματος αρίθμησης μαγνητικών κωδικών, με αυτοκόλλητες μαγνητισμένες ετικέτες, το οποίο βρίσκεται στο πάνω αριστερό μέρος των κασετών (flag system). Διατίθενται ανταλλακτικές τέτοιες ετικέτες προκειμένου να αντικαθίστανται τυχόν φθαρμένες.

(θ) Τα διαθέσιμα πρωτόκολλα μπορεί να είναι μέχρι 30 διαφορετικά και εννέα από αυτά είναι εκ των προτέρων προγραμματισμένα (έτοιμα από την PERKIN ELMER ή από τον χρήστη). Αυτή η δυνατότητα μειώνει το χρόνο που χρειάζεται ο χρήστης για να προγραμματίσει τι θα γίνει σε μία σειρά από δείγματα σε μία ή περισσότερες κασέτες.

(ι) Η ημερομηνία και η ώρα των αναλύσεων τηρείται με τη βοήθεια του Η/Υ σε συνεργασία με το εσωτερικό χρονόμετρο της συσκευής, το οποίο υποστηρίζεται από μπαταρία.

### 6.3.3 Βασική συγκρότηση λογισμικού

(α) Το χρησιμοποιούμενο λογισμικό ονομάζεται QuantaSmart και η έκδοση 32-bit που διατίθεται στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας είναι αυτή για Windows 7. Το λογισμικό μπορεί να χρησιμοποιείται και σε περιβάλλον multi-user.

(β) Το λογισμικό επιτρέπει την παρακολούθηση της συλλογής του πλήρους φάσματος καθώς και την αποθήκευσή του. Το φάσμα μπορεί να ανακληθεί από την αντίστοιχη βάση δεδομένων είτε για παρατήρηση είτε για επιπλέον ανάλυση. Η επιπλέον ανάλυση είναι δυνατή μόνο όταν το όργανο έχει αγοραστεί με την επιλογή Replay και μόνο όταν τα πλήρη δεδομένα ενός συλλεχθέντος φάσματος έχουν αποθηκευτεί σε μορφή RTF (Rich Text Format).

(γ) Οι διορθώσεις σβέσης γίνονται με τη βοήθεια του λογισμικού χρησιμοποιώντας τις συνηθέστερες παραμέτρους ποσοτικοποίησης της σβέσης.

(δ) Διατίθενται έτοιμες βαθμονομήσεις με σβέση, οι οποίες αυτόματα αποδίδουν τη ραδιενέργεια (σε DPM) μιας περιοχής ενδιαφέροντος, χωρίς ο χρήστης να χρειαστεί να προχωρήσει σε δικές του βαθμονομήσεις.

(ε) Διατίθενται τεχνικές αυτόματης διασφάλισης ποιότητας, με τις οποίες εκτυπώνονται αναφορές για το υπόστρωμα, για τις τιμές  $\chi^2$  τόσο για το H-3 όσο και για τον C-14. Οι σχετικές αναφορές μπορούν να αποθηκεύονται στον H/Y. Οι σχετικές τεχνικές ονομάζονται Instrument Performance Assessment (IPA) και βασίζονται στη μέτρηση βαθμονομημένων προτύπων μιγμάτων με H-3 και C-14, καθώς και μίγματος υποστρώματος κατασκευασμένο με το ίδιο cocktail. Για τις τεχνικές IPA διατίθενται συγκεκριμένες κασέτες τόσο για γεωμετρία φιαλιδίων 20 mL όσο και για γεωμετρία φιαλιδίων 6-8 mL.

(στ) Αν στο δείγμα προκύπτει ότι υπάρχει luminescence η ανάλυσή του περιέχει σχετική προειδοποίηση.

(ζ) Αν το δείγμα παράγει φάσμα, στο οποίο υπάρχει συνακρόαση, το λογισμικό ανάλυσης μπορεί να την αφαιρέσει.

(η) Αν χρειάζονται διορθώσεις χρόνου ημιζωής αυτό μπορεί να γίνει για έως 3
 ανιχνευόμενους ασταθείς πυρήνες.

( $\theta$ ) H radienérgeia dínetai se Bq ή  $\mu$ Ci ή pCi.

(ι) Τα αποτελέσματα μιας ανάλυσης μπορούν να εξαχθούν και σε λογιστικό φύλλο MS Excel.

(ια) Στην ανάλυση μπορεί να προστεθούν και υπολογισμοί που ορίζονται από τον χρήστη.

(ιβ) Η αφαίρεση υποστρώματος μπορεί να γίνεται χειροκίνητα ή αυτόματα.

(ιγ) Μία μέτρηση δείγματος μπορεί να διαρκεί μέχρι και 9999.99 λεπτά.

(ιδ) Μια μέτρηση δείγματος μπορεί να διαρκεί μέχρι να ικανοποιηθεί η ελάχιστη τιμή σφάλματος που ορίζει ο χρήστης.

(ιε) Η εκκίνηση μιας μέτρησης δείγματος μπορεί να καθυστερήσει για χρονικό διάστημα που καθορίζεται από τον χρήστη έτσι ώστε να εξασφαλιστεί το κατάλληλο dark adaptation.

### 6.3.4 Κυριότερες προαιρετικές επιλογές συγκρότησης συσκευής

(α) Μηχανισμός διαχωρισμού -α και -β σωματιδίων μέσω της λειτουργίας PDA (Pulse Decay Analysis), η οποία καθορίζει την παράμετρο PDD (Pulse Decay Discriminator), με δυνατότητα αυτόματης βαθμονόμησης της παραμέτρου, αλλά και δυνατότητα επιλογής της από τον χρήστη, για την ελαχιστοποίηση της συνακρόασης -α και -β ακτινοβολίας (spillover ή cross-talk), δηλαδή της ταυτόχρονης μέτρησης -α και -β σωματιδίων. Οι καμπύλες διόρθωσης για το spillover αποθηκεύονται αυτόματα μέσω του παρεχόμενου λογισμικού στον Η/Υ. Αυτή η επιλογή υπάρχει ήδη εγκατεστημένη στη συσκευή TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας.

(β) Παραθυρικό λογισμικό SpectraWorks, το οποίο αναλύει φάσματα από -α, -β ή και -γ ακτινοβολίας. Μπορούν να προβάλλονται μέχρι και τέσσερα φάσματα ταυτόχρονα, είτε ξεχωριστά είτε με προβολή του ενός πάνω στο άλλο. Ο χρήστης μπορεί να κάνει μεγέθυνση σε οποιοδήποτε σημείο των αναλυόμενων φασμάτων. Τα φάσματα μπορεί να είναι γραμμικά ή λογαριθμικά. Επιτρέπεται στον χρήστη να προσθέσει, να αφαιρέσει και να πολλαπλασιάσει τα φάσματα μεταξύ τους ή και με σταθερές που αυτός καθορίζει. Αυτή η επιλογή υπάρχει ήδη εγκατεστημένη στη συσκευή TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας.

(γ) Σύστημα κλιματισμού, το οποίο εξασφαλίζει σταθερή θερμοκρασία και υγρασία στο φωτοστεγανό θάλαμο μέτρησης κατά την διάρκεια όλων των μετρήσεων. Η συσκευή TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας δεν διαθέτει αυτή την επιλογή, παρόλο αυτά το πρόβλημα του κλιματισμού της συσκευής αντιμετωπίζεται με τον κλιματισμό του χώρου, στον οποίο βρίσκεται.

(δ) Βάση δεδομένων για τον έλεγχο των αποτελεσμάτων IPA, με δυνατότητα αποθήκευσης τιμών ενδεικτικών για την "υγεία" της συσκευής, όπως τους βαθμούς απόδοσης για H-3 και C-14, το υπόστρωμα, τα αποτελέσματα του τεστ  $\chi^2$  και την ποσότητα Figure of Merit ( $E^2/B$ ). Ως Figure of Merit (FOM) ορίζεται το τετράγωνο του βαθμού απόδοσης E (σε %) διαιρεμένο με την τιμή του υποστρώματος B (σε CPM). Το πηλίκο αυτό δεν θεωρείται ότι έχει μονάδες και μπορεί να ορίζεται γενικά σε κάποια τιμή ενέργειας ή σε κάποια περιοχή τιμών ενέργειας. Στη συγκεκριμένη περίπτωση για την τεχνική IPA το FOM ορίζεται για H-3 και για C-14. Το λογισμικό της βάσης μπορεί να αναγνωρίσει τυχόν προβλήματα που προκύπτουν από την διακύμανση των παραπάνω τιμών και να ενημερώσει τον χρήστη για τις απαιτούμενες ενέργειες ή για την ανάγκη συντήρησης της συσκευής, ώστε να διασφαλιστεί η καλή λειτουργία της.

Αυτή η επιλογή είναι πολύ χρήσιμη και θα επιδιωχθεί η αγορά της ώστε να εγκατασταθεί στη συσκευή TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας.

(γ) Λειτουργία Sample PrioStat interrupt mode, η οποία επιτρέπει την κατά προτεραιότητα μέτρηση συγκεκριμένων δειγμάτων, με πλήρη έλεγχο των συνθηκών μέτρησης από τον χρήστη.

Αυτή η επιλογή είναι πολύ χρήσιμη και θα επιδιωχθεί η αγορά της ώστε να εγκατασταθεί στη συσκευή TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας.

(δ) Δυνατότητα μέτρησης υψηλής ευαισθησίας HSCM (High Sensitivity Count Mode), η οποία χρησιμοποιεί αποκλειστική ηλεκτρονική τεχνολογία μείωσης υποστρώματος Time Resolved Liquid Scintillation (TR-LSC) της PERKINELMER. Η εγκατάσταση της δυνατότητας (δ) δεν είναι συμβατή με την επόμενη δυνατότητα (ε).

(ε) Δυνατότητα μέτρησης με ULLCM (Ultra Low Level Count Mode), για την μέτρηση δειγμάτων -β ακτινοβολίας με πολύ χαμηλή ενεργότητα. Η δυνατότητα αυτή εξασφαλίζει ότι δείγματα μπορούν να μετρηθούν με τιμές FOM με ελάχιστη τιμή 500 για το H-3 και 1400 για τον C-14. Η εγκατάσταση της δυνατότητας (ε) δεν είναι συμβατή με την προηγούμενη δυνατότητα (δ).

Αυτές οι δύο επιλογές (δ) και (ε) είναι πολύ χρήσιμες και θα επιδιωχθεί η αγορά μίας (είναι αμοιβαία αποκλειόμενες) ώστε να εγκατασταθεί στη συσκευή TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας. (στ) Υπολογισμός DPM μέχρι και σε Triple Label δείγματα (δηλαδή δείγματα με τρεις διαφορετικούς ασταθείς πυρήνες), βασισμένος στην παράμετρο TSIE με την λειτουργία AEC (Automatic Efficiency Control) ενεργοποιημένη, ώστε να ελαχιστοποιείται το spillover.

(ζ) Αυτόματη διόρθωση χημικής φωταύγειας.

(η) Ανιχνευτή ετερογένειας, με την οποία ενημερώνεται ο χρήστης σε περίπτωση που κάποιο δείγμα δεν είναι επαρκώς ομοιογενές.

Οι επιλογές (στ), (ζ) και (η) είναι δευτερευόντως χρήσιμες και ενδεχομένως θα επιδιωχθεί η αγορά τους.

(θ) Μηχανισμός και λογισμικό ανάγνωσης γραμμωτού κώδικα (barcode reader), για την ανάγνωση και επεξεργασία ετικετών barcode που τοποθετούνται στο πώμα των φιαλιδίων προς μέτρηση.

(ι) Αύξηση του αριθμού διαθέσιμων πρωτοκόλλων στα 60.

(ια) Αυτόματη διόρθωση χημικής φωταύγειας.

(ιβ) Ανιχνευτή ετερογένειας, με την οποία ενημερώνεται ο χρήστης σε περίπτωση που κάποιο δείγμα δεν είναι επαρκώς ομοιογενές.

Στον Πίνακα 6.1 φαίνονται τα βασικά χαρακτηριστικά μίας συσκευής σπινθηρισμού TRICARB 2910 TR στη βασική της συγκρότηση Normal Counting Mode (NCM) και χωρίς τις προαιρετικές επιλογές που αναλύθηκαν σε αυτήν την παράγραφο.

Πίνακας 6.1 Βασικά χαρακτηριστικά συσκευής TRICARB χωρίς προαιρετικές επιλογές

| Ελάχιστη αποδεκτή απόδοση |                             |          |  |  |  |  |
|---------------------------|-----------------------------|----------|--|--|--|--|
| H-3                       | Ενεργειακό εύρος 0-18.6 keV | 60%      |  |  |  |  |
| C-14                      | Ενεργειακό εύρος 0-156 keV  | 90%      |  |  |  |  |
|                           | FOM                         |          |  |  |  |  |
| H-3                       | Ενεργειακό εύρος 1-18.6 keV | 180      |  |  |  |  |
| C-14                      | Ενεργειακό εύρος 4-156 keV  | 380      |  |  |  |  |
| Υπόστρωμα                 |                             |          |  |  |  |  |
| H-3                       | Ενεργειακό εύρος 0-18.6 keV | 17.3 CPM |  |  |  |  |
| C-14                      | Ενεργειακό εύρος 0-156 keV  | 24.3 CPM |  |  |  |  |

Στον Πίνακα 6.2 συγκρίνονται τα βασικά χαρακτηριστικά μίας συσκευής σπινθηρισμού TRICARB 2910 TR στη βασική με τις προαιρετικές επιλογές που αναλύθηκαν σε αυτήν την παράγραφο.

| Λειτουργία   | Τυπικές ελάχιστες τιμές CPM | Διαθεσιμότητα     |  |  |  |  |
|--|-----------------------------|-------------------|--|--|--|--|
| Normal Count Mode  | >500                        | Βασική συγκρότηση |  |  |  |  |
| High Sensitivity Count Mode  | 50-500                      | Προαιρετική       |  |  |  |  |
| Ultra Low Level Count Mode   | 1-20 πάνω από το υπόστρωμα  | Προαιρετική       |  |  |  |  |
| Super Low Level 1-20 πάνω από το υπόστρωμα Προαιρετική με BGO*               |                             |                   |  |  |  |  |
| (*) BGO: με επιπλέον ανιχνευτή Bismuth Germanium Oxide για εξάλειψη φωτονίων |                             |                   |  |  |  |  |

Πίνακας 6.2 Προαιρετικά χαρακτηριστικά συσκευής TRICARB

ο. με εκικλεύν ανιχνευτη Dismuti Germanium Ολίας για εξαλειψη φ σύμπτωσης

## 6.4 Αναγνώριση και οργάνωση της συσκευής TRICARB

Η αναγνώριση και η πρώτη οργάνωση της συσκευής TRICARB του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας για χρήση πραγματοποιήθηκε με βάση τις αρχές GLP (Good Laboratory Practices ή Καλών Εργαστηριακών Πρακτικών). Για τον σκοπό αυτό γίνανε τα παρακάτω:

(α) Μεταφορά λειτουργικού συστήματος και λογισμικού της συσκευής σε επιτραπέζιο Η/Υ, ο οποίος κρίθηκε καλύτερος για την αποδοτικότερη λειτουργία της συσκευής. Η μεταφορά έγινε στο πλαίσιο της παρούσης ΔΕ. Δεν παρατηρήθηκαν προβλήματα επικοινωνίας της συσκευής με τον Η/Υ ή με το λογισμικό. Ο Η/Υ (laptop) που ήρθε μαζί με τη συσκευή αποδόθηκε για άλλη χρήση στο Εργαστήριο. Ο σκληρός δίσκος του πρωτότυπου συστήματος κρατήθηκε ώστε να υπάρχει αντίγραφο του λογισμικού της συσκευής.

(β) Οργανώθηκαν οι κασέτες φιαλιδίων 20 mL ως εξής: Μία κασέτα (με το χαρακτηριστικό flag SNC) χρησιμοποιείται για τη λήψη αποτελεσμάτων IPA. Στην κασέτα με τον αριθμό 1 τοποθετήθηκε το flag του πρωτοκόλλου 1. Αντίστοιχα στην κασέτα με τον αριθμό 2 τοποθετήθηκε το flag του πρωτοκόλλου 2 κ.ο.κ. μέχρι και το πρωτόκολλο 30 (βλ. π.χ. Εικόνα 6.20).



Εικ. 6.20 Παράδειγμα κασέτας με αριθμό και πρωτόκολλο. Αριστερά: αριθμός κασέτας "9" στο δεξί άκρο της, Μέση: flag πρωτοκόλλου "9",

Δεξιά: Μαγνητική ταινία πρωτοκόλλου "9" στην πίσω όψη του flag.

(γ) Αναγνωρίστηκαν οι χρήστες που έχει προβλέψει ο κατασκευαστής στον Η/Υ που συνόδευσε το όργανο. Αυτοί είναι: i) Ο LSA (διαχειριστής, administrator), ii) Ο QuantaSmart (τυπικός χρήστης) και iii) ο TSE (τυπικός χρήστης). Ορίστηκε το ίδιο συνθηματικό για όλους τους χρήστες ως "nuc098". Ο ρόλος του χρήστη QuantaSmart πιθανότατα φαίνεται να είναι αυτός του απλού χρήστη της συσκευής υγρού σπινθηρισμού. Ο ρόλος του χρήστη TSE φαίνεται να είναι αυτός του μηχανικού που θα ελέγξει την καλή λειτουργία της συσκευής. Η σχετική διαδικασία γίνεται μέσω συνθηματικού (password), το οποίο ο κατασκευαστής παραχωρεί μόνο στους συντηρητές του. Όλες οι πληροφορίες δείχνουν ότι η διαγνωστική μέθοδος για το όργανο συνδέεται με την προαιρετική βάση δεδομένων των διαδικασιών IPA. Δεδομένου ότι στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας δεν υπάρχει ανάγκη για πολλούς χρήστες, αποφασίστηκε ότι όλες οι εργασίες με τη συσκευή μπορούν να γίνονται στο επίπεδο του διαχειριστή.

(δ) Αναγνωρίστηκαν τα κυριότερα εγχειρίδια που χρησιμεύουν για την κατανόηση της λειτουργίας αυτής της συσκευής υγρού σπινθηρισμού ως εξής: i) Perkin Elmer 2011a, ii) Perkin Elmer 2011b και iii) Perkin Elmer 2011c. Τα σημαντικότερα είναι το i) και το ii). Τα εγχειρίδια αυτά δόθηκαν από τον κατασκευαστή μαζί με τη συσκευή σε μαγνητικό μέσο.

(ε) Προστέθηκε λογισμικό στον Η/Υ ως εξής:

- 7-Zip: Για τη συμπίεση και την αποσυμπίεση αρχείων.
- 360 Total Security: Αντι-ιικό λογισμικό.
- Adobe Acrobat Reader: Για την ανάγνωση .pdf αρχείων.
- AnyDesk: Για απομακρυσμένη πρόσβαση.

- Belarc Advisor: Για την ανάγνωση των τεχνικών χαρακτηριστικών του Η/Υ.
- BlueStacks: Για την χρήση εφαρμογών σε περιβάλλον Android, ιδιαίτερα της εφαρμογής IAEA Isotope Browser.
- CCleaner: Για τη συντήρηση του Η/Υ.
- CPUID: Για την ανάγνωση των τεχνικών χαρακτηριστικών του Η/Υ.
- CutePDF: Για τη μετατροπή εκτυπώσιμων αρχείων σε .pdf μορφή.
- ImgBurn: Για την εγγραφή CD και DVD.
- IrfanView: Για την επεξεργασία εικόνων.
- LightShot: Για την λήψη στιγμιότυπων της οθόνης εργασίας.
- MathType6: Για την δημιουργία μαθηματικών παραστάσεων σε αρχεία κειμένου.
- Microsoft Edge: Για πρόσβαση στο διαδίκτυο.
- Microsoft Office Professional 2010
- Mozilla Firefox: Για πρόσβαση στο διαδίκτυο.
- Origin90: Για τη δημιουργία γραφικών παραστάσεων.
- RadDecay: Βιβλιοθήκη ισοτόπων με βασικές πληροφορίες εύκολα ερμηνεύσιμες.
- SpectraWorks: Προαιρετικό λογισμικό της Perkin Elmer, το οποίο δεν είχε εγκατασταθεί από τον κατασκευαστή.

(στ) Προστέθηκαν συντομεύσεις στην επιφάνεια εργασίας ως εξής:

- <u>https://sensorex.com/ph-calculator/</u> Για τον υπολογισμό του pH.
- <u>https://ph.lattelog.com/melange</u> Για τον υπολογισμό του pH μιγμάτων.

(ζ) Αναγνωρίστηκε η θέση, στην οποία βρίσκονται τα αρχεία που συνδέονται με τη λειτουργία του λογισμικού QuantaSmart ως: C:\Packard\Tricarb.

 (η) Προστέθηκε το directory Documentation, στο οποίο τοποθετήθηκαν εγχειρίδια της συσκευής από το μαγνητικό μέσο που παραχώρησε ο κατασκευαστής.

(θ) Αντιγράφθηκε το directory Assays στο directory Original Assays, προκειμένου να διαφυλαχθούν τα πρωτότυπα πρωτόκολλα μετρήσεων που συνόδευαν τη συσκευή από τον κατασκευαστή. Ο οποιοσδήποτε χρήστης εργάζεται στο directory Assays, η τροποποίηση των πρωτοκόλλων του οποίου βρίσκεται στη διακριτική του ευχέρεια.

(ι) Αναγνωρίστηκε το directory IpaResults, στο οποίο φυλάσσονται αποτελέσματα των διαδικασιών IPA, μέσω της οποίας παρακολουθείται η κατάσταση της συσκευής.

(ια) Αναγνωρίστηκε το directory Results, στο οποίο φυλάσσονται τα αποτελέσματα συλλογής φασμάτων και αντιστοίχων αναλύσεων.

(ιβ) Αναγνωρίστηκε το directory QuenchStdResults, στο οποίο φυλάσσονται βαθμονομήσεις σβέσης που συνόδευαν την συσκευή από τον κατασκευαστή.

(ιγ) Αναγνωρίστηκε το directory Libraries, αλλά δεν έγινε σαφές το περιεχόμενό του.

(ιδ) Αναγνωρίστηκε το directory Bin, στο οποίο υπάρχουν τα εκτελέσιμα αρχεία (.exe) και οι δυναμικές βιβλιοθήκες (.dll) που αφορούν στην εκτέλεση του λογισμικού QuantaSmart.

(ιε) Αναγνωρίστηκε το directory Drivers, στο οποίο εικάζεται ότι υπάρχει το λογισμικό οδήγησης για την επικοινωνία του QuantaSmart με τη συσκευή υγρού σπινθηρισμού μέσω της θύρας USB.

(ιστ) Αναγνωρίστηκε η θέση, στην οποία βρίσκεται επιπλέον λογισμικό ως C:\Packard\. Στη θέση αυτή διαπιστώθηκε ότι υπάρχει το directory USBVCPD, το οποίο περιέχει το λογισμικό οδήγησης USB to Serial δια του οποίου η συσκευή επικοινωνεί με τον Η/Υ. Είναι πάρα πολύ πιθανό, αλλά δεν διερευνήθηκε ότι η συσκευή, στο εσωτερικό της, έχει μια πραγματική σειριακή θύρα, η οποία επίσης στο εσωτερικό της μετατρέπεται σε USB έξοδο για την οποία απαιτείται αυτό το λογισμικό.

(ιζ) Εγκαταστάθηκε εκτυπωτής τύπου Laser.

Η συσκευή TRICARB τοποθετήθηκε (μαζί με τη συσκευή TRIATHLER) στο δωμάτιο YK-9 κατάλληλου εμβαδού στο υπόγειο του Κτιρίου Κ του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας. Το δωμάτιο αυτό διαρρυθμίστηκε ώστε, με κατάλληλη σκίαση, να μην εισέρχεται φυσικό φως. Επιπλέον ρυθμίστηκε ώστε ο φωτισμός του δωματίου να γίνεται με λαμπτήρα LED χαμηλής ισχύος. Οι ρυθμίσεις αυτές βοηθούν για να μην δημιουργείται φωταύγεια στα προς μέτρηση δείγματα και να μην χρειάζεται dark adaptation. Η αναγκαία σταθερή θερμοκρασία στο δωμάτιο αυτό θεωρείται ότι διατηρείται από το σύστημα κλιματισμού του κτιρίου. Οπωσδήποτε, το θέμα του κλιματισμού του δωματίου σε σταθερή θερμοκρασία θα πρέπει να επανεξεταστεί ώστε να γίνεται με αυτόνομη τοπική μονάδα διαιρούμενου τύπου εκτιμώμενης αναγκαίας ψυκτικής ισχύος 12000 BTU h<sup>-1</sup>. Η συσκευή TRICARB χρειάστηκε να τοποθετηθεί σε τραπέζι ικανό να φέρει το φορτίο της μολύβδινης θωράκισης των φωτοπολλαπλασιαστών, το οποίο, έχει αναφερθεί ότι, είναι στη περιοχή των 200 kg. Για το σκοπό αυτό διαθέσιμο τραπέζι του Εργαστηρίου ενισχύθηκε ώστε με τη συσκευή στην επιφάνειά του να μην παρουσιάζει βέλος κάμψης ή άλλες παραμορφώσεις (βλ. στην Εικόνα 6.21).



Εικ. 6.21 Η συσκευή TRICARB στο δωμάτιο ΥΚ-9 του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας ΕΜΠ, δεξιά διακρίνεται και η συσκευή TRIATHLER

## 6.5 Πρώτη χρήση συσκευής TRICARB, διαδικασία IPA

Για τη χρήση της συσκευής, ο χρήστης πρέπει να έχει καλή εικόνα του περιεχομένου από τα εγχειρίδια της συσκευής (C:\Packard\Tricarb\Documentation). Τόσο γενικά για τις συσκευές υγρού σπινθηρισμού όσο και ειδικά για τη συσκευή TRICARB συστήνεται ότι πριν ξεκινήσει μια σειρά μετρήσεων, πρέπει να ελεγχθεί η βαθμονόμηση και η συμπεριφορά της συσκευής. Η διαδικασία λέγεται στα αγγλικά Self Normalization Calibration (SNC), Assessment of Performance και περιλαμβάνει τη διαδικασία ΙΡΑ. Στη συσκευή TRICARB κατά τη διαδικασία αυτή, βελτιστοποιείται η υψηλή τάση σε κάθε έναν από τους φωτοπολλαπλασιαστές και επαληθεύεται η καλή λειτουργία του συστήματος σύμπτωσης με βάση μετρήσεις με C-14. Αφού τελειώσει αυτή η ρύθμιση, τότε συλλέγονται οι πληροφορίες IPA, για τις οποίες μετρώνται για H-3 και C-14: το υπόστρωμα, ο βαθμός απόδοσης, το FOM και το  $\chi^2$ .

Η διαδικασία αυτή πραγματοποιείται αυτόματα από τη συσκευή εφόσον υπάρχει στον χώρο των δειγμάτων προς μέτρηση η κασέτα με τη σημαία με τον κατάλληλο μαγνητικό κωδικό

SNC (βλ. Εικόνα 6.22) και περιέχει τα κατάλληλα πρότυπα δείγματα C-14 και H-3 και ένα πρότυπο δείγμα υποστρώματος.



Εικ. 6.22 Κασέτες για τη διαδικασία IPA. Αριστερά για φιαλίδια 6-8 mL. Δεξιά για φιαλίδια 20 mL.

Όλα τα πρότυπα δείγματα για τη διαδικασία IPA δεν πρέπει να παρουσιάζουν σβέση (unquenched). Σε περίπτωση που η διαδικασία έχει πραγματοποιηθεί τις τελευταίες 23 ώρες τότε δεν επαναλαμβάνεται. Σε περίπτωση όμως που αυτό δεν έχει γίνει, τότε η συσκευή εκκινεί τη διαδικασία. Ιδανικά, η διαδικασία αυτή, και αν η συσκευή χρησιμοποιείται συνεχώς, πρέπει να επαναλαμβάνεται μια φορά ανά 24 ώρες. Αν η συσκευή χρησιμοποιείται διαλειμματικά, η διαδικασία αυτή πρέπει να προηγείται μιας μέτρησης. Ο χρήστης μπορεί να εκκινήσει τη διαδικασία αυτή πρέπει να προηγείται μιας μέτρησης. Ο χρήστης μπορεί να εκκινήσει τη διαδικασία αυτή και με τη δική του βούληση, όποτε αυτός επιθυμεί. Για το σκοπό αυτό χρειάζεται να μετακινήσει τη "σημαία" της κασέτας SNC προς τα αριστερά ώστε το υλικολογισμικό (firmware) της συσκευής να αντιληφθεί ότι η κασέτα αυτή είναι προς μέτρηση (βλ. Εικόνα 6.23). Διευκρινίζεται ότι, γενικά, κασέτες με τη σημαία στη δεξιά θέση είτε δεν είναι προς μέτρηση, μετακινεί τη σημαία στη δεξιά θέση.

Οι κασέτες που χρησιμοποιούνται για τις διαδικασίες IPA έχουν τον τυπικό αριθμό 127, όπως φαίνεται στην Εικόνα 6.24. Ο αριθμός αυτός αναγνωρίζεται από τη συσκευή με τη βοήθεια μαγνητικής ταινίας στο πίσω μέρος της κασέτας όπως φαίνεται στην Εικόνα 6.25. Διευκρινίζεται ότι αναγνώριση αριθμού κασέτας μέσω μαγνητικής ταινίας γίνεται για κάθε κασέτα για οποιαδήποτε αριθμό.



Εικ. 6.23 Σημαία SNC στην αριστερή θέση (δηλ. κασέτα προς μέτρηση) και σημαία SNC στη δεξιά θέση (δηλ. κασέτα που δεν θα μετρηθεί ή που έχει ολοκληρωθεί η μέτρησή της)



Εικ. 6.24 Κασέτες SNC με τον αριθμό 127



Εικ. 6.25 Μαγνητική ταινία με τον αριθμό της κασέτας.

Μετά από κάθε IPA, δημιουργείται αναφορά, η οποία αποθηκεύεται σε προεπιλεγμένη διεύθυνση στον αποθηκευτικό χώρο του Η/Υ που συνοδεύει τη συσκευή και τρέχει το λογισμικό QuantaSmart.

Πριν από την εκκίνηση μιας IPA, ο χρήστης πρέπει να έχει καθορίσει τις ακόλουθες παραμέτρους σε παραθυρικό περιβάλλον που διακρίνεται στην Εικόνα 6.26:

(a) H-3 Standard DPM: Η τιμή DPM του πρότυπου δείγματος Η-3.

(β) H-3 Reference Date: Ημερομηνία αναφοράς για την πρότυπη πηγή H-3. Χρησιμοποιείται από την συσκευή για διορθώσεις στα DPM ανάλογα με τον χρόνο ημιζωής.

(γ) C-14 Standard DPM: Η τιμή DPM του προτύπου δείγματος C-14. Δεν απαιτείται η ημερομηνία αναφοράς καθώς ο C-14 έχει μεγάλο χρόνο ημιζωής.

(δ) Background Count Time: Ο χρόνος για τον οποίο το όργανο θα μετράει το υπόστρωμα. Το υπόστρωμα για τις δύο πρότυπες πηγές συλλέγεται ταυτόχρονα. Τυπικός χρόνος μέτρησης του υποστρώματος είναι τα 60 λεπτά.

(ε) H-3  $E^2/B$  Threshold: Το κάτω όριο του FOM για το H-3. Εφόσον η τιμή που υπολογίζεται από την IPA είναι μικρότερη από αυτό, προβάλλεται μήνυμα στο χρήστη που τον ενημερώνει είτε για αύξηση του υποστρώματος είτε για μείωση του βαθμού απόδοσης.

(στ) C-14  $E^2/B$  Threshold: Το κάτω όριο του FOM για το C-14. Εφόσον η τιμή που υπολογίζεται από την IPA είναι μικρότερη από αυτό, προβάλλεται μήνυμα στο χρήστη που τον ενημερώνει είτε για αύξηση του υποστρώματος είτε για μείωση του βαθμού απόδοσης.

(ζ) Do Chi-Square Test for Tritium?: Εφόσον επιλεχθεί, το πρότυπο H-3 υπόκειται σε τεστ  $\chi^2$ . Η τιμή  $\chi^2$  υπολογίζεται από 20 μετρήσεις των 30 s. Εάν οι τιμές των μετρήσεων ακολουθούν κανονική κατανομή, τότε οι διακυμάνσεις στις μετρήσεις οφείλονται στην (Poisson) στατιστική του προτύπου δείγματος και όχι σε σφάλμα της συσκευής.

(η) Do Chi-Square Test for Carbon-14?: Εφόσον επιλεχθεί, το πρότυπο C-14 υπόκειται σε τεστ  $\chi^2$ . Η τιμή  $\chi^2$  υπολογίζεται από 20 μετρήσεις των 30 s. Ομοίως και εδώ, εάν οι τιμές των μετρήσεων ακολουθούν κανονική κατανομή, τότε οι διακυμάνσεις στις μετρήσεις οφείλονται στην (Poisson) στατιστική του προτύπου δείγματος και όχι σε σφάλμα της συσκευής.

(θ) RS-232 Transmit IPA Data: Τα αποτελέσματα του IPA προωθούνται στον Η/Υ μέσω της θύρας USB. Το λογισμικό αναφέρει θύρα RS-232 διότι δεν έχει ανανεωθεί το σχετικό παράθυρο από παλαιότερη έκδοση του λογισμικού.

(ι) Save IPA Data to Text File: Επιλέγοντας αυτό και πληκτρολογώντας ένα όνομα αρχείου στο αντίστοιχο πεδίο, αποθηκεύονται τα αποτελέσματα της IPA σε αρχείο με το δοσμένο όνομα.

(ια) # of Data points to Establish Baselines: Σε αυτό το πεδίο, εισάγεται ο απαιτούμενος αριθμός των IPA που πρέπει να γίνουν, ώστε να καθοριστούν οι τιμές αναφοράς για το υπόστρωμα και τον βαθμό απόδοσης των πρότυπων πηγών. Ο απαιτούμενος αριθμός IPA μπορεί να είναι από 5 έως 99. Επόμενες IPA, όταν έχουν καθορισθεί οι τιμές αναφοράς, δεν χρειάζεται να τις επαναϋπολογίζουν.

(ιβ) H-3 Background Mean and Limit: Η συσκευή υπολογίζει το μέσο υπόστρωμα από τον καθορισμένο αριθμό των IPA (5 έως 99) για το H-3. Το όριο υπολογίζεται ως το μέσο + 4σ. Εφόσον στο μέλλον κάποια μέτρηση υπερβεί αυτή την τιμή, ενημερώνεται ο χρήστης.

(17) C-14 Background Mean and Limit: Η συσκευή υπολογίζει το μέσο υπόστρωμα από τον καθορισμένο αριθμό των IPA (5 έως 99) για το C-14. Το όριο υπολογίζεται ως το μέσο + 4σ. Εφόσον κάποια μέτρηση υπερβεί αυτή την τιμή, ενημερώνεται ο χρήστης.

(ιδ) Η-3 Efficiency Mean and Limit: Η συσκευή υπολογίζει τον μέσο βαθμό απόδοσης και τον επιτρεπτό κατώτερο βαθμό απόδοσης από τον καθορισμένο αριθμό των IPA για το Η-3. Ο επιτρεπτός κατώτερος βαθμός απόδοσης υπολογίζεται ως 3% κάτω από το μέσο ή ως βαθμός απόδοσης μικρότερος του 58%, όποια τιμή διαπιστωθεί. Εφόσον κάποια μέτρηση πέσει κάτω από αυτές τις τιμές, ενημερώνεται ο χρήστης.

(ιε) C-14 Efficiency Mean and Limit: Η συσκευή υπολογίζει τον μέσο βαθμό απόδοσης και τον επιτρεπτό κατώτερο βαθμό απόδοσης από τον καθορισμένο αριθμό των IPA για το C-14. Ο επιτρεπτός κατώτερος βαθμός απόδοσης υπολογίζεται ως 3% κάτω από το μέσο. Εφόσον κάποια μέτρηση πέσει κάτω από αυτήν την τιμή, ενημερώνεται ο χρήστης.

(ιστ) Reset Baselines: Με αυτήν την επιλογή ο χρήστης διαγράφει τις τιμές αναφοράς από τις προηγούμενες IPA. Η συσκευή τότε θα υπολογίσει νέες τιμές αναφοράς από τις μελλοντικές διαδικασίες IPA.

| Dennicion                         |              |            |       |   |                      |   |
|-----------------------------------|--------------|------------|-------|---|----------------------|---|
| IPA Parameters                    |              |            |       |   | Do Chi Square Tests: |   |
| 3H Standard DPM:                  |              | 267600     |       |   | for 3H2              |   |
| 3H Reference Dat                  | e:           | 17 May     | 1993  | - | (                    |   |
| 14C Standard DPN                  | 1:           | 136200     | ]     |   | ror 1407             |   |
| Background Count                  | Time (min)   | 60.00      |       |   | - RS-232             |   |
| 3H E^2/B Thresho                  | ıld:         | 180        |       |   |                      | _ |
|                                   |              | 200        |       |   | Fransmit IPA Data?   |   |
| 14C E <sup></sup> 2/B Thresh      | old:         | 380        |       |   |                      |   |
| Baselines<br># of Datapoints to B | stablish Bas | elines: 10 |       |   |                      |   |
|                                   | Mean         | Li         | imit  |   |                      |   |
| 3H Background                     | 15.896667    | 17.9       | 55576 |   |                      |   |
| 14C Background                    | 23.123333    | 25.6       | 06522 |   |                      |   |
| 3H Efficiency                     | 65.305588    | 62.3       | 05588 |   |                      |   |
| 14C Efficiency                    | 97.070335    | 94.0       | 70335 |   |                      |   |
| I                                 |              |            |       |   |                      |   |
| <u>R</u> eset Baselines           |              |            |       |   |                      |   |

Εικ. 6.26 Παράθυρο ρύθμισης ΙΡΑ

Σημειώνεται πως το μήνυμα "Not Processed" σημαίνει πως δεν υπάρχουν διαθέσιμα δεδομένα για τεστ  $\chi^2$ . Ο χρήστης μπορεί να επιλέξει την συλλογή των δεδομένων αυτών επιλέγοντας την εκτέλεση του τεστ στο "IPA Definition".

Η σωστή εκτέλεση μιας ΙΡΑ γίνεται ως εξής:

(1) Μία κασέτα SNC φορτώνεται με τα πρότυπα δείγματα όπως φαίνεται στην Εικόνα 6.23, τοποθετώντας στην πρώτη θέση το πρότυπο C-14 (στη θέση που βρίσκεται και η "σημαία" με τον μαγνητικό κωδικό)

- (2) Στη δεύτερη θέση τοποθετείται το πρότυπο δείγμα Η-3.
- (3) Στην τρίτη θέση τοποθετείται το πρότυπο δείγμα υποστρώματος.

Υποτίθεται, ότι όλα τα δείγματα (1), (2) και (3) είναι κατασκευασμένα με τον ίδιο υγρό σπινθηριστή. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας διαθέτει τα ακόλουθα 2 σετ τέτοιων προτύπων δειγμάτων για τις διαδικασίες IPA σύμφωνα με τον Πίνακα 6.3.

| Ισότοπο             | 5 mL  | 15 mL                   |  |  |
|---------------------|---|-------------------------|--|--|
|                     | Catalog No. 6008400                           | Catalog No. 6008500     |  |  |
| DPM H-3             | 270600±1.6%@24-10-2003<br>Product No. 6008412 | 279000 ± <2%@03-11-2014 |  |  |
| DPM C-14            | 143300±1.3%@24-10-2003<br>Product No. 6008413 | 123700 ± <2%@03-11-2014 |  |  |
| Δείγμα υποστρώματος | @ OCT 2003<br>Product No. 6008411             | @ NOV 2014              |  |  |
| Ημερομηνία Λήξης    | 24-10-2008                                    | 03-11-2019              |  |  |
| Σειριακός αριθμός   | $2(^{3}\text{H})-12(^{14}\text{C})$           | 33                      |  |  |

Πίνακας 6.3 Unquenched δείγματα για διαδικασίες IPA, τα οποία διαθέτει το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας ΕΜΠ

Όπως παρατηρείται από τον Πίνακα 6.3, τα κατάλληλα δείγματα για τις διαδικασίες IPA που διαθέτει το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας ΕΜΠ έχουν από καιρό λήξει και δεν έχουν ανανεωθεί, διότι δεν ήταν διαθέσιμες οι αναγκαίες πιστώσεις. Το κόστος των δειγμάτων αυτών βρίσκεται στη περιοχή μεταξύ 1000 και 1500 ΕΥΡΩ.

(4) Αν η συσκευή δεν μετράει άλλες κασέτες, η κασέτα της IPA τοποθετείται στη συσκευή στο δεξί μέρος του μηχανισμού μετακίνησης κασετών (βλ. Εικόνα 6.15). Εφόσον ο χρήστης επιλέξει από το λογισμικό QuantaSmart την εκκίνηση μέτρησης, πατώντας στο εικονίδιο με την πράσινη σημαία, η συσκευή θα εκκινήσει την διαδικασία IPA. Εφόσον η συσκευή κάνει μετρήσεις με κάποιο συγκεκριμένο πρωτόκολλο, τότε ο χρήστης μπορεί να τοποθετήσει την κασέτα CNF σε σειρά για μέτρηση μετά την τελευταία κασέτα του πρωτοκόλλου. Όταν ολοκληρωθεί το πρωτόκολλο, η συσκευή θα εκκινήσει την διαδικασία IPA.

Όπως έχει αναφερθεί η βάση δεδομένων για τον έλεγχο των αποτελεσμάτων IPA είναι προαιρετική επιλογή για την συσκευή TRICARB 2910TR του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας και δεν έχει αγορασθεί. Αν η βάση εγκατασταθεί εκ των υστέρων λαμβάνει υπόψη της αυτόματα όλα τα δεδομένα των IPA που έχουν πραγματοποιηθεί και αποθηκευτεί στον Η/Υ, αρκεί αυτά να βρίσκονται στη θέση που έχει προδιαγραφεί. Η βάση έχει δυνατότητες που θα αναφερθούν σύντομα παρακάτω.

Για τον χρήστη ή τον τεχνικό συντηρητή, η βάση δημιουργεί τα ακόλουθα διαγράμματα, σε παραθυρικό περιβάλλον, όπως, για παράδειγμα αυτό της Εικόνας 6.27:

(a) C-14 Background: Στο διάγραμμα αυτό φαίνονται τα αποτελέσματα των IPA για μετρήσεις υποστρώματος C-14. Με αυτόν τον τρόπο ελέγχεται το ενδεχόμενο εισροής φωτός ή μόλυνσης του φωτοπολλαπλασιαστή. Το αποδεκτό άνω όριο είναι τιμή μεγαλύτερη από την τιμή αναφοράς έως + 4σ. Η τιμή αναφοράς και η τυπική απόκλιση υπολογίζονται εκ νέου μετά από κάθε IPA που περιέχει τέτοια μέτρηση υποστρώματος.

(β) C-14 Background Baseline: Στο διάγραμμα αυτό προβάλλονται οι τιμές του υποστρώματος του C-14 σε σύγκριση με συγκεκριμένη τιμή. Η τιμή αυτή υπολογίζεται μετά από τουλάχιστον 5 IPA.

(γ) C-14 Chi-Square: Στο διάγραμμα αυτό φαίνονται τα αποτελέσματα της IPA για το τεστ  $\chi^2$ , για C-14. Το αποδεκτό εύρος τιμών είναι από 7.63 έως 36.19 σε επίπεδο εμπιστοσύνης 2σ. Μια συσκευή λειτουργεί κανονικά ακόμα και αν η τιμή  $\chi^2$  είναι εκτός από το αποδεκτό εύρος, αρκεί το πλήθος τιμών εκτός εύρους να μην ξεπερνά το 2% Το εύρος τιμών και η τυπική απόκλιση ανανεώνονται μετά από κάθε IPA. Η τιμή  $\chi^2$  υπολογίζεται εκ νέου μετά από κάθε IPA που περιέχει τέτοιο υπολογισμό.

(δ) C-14  $E^2/B$  – Figure of Merit (FOM): Αυτό το διάγραμμα είναι απεικόνιση της ευαισθησίας της συσκευής για μετρήσεις C-14, βασισμένη στο υπόστρωμα και στον βαθμό απόδοσης για C-14. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση του μεγέθους FOM ανανεώνονται μετά από κάθε IPA.

(ε) C-14 Efficiency: Αυτό το διάγραμμα δείχνει τις τιμές του βαθμού απόδοσης για C-14. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση ανανεώνονται μετά από κάθε IPA.

(στ) C-14 Efficiency Baseline: Αυτό το διάγραμμα δείχνει την διακύμανση των τιμών βαθμού απόδοσης του C-14 σε σχέση με την τιμή αναφοράς που έχει καθοριστεί από τα IPA

(ζ) H-3 Background: Στο διάγραμμα αυτό φαίνονται τα αποτελέσματα των IPA για μετρήσεις υποστρώματος H-3. Ελέγχεται το ενδεχόμενο εισροής φωτός ή μόλυνσης του φωτοπολλαπλασιαστή. Το αποδεκτό άνω όριο είναι τιμή μεγαλύτερη από την τιμή αναφοράς έως + 4σ. Η τιμή αναφοράς και η τυπική απόκλιση υπολογίζονται εκ νέου μετά από κάθε IPA.

(η) H-3 Background Baseline: Στο διάγραμμα αυτό προβάλλονται οι τιμές του υποστρώματος
H-3 βασισμένες σε συγκεκριμένη τιμή. Η τιμή αυτή υπολογίζεται μετά από τουλάχιστον 5
IPA.
(θ) H-3 Chi-Square: Στο διάγραμμα αυτό φαίνονται τα αποτελέσματα της IPA για το τεστ  $\chi^2$ , για H-3. Το αποδεκτό εύρος τιμών είναι από 7.63 έως 36.19 σε επίπεδο εμπιστοσύνης 2σ. Μια συσκευή λειτουργεί κανονικά ακόμα και αν η τιμή  $\chi^2$  είναι εκτός από το αποδεκτό εύρος, αρκεί το πλήθος τιμών εκτός εύρους να μην ξεπερνά το 2% Το εύρος τιμών και η τυπική απόκλιση ανανεώνονται μετά από κάθε IPA. Η τιμή  $\chi^2$  υπολογίζεται εκ νέου μετά από κάθε IPA που περιέχει τέτοιο υπολογισμό.

(ι) H-3  $E^2/B$  – Figure of Merit (FOM): Αυτό το διάγραμμα είναι απεικόνιση της ευαισθησίας της συσκευής για μετρήσεις H-3, βασισμένη στο υπόστρωμα και στον βαθμό απόδοσης για H-3. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση του μεγέθους FOM ανανεώνονται μετά από κάθε IPA.

(ια) H-3 Efficiency: Αυτό το διάγραμμα δείχνει τις τιμές του βαθμού απόδοσης για H-3. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση ανανεώνονται μετά από κάθε IPA.

(ιβ) H-3 Efficiency Baseline: Αυτό το διάγραμμα δείχνει την διακύμανση των τιμών βαθμού απόδοσης του H-3 σε σχέση με την τιμή αναφοράς που έχει καθοριστεί από τα IPA

1.4C EEG Current IPA Chart 14C Elf -Valid Pt Value Date DK. Nov 23, 1998 96.98 97.26 Nov 23, 1998 Cancel 96.49 97.19 Nov 24, 1998 Mean: 97.05 Total # of points 73 Nov 24, 1998 <u>P</u>rint. 96.77 Nov 24, 1998 SD: 0.270777 Valid # of points 73 96.78 Help 97.29 Nov 24, 1998 96.90 97.00 Nov 24, 1998 Nov 24, 1998 96.91 Nov 24, 1998 Start Date: 6 January 2008 ÷ 97.09 97.41 Nov 25, 1998 Nov 25, 1998 End Date: 8 January 2008 ÷ 97.37 Nov 25, 1998 SD. 97,592 97 32 97.050 96.779 12/7/1998<sup>-3</sup> 11/23/1998

Στην Εικόνα 6.26 φαίνεται ένα τυπικό διάγραμμα ΙΡΑ για τον βαθμό απόδοσης του C-14.



## 6.6 Σχόλια και συμπεράσματα

Στο Κεφάλαιο 6 παρουσιάστηκαν στα βασικά τους σημεία οι συσκευές υγρού σπινθηρισμού που διαθέτει το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας ΕΜΠ, δηλαδή μία συσκευή τύπου

TRIATHLER της HIDEX και μία συσκευή τύπου TRICARB της PERKIN ELMER. Έμφαση δόθηκε στην συσκευή TRICARB. Στοιχεία για τη συσκευή αυτή αντλήθηκαν από εγχειρίδια και άρθρα εφαρμογών συνολικής έκτασης περίπου 300 σελίδων. Κατά τη παρουσίαση σημειώθηκαν και ορισμένα από τα χαρακτηριστικά της εγκατάστασης και τοποθέτησης της συσκευής στο πλαίσιο των καλών εργαστηριακών πρακτικών (GLP), οι οποίες διευκολύνουν στη σωστή χρήση της συσκευής. Δεδομένου ότι η συσκευή TRICARB βρίσκεται στο Εργαστήριο ήδη περίπου 7 χρόνια η PERKIN ELMER θεωρεί ότι βρίσκεται περί το τέλος της χρήσιμης ζωής της. Παρόλα αυτά στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας δεν υπάρχουν πιστώσεις για την αντικατάστασή της. Κρίνεται επομένως σκόπιμο, όσο είναι ακόμα δυνατόν από την PERKIN ELMER, να προστεθεί στα χαρακτηριστικά της συσκευής η επιλογή HSCM ή η επιλογή ULLCM όπως αναφέρονται στην παράγραφο 6.2.4, ώστε η συσκευή να αναβαθμιστεί για την μέτρηση δειγμάτων χαμηλής ή πολύ χαμηλής ραδιενέργειας. Υπολογίζεται ότι το κόστος αυτής της αναβάθμισης βρίσκεται στη περιοχή μεταξύ 10.000-14.000 ΕΥΡΩ. Στο επόμενο Κεφάλαιο 7 θα δοθούν παραδείγματα χρήσης της συσκευής TRICARB στα οποία θα φανεί ότι ακόμα και με τη σημερινή συγκρότησή της η συσκευή έχει την δυνατότητα υπό προϋποθέσεις να μετρά δείγματα χαμηλής ραδιενέργειας δηλαδή <500 CPM

# ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7 ΠΑΡΑΔΕΙΓΜΑΤΑ ΧΡΗΣΗΣ ΣΥΣΚΕΥΗΣ TRICARB -ΑΣΚΗΣΗ ΔΙΑΣΥΓΚΡΙΣΗΣ ALMERA

### 7.1 Εισαγωγή

Ο Διεθνής Οργανισμός Ατομικής Ενέργειας (ΔΟΑΕ), προκειμένου να διασφαλίσει ως ένα βαθμό ότι διεθνώς υπάρχουν εργαστήρια ικανά για μετρήσεις ραδιενέργειας σε διάφορα περιβαλλοντικά δείγματα, στερεά και υγρά, και για διάφορα ισότοπα που εκπέμπουν φωτόνια, -α σωματίδια και -β σωματίδια, διοργανώνει σε ετήσια βάση μια διεθνή άσκηση διασύγκρισης, στην οποία μπορούν να συμμετέχουν όλα τα εργαστήρια, αν θέλουν, που ανήκουν στο δίκτυο εργαστηρίων ALMERA (Analytical Laboratories for the Measurement of Environmental Radioactivity). Το δίκτυο εργαστηρίων ALMERA ιδρύθηκε από τον ΔΟΑΕ το 1995. Προϋποθέσεις εγγραφής στο δίκτυο έχουν όλα τα εργαστήρια, ιδιωτικά, ερευνητικών κέντρων και ανώτατων εκπαιδευτικών ιδρυμάτων, που μπορούν να δείξουν ότι έχουν κατάλληλο εξοπλισμό και κάποια σχετική εμπειρία. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας του ΕΜΠ είναι μέλος του δικτύου ALMERA από περίπου το 2004. Στο πλαίσιο αυτό συμμετέχει στην διεθνή άσκηση διασύγκρισης που οργανώνει ο ΔΟΑΕ. Την ευθύνη της άσκησης έχει το διαπιστευμένο εργαστήριο που ανήκει στο Department of Nuclear Sciences and Applications του ΔΟΑΕ, στο οποίο εφαρμόζονται όλες οι διαθέσιμες σήμερα τεχνικές για τη μέτρηση όλων των μορφών ραδιενέργειας. Στο ίδιο εργαστήριο δοκιμάζονται και νέες τεχνικές. Το εργαστήριο αυτό βρίσκεται στην Αυστρία στη θέση Seibersdorf και ανήκει στο συγκρότημα εργαστηρίων του ΔΟΑΕ που βρίσκονται στην ίδια θέση και δραστηριοποιούνται και σε άλλα επιστημονικά πεδία εφαρμογών της ραδιενέργειας. Η διεθνής άσκηση διασύγκρισης ALMERA οργανώνεται ως εξής: Το διαπιστευμένο εργαστήριο του ΔΟΑΕ, κάθε χρόνο προσκαλεί τα εργαστήρια του δικτύου να δηλώσουν συμμετοχή σε άσκηση μέσα σε προθεσμία. Στη συνέχεια ετοιμάζει μια σειρά από δείγματα, συνήθως υγρά, χωρίς να αποκλείονται και στερεά, όπως επίπεδες επιφάνειες φίλτρων ή σκόνες (π.γ. γάλα σκόνη), τα οποία αποστέλλει στους συμμετέχοντες δωρεάν. Σε πολλές περιπτώσεις στα αποστελλόμενα δείγματα συμπεριλαμβάνονται και δείγματα βαθμονόμησης μεθόδων, προκειμένου να διευκολύνονται οι συμμετέχοντες που δεν διαθέτουν ακριβά πρότυπα δείγματα. Οι συμμετέχοντες έχουν την υποχρέωση να αναλύσουν τα δείγματα με όσο μεγαλύτερη πληρότητα μπορούν και να αποστείλουν πίσω στον ΔΟΑΕ τα αποτελέσματα των μετρήσεών τους εντός προθεσμίας μέσω κατάλληλης ηλεκτρονικής πλατφόρμας. Τα αποτελέσματα όλων των εργαστηρίων αναλύονται από κατάλληλο προσωπικό του ΔΟΑΕ και δημοσιεύονται στο διαδίκτυο. Κάθε εργαστήριο διατηρεί την ανωνυμία του και αντιπροσωπεύεται από έναν αριθμό. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας συμμετέχει ανελλιπώς σε αυτή τη διασύγκριση από περίπου το 2004 και αναλύει τα δείγματα που λαμβάνει κυρίως με μεθόδους -γ φασματοσκοπικής ανάλυσης με μεγάλη επιτυχία. Στη διασύγκριση του 2022, αποφασίστηκε ότι το εργαστήριο θα μπορούσε να δώσει και αποτελέσματα με χρήση της συσκευής υγρού σπινθηρισμού TRICARB. Στη συνέχεια του Κεφαλαίου αυτού θα παρουσιαστούν ως παραδείγματα χρήσης της συσκευής TRICARB όλες οι ενέργειες που έγιναν για τη μέτρηση των δειγμάτων της διασύγκρισης ALMERA 2022 που αφορούσαν σε μέτρηση -α και -β ακτινοβολίας. Οι μετρήσεις έχουν ήδη δημοσιευτεί στο δικτυακό τόπο του ΔΟΑΕ και βρέθηκαν να συμφωνούν, σχεδόν σε όλες τις περιπτώσεις με τις αναμενόμενες τιμές. Τον υγρό σπινθηριστή ULTIMA GOLD AB της εταιρίας κατασκευής PERKIN ELMER που απαιτήθηκε για τη συμμετοχή του Εργαστηρίου Πυρηνικής Τεχνολογίας στην διασύγκρισης παραγώρησε ευγενικά το Τμήμα Ελέγγου Ραδιενέργειας άσκηση Περιβάλλοντος (ΤΕΡΠ) της Ελληνικής Επιτροπής Ατομικής Ενέργειας (ΕΕΑΕ), διότι κατά τη περίοδο της άσκησης δεν είχε γίνει προμήθεια τέτοιων αναλωσίμων.

## 7.2 Διαδικασίες ΙΡΑ

Προτού χρησιμοποιηθεί η συσκευή υγρού σπινθηρισμού TRICARB για παραγωγικές μετρήσεις σχετικά με την άσκηση διασύγκρισης ALMERA και δεδομένου ότι η συσκευή είχε να χρησιμοποιηθεί αρκετά έτη, για λόγους που δεν χρειάζεται να εξηγηθούν εδώ, πραγματοποιήθηκαν αρκετές τέτοιες διαδικασίες όπως περιγράφονται στο προηγούμενο Κεφάλαιο. Οι διαδικασίες έδειξαν ότι η συσκευή βρίσκεται σε καλή κατάσταση. Στην Εικόνα 7.1 δίνεται το αποτέλεσμα μιας διαδικασίας IPA (22-03-2022) με τα δείγματα Catalog No. 6008400 του Πίνακα 6.3. Διαπιστώθηκε ότι οι βαθμοί απόδοσης για το H-3 και τον C-14 είναι στις αποδεκτές τιμές όπως επίσης αποδεκτά είναι και τα αντίστοιχα τεστ  $\chi^2$ .

Calibration Information software Version IC: 3.04 Software Version IC: 3.04 Instrument Model: Tri-Carb 2910TR Instrument Serial Number: SGTC05150539 3H Chi Square: 13.42 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 14C Chi Square: 13.21 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 3H EA2/8 (1-18.6 keV): 398.67 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 14C EA2/8 (4-156 keV): 63.56 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 14C Efficiency (1-18.6 keV): 93.10 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 14C Efficiency (4-156 keV): 93.10 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 14A Eackground Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 3H Background CPM (1-18.6 keV): 10.13 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 14C Background CPM (4-156 keV): 10.50 Date Processed: 22-Mar-22 13:26:21 3H Calibration DPM: 270600 3H Reference Date: 24-Oct-03 14C Calibration DPM: 143300

Εικ. 7.1 Διαδικασία IPA της 22-03-2022 με τα δείγματα Catalog No. 6008400 του Πίνακα 6.3 Στην Εικόνα 7.2 έγινε η ίδια διαπίστωση με τα δείγματα Catalog No. 6008500 του πίνακα 6.3. Η διαδικασία αυτή είναι σχετική με την άσκηση διασύγκρισης δεδομένου ο όγκος των προτύπων δειγμάτων είναι κοντά στον όγκο των δειγμάτων που εξετάσθηκαν για την άσκηση.

### Εικ. 7.2 Διαδικασία IPA της 04-08-2022

με τα δείγματα Catalog No. 6008400 του Πίνακα 6.3

Αποφασίστηκε πάντως, κατά παράβαση των καλών πρακτικών, ότι οι διαδικασίες IPA, επειδή είναι χρονοβόρες, δεν χρειάζεται να επαναληφθούν και κατά τη διάρκεια της παραγωγικής χρήσης της συσκευής για την άσκηση διασύγκρισης ALMERA. Αυτή η απόφαση λήφθηκε διότι η συσκευή για τη διασύγκριση αυτή δεν χρειάστηκε να λειτουργήσει για πολύ χρόνο. Επιπλέον, στο πλαίσιο της καλής πρακτικής η συσκευή παραμένει σε λειτουργία συνεχώς (24/7/365) προκειμένου να αποφεύγονται τα φαινόμενα warm-up των ηλεκτρονικών της συσκευής και των φωτοπολλαπλασιαστών. Μια μεγάλη αδυναμία των διαδικασιών IPA στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας είναι ότι τα πρότυπα δείγματα Catalog No. 6008400 και Catalog No. 6008500 έχουν ζεπεράσει κατά πολύ την ημερομηνία λήξης και κανονικά δεν θα έπρεπε να χρησιμοποιούνται ως δείγματα αναφοράς.

## 7.3 Πρωτόκολλο διαχωρισμού -α και -β ακτινοβολίας

Ο διαχωρισμός των μετρήσεων σε -α και -β σωματίδια είναι μια προαιρετική δυνατότητα στις συσκευές υγρού σπινθηρισμού που υπάρχει τόσο για τη συσκευή TRICARB όσο και για τη συσκευή TRIATHLER. Η δυνατότητα αυτή δίνει την επιλογή στη συσκευή να μπορεί να κατατάξει τους παλμούς που μετρούνται σε ένα δείγμα το οποίο περιέχει -α και -β ασταθείς πυρήνες ως παλμούς από -α σωματίδια και παλμούς από -β σωματίδια. Για τη συσκευή TRICARB που κυρίως ενδιαφέρει εδώ, τα αποτελέσματα δίνονται στην μορφή CPM "άλφα" και CPM "βήτα" (CPMA και CPMB). Η δυνατότητα διαχωρισμού δίνεται διότι σε μετρήσεις δειγμάτων όπου συνυπάρχουν πυρήνες -α εκπομποί με πυρήνες -β εκπομπούς, δεν είναι

εύκολος ο φασματοσκοπικός διαχωρισμός των παραγόμενων κορυφών στον υγρό σπινθηριστή, διότι οι ενέργειες των -α και των -β σωματιδίων μπορεί να επικαλύπτονται. Για τη λειτουργία της δυνατότητας οι συσκευές εκμεταλλεύονται το φαινόμενο, το οποίο έχει ήδη παρουσιαστεί, ότι οι παλμοί που δημιουργούνται από -α σωματίδια έχουν μεγαλύτερη διάρκεια και διαφορετικό σχήμα από τους παλμούς των -β σωματιδίων. Οι μεν πρώτοι είναι ομαλότεροι και ευρύτεροι στο πεδίο του χρόνου, οι δε δεύτεροι οξύτεροι και στενότεροι. Ο διαχωρισμός γίνεται με τη χρονομέτρηση και τη διερεύνηση της μορφής των παλμών σε μία διαδικασία που γενικά στη φασματοσκοπία ονομάζεται Pulse Shape Analysis (PSA) ή Pulse Height Analysis (PHA).

Η συσκευή TRICARB ονομάζει τη διαδικασία ως Pulse Decay Analysis (PDA). Προφανώς το PDA ασχολείται με το χρόνο πτώσης των παλμών. Οι παλμοί από -α σωματίδια παρουσιάζουν μεγαλύτερο χρόνο πτώσης από τους παλμούς των -β σωματιδίων. Το σύστημα αυτό χρησιμοποιεί μια χρονικά εξαρτώμενη μεταβλητή, την Pulse Decay Discriminator (PDD), ανάλογα με την τιμή της οποίας καθορίζεται και ο διαχωρισμός των σωματιδίων. Επισημαίνεται πως η μέθοδος αυτή δεν αναγνωρίζει ξεχωριστά τους -α και τους -β εκπομπούς αλλά μόνο κατανέμει τους παλμούς σε -α παλμούς και -β παλμούς.

Για τον καθορισμό της βέλτιστης τιμής της παραμέτρου PDD στη συσκευή TRICARB, γίνεται σειρά αυτόματων μετρήσεων σε δύο πρότυπα μίγματα, ένα με αμιγώς -α εκπομπό και ένα με αμιγώς -β εκπομπό. Ξεκινώντας από κάποια χαμηλή τιμή, η τιμή της PDD αυξάνεται βηματικά. Σε κάθε βήμα, καταγράφονται οι παλμοί που μετρούνται ως -α παλμοί και οι παλμοί που μετρούνται ως -β παλμοί. Έτσι δημιουργείται μια καμπύλη συνακρόασης (που στη περίπτωση του TRICARB ονομάζεται spillover curve), παράδειγμα της οποίας φαίνεται στην Εικόνα 7.3. Η βέλτιστη τιμή της παραμέτρου PDD ορίζεται ως η τιμή στην οποία υπάρχει η ελάχιστη εσφαλμένη ταξινόμηση των -α και -β σωματιδίων.

7-4



Εικ. 7.3 Καμπύλη συνακρόασης -α και -β σωματιδίων (βλ. π.χ. Fig. 5-6, PERKIN ELMER, 2011b)

Ο χρήστης χρειάζεται απλώς να τοποθετήσει τα δύο πρότυπα δείγματα σε μία κασέτα της συσκευής και να εκκινήσει την διαδικασία μέσα από το λογισμικό της συσκευής. Για τους σκοπούς της ΔΕ, χρησιμοποιήθηκαν τα πρότυπα Am-241 και Cl-36, η διαδικασία παρασκευής των οποίων έχει αναλυθεί σε προηγούμενο Κεφάλαιο. Η βέλτιστη τιμή της παραμέτρου PDD προέκυψε 129. Η τιμή της παραμέτρου PDD προέκυψε διαφορετική από την τιμή 158 που δίνει ο κατασκευαστής για το υπόψη TRICARB, αλλά όχι πολύ διαφορετική.

Η τιμή PDD δεν είναι απαραίτητο να καθοριστεί αυτόματα. Ο χρήστης μπορεί να εισάγει την τιμή κατά την κρίση του. Σε αυτή τη περίπτωση, προφανώς δεν δημιουργείται καμπύλη συνακρόασης. Η διαδικασία αυτή μπορεί να είναι χρήσιμη όταν καθορίζεται εμπειρικά η τιμή της παραμέτρου εφόσον δεν μπορούν να κατασκευαστούν πρότυποι -α και -β εκπομποί ή για την μέτρηση π.χ. Rn-222 μέσω των στερεών θυγατρικών του, τα οποία εκπέμπουν -α και -β σωματίδια.

Επισημαίνεται επίσης πως ο επιτυχής διαχωρισμός -α και -β σωματιδίων εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό και από την σβέση που παρουσιάζεται στο δείγμα προς μέτρηση. Είναι καλή πρακτική λοιπόν οι πρότυπες πηγές που χρησιμοποιούνται για την δημιουργία της καμπύλης συνακρόασης να παρουσιάζουν περίπου όμοια σβέση με το δείγμα που ενδιαφέρει, αλλιώς υπάρχει κίνδυνος κακής ταξινόμησης των σωματιδίων.

Η αντίστοιχη παράμετρος για την συσκευή TRIATHLER, ονομάζεται PLI (Pulse Length Index) αλλά εξυπηρετεί τον ίδιο σκοπό. Δεν μπορεί να υπολογιστεί αυτόματα. Πρέπει χειροκίνητα ο χρήστης, για μια συγκεκριμένη τιμή PLI, να μετρήσει τον -α εκπομπό, έπειτα τον -β και να υπολογίσει το ποσοστό ταξινόμησης των -α και -β σωματιδίων σύμφωνα με τις παρακάτω σχέσεις (Staffova, 2006):

$$P_{a} = \frac{CPM_{\alpha B}}{CPM_{\alpha B} + CPM_{\alpha A}}$$
(7.1)

$$P_{\beta} = \frac{CPM_{\beta A}}{CPM_{\beta A} + CPM_{\beta B}}$$
(7.2)

όπου,

 $P_{\alpha}$ είναι το μέρος λανθασμένης ταξινόμησης -α σωματιδίων σε -β σωματίδια  $P_{\beta}$ είναι το μέρος λανθασμένης ταξινόμησης -β σωματιδίων σε -α σωματίδια  $CPM_{\alpha A}$ είναι το πλήθος των -α παλμών στο ενεργειακό παράθυρο των -α σωματιδίων  $CPM_{\beta}$ είναι το πλήθος των -β παλμών στο ενεργειακό παράθυρο των -β σωματιδίων  $CPM_{\alpha B}$ είναι το πλήθος των -β παλμών στο ενεργειακό παράθυρο των -β σωματιδίων  $CPM_{\beta A}$ είναι το πλήθος των -β παλμών στο ενεργειακό παράθυρο των -β σωματιδίων

Καταγράφοντας τις τιμές και αυξάνοντας σταδιακά την παράμετρο PLI, δημιουργείται μία καμπύλη συνακρόασης και η βέλτιστη τιμή της παραμέτρου PLI προκύπτει όταν  $P_{\alpha} = P_{\beta}$ . Η διαδικασία αυτή έγινε στην παρούσα ΔΕ όμως οι υπολογισμοί δεν επισυνάπτονται στο παρόν κείμενο για εξοικονόμηση χώρου. Η βέλτιστη τιμή PLI στη συσκευή TRIATHLER καθορίστηκε ως 252. Προκύπτει εμμέσως από τις τιμές των παραμέτρων PDD και PLI (η δεύτερη είναι περίπου διπλάσια της πρώτης), ότι η μεν συσκευή TRICARB παρακολουθεί τη διάρκεια του συνόλου του παλμού προκειμένου να καθορίσει το πώς ένας παλμός -α μπορεί να διαχωριστεί από έναν παλμό -β.

## 7.4 Προσδιορισμός απόδοσης ολικής -β και -α μέτρησης στο TRICARB

Ο βαθμός απόδοσης αποτελεί μέτρο της δυνατότητας ποσοτικοποίησης της ραδιενέργειας μιας πηγής από καταγραφές στην συσκευή. Το σκεπτικό για τον προσδιορισμό του βαθμού απόδοσης είναι να ληφθούν μετρήσεις πρότυπων πηγών από τη συσκευή μίας μόνο -α σωματιδίων, και μίας μόνο -β σωματιδίων και να συγκριθούν με τις γνωστές τιμές

ραδιενέργειάς τους. Όπως έχει ήδη αναφερθεί, για τις μετρήσεις με υγρό σπινθηρισμό, ο βαθμός απόδοσης προσδιορίζεται ως:

$$B.A. = \frac{CPM_{NET}}{DPM}$$
(7.3)

όπου,

*CPM*<sub>NET</sub> (Counts Per Minute) είναι οι παλμοί ανά λεπτό που καταγράφονται από τη συσκευή από τους οποίους έχουν αφαιρεθεί οι αντίστοιχες τιμές υποστρώματος

DPM (Disintegrations Per Minute) είναι οι διασπάσεις ανά λεπτό, που είναι γνωστές εφόσον είναι γνωστή η ραδιενέργεια της πρότυπης πηγής

Για τον προσδιορισμό του βαθμού απόδοσης αποφασίσθηκε να επιλεχθεί μεγάλος χρόνος μίας ώρας για κάθε μέτρηση των πρότυπων πηγών Επιπλέον, το πλήθος των μετρήσεων που έγιναν ήταν 5 ανά πηγή. Οι επιλογές αυτές έγιναν για την εξασφάλιση καλύτερης στατιστικής. Ως πρότυπες πηγές χρησιμοποιήθηκαν τα μίγματα με Cl-36 και Am-241, η διαδικασίας παρασκευής των οποίων αναλύθηκε στο Κεφάλαιο 5. Τα ίδια μίγματα χρησιμοποιήθηκαν και για τον προσδιορισμό της παραμέτρου PDD, όπως στην προηγούμενη παράγραφο. Το δείγμα υποστρώματος προετοιμάσθηκε ως μίγμα από 14 mL υγρού σπινθηριστή ULTIMA GOLD AB και 6 mL οξυνισμένου νερού κατάλληλα αναμεμιγμένο με HCl ώστε το pH του να είναι στην τιμή 1.7, σύμφωνα με τα όσα αναφέρονται στο ISO 11704 (2010). Τα φιαλίδια με τα πρότυπα αυτά τοποθετήθηκαν σε κασέτα, μαζί με το φιαλίδιο υποστρώματος με σειρά "υπόστρωμα", "Am-241" και "Cl-36". Στη συνέχεια η κασέτα τοποθετήθηκε προς μέτρηση.

Έγιναν τα παρακάτω βήματα:

(α) Προσδιορίστηκε νέο πρωτόκολλο μέτρησης τύπου "CPM Assay", με όνομα totalAB\_efficiency.

(β) Στο παράθυρο Assay Parameters, δεν έγινε κάποια αλλαγή.

(γ) Στο παράθυρο Count Conditions, επιλέχθηκε πλασματικός ασταθής πυρήνας, για τον οποίο καταγράφονται μετρήσεις σε όλο το διαθέσιμο ενεργειακό φάσμα.

(δ) Δεν έγινε αλλαγή στην επιλογή "Count Mode". Αυτό θα γινόταν μόνο εφόσον υπήρχε εγκατεστημένη η προαιρετική επιλογή δυνατότητας μέτρησης υψηλής ευαισθησίας.

(ε) Για την ρύθμιση "Quench Indicator", επιλέχθηκε η παράμετρος TSIE/AEC. Η επιλογή έγινε ώστε να καταγραφεί με τις μετρήσεις και η τιμή της παραμέτρου TSIE, η οποία

θεωρείται και από τον κατασκευαστή της συσκευής ως η βέλτιστη παράμετρος για τον προσδιορισμό της σβέσης σε ένα δείγμα. Η επιλογή AEC (Automatic Efficiency Correction), ενώ έγινε, στην προκειμένη περίπτωση δεν έχει νόημα, καθώς αποτελεί λειτουργία της συσκευής για τον δυναμικό καθορισμό των ενεργειακών περιοχών προς μέτρηση, σε περίπτωση που έχουμε dual label ή triple label δείγμα.

(στ) Η παράμετρος "External STD Terminator" επιλέχθηκε ώστε όταν η τιμή 2s% (2 τυπικές αποκλίσεις %) φθάσει την τιμή 0.5 η μέτρηση να σταματάει. Το παραπάνω όριο προσδιορίζει τον χρόνο για τον οποίο θα μετρηθεί το εξωτερικό πρότυπο για τον προσδιορισμό της παραμέτρου σβέσης. Η επιλογή που έγινε δεν βάζει χρονικό όριο αλλά τερματίζει την μέτρηση εφόσον γίνουν 160.000 καταγραφές. Αυτό εξασφαλίζει επίπεδο εμπιστοσύνης 95% για τον προσδιορισμό της παραμέτρου TSIE.

(ζ) Η παράμετρος "Pre-count Delay (min) " καθυστερεί την εκκίνηση της μέτρησης. Συνήθως επιλέγεται για την μείωση των φαινομένων φωταύγειας. Στην προκειμένη περίπτωση ο χρόνος μέτρησης είναι μεγάλος και τα δείγματα δεν θα παρουσιάζουν φωταύγεια μετά από τα πρώτα λεπτά μέτρησης, οπότε δεν επιλέχθηκε να γίνει καθυστέρηση της εκκίνησης.

(η) Η παράμετρος "Count Time" προσδιορίζει τον χρόνο μέτρησης του κάθε δείγματος και επιλέχθηκε 60 min (1 ώρα).

(θ) Η παράμετρος "Assay Count Cycles" επιλέχθηκε 5, ώστε να γίνουν 5 μετρήσεις της μίας ώρας

(ι) Η παράμετρος "Repeat Sample Count", η οποία προσδιορίζει τον αριθμό μετρήσεων που γίνεται για κάθε δείγμα επιλέχθηκε ως 1. Προτιμήθηκε να γίνουν 5 διαφορετικά σετ μετρήσεων αντί να γίνουν 5 συνεχόμενες επαναλήψεις της μέτρησης του κάθε δείγματος, καθώς αυτό θα σήμαινε διαφορά 10 ωρών μεταξύ της μέτρησης της 1<sup>ης</sup> κατά σειρά μέτρησης πηγής και 10 ωρών για την 2<sup>η</sup> από την πρώτη μέτρηση υποστρώματος. Το υπόστρωμα μεταβάλλεται κατά τη διάρκεια της ημέρας, οπότε το παραπάνω δεν θα ήταν καλή πρακτική.

(ια) Οι παράμετροι "Calculate % Reference" και "#Vials/Sample" αφορούν σε μετρήσεις όπου ένα δείγμα έχει μοιραστεί σε περισσότερο από 1 φιαλίδια, οπότε αφέθηκαν ως έχουν.

(ιβ) Οι περιοχές μέτρησης "Regions" επιλέγονται αυτόματα κατά την επιλογή του ασταθούς πυρήνα και δεν γίνεται παραμετροποίηση αυτών από το παράθυρο "Count Conditions".

(ιγ) Η επιλογή "Background Subtract" αφαιρεί αυτόματα τις μετρήσεις του υποστρώματος. Η αναγνώριση του υποστρώματος από τη συσκευή γίνεται είτε ενεργοποιώντας την επιλογή

7-8

αυτή και τοποθετώντας το υπόστρωμα στην πρώτη θέση στην κασέτα, είτε μέσω του υποστρώματος που καθορίζεται από τις διαδικασίες IPA, είτε από τιμή προκαθορισμένη από τον χρήστη. Δεν έγινε επιλογή αυτής της ρύθμισης.

(ιδ) Η επιλογή "Low CPM Threshold" τερματίζει την μέτρηση εφόσον δεν επιτευχθούν προκαθορισμένες τιμές CPM. Δεν έγινε επιλογή αυτής της ρύθμισης.

(ιε) Η επιλογή "2 Sigma % Terminator" τερματίζει την μέτρηση εφόσον επιτευχθεί επίπεδο εμπιστοσύνης 95% για την μέτρηση. Αυτή η επιλογή μπορεί να λήξει την μέτρηση πριν το πέρας της προκαθορισμένης χρονικής διάρκειάς της. Δεν έγινε επιλογή αυτής της ρύθμισης.

(ιστ) Στο παράθυρο "Count Corrections", έγινε επιλογή της ρύθμισης "Static Controller", η οποία αξιοποιεί τεχνολογία της συσκευής για την ελαχιστοποίηση του στατικού ηλεκτρισμού στα δείγματα προς μέτρηση.

(ιζ) Δεν έγινε επιλογή των ρυθμίσεων "Luminescence Correction", "Colored Samples" και "Heterogeneity Monitor". Η πρώτη επιλογή χρησιμοποιεί τεχνολογία της συσκευής για την διόρθωση της φωταύγειας, η οποία όμως ούτως ή άλλως δεν επηρεάζει σημαντικά τις μετρήσεις στη προκειμένη περίπτωση. Η δεύτερη επιλογή λειτουργεί αντίστοιχα για την διόρθωση της σβέσης σε περίπτωση που το μίγμα παρουσιάζει χρώμα και απαιτεί γνωστό βαθμό απόδοσης με χρώμα. Η τρίτη επιλογή αποτελεί προαιρετική αναβάθμιση επί της βασικής συγκρότησης της συσκευής και ελέγχει τα δείγματα για ανομοιομορφίες στην ομοιογένειά τους.

(ιη) Οι παράμετροι "Coincidence Time" και "Delay before burst" έμειναν ως έχουν σύμφωνα με την εργοστασιακή παραμετροποίηση της συσκευής. Η πρώτη παράμετρος καθορίζει το χρονικό περιθώριο μέσα στο οποίο ένα συμβάν (count) πρέπει να καταγραφεί και από τους δύο φωτοπολλαπλασιαστές (να είναι δηλαδή coincident) για να θεωρείται νόμιμο, ενώ η δεύτερη καθορίζει τη χρονική διάρκεια μετά από ένα νόμιμο συμβάν για την οποία η συσκευή θα συμπεριλαμβάνει και επόμενα coincident συμβάντα ως επίσης νόμιμα. Τα επόμενα coincident συμβάντα μπορούν να οφείλονται στο λεγόμενο afterglow του σπινθηριστή και ονομάζονται after pulses. Τα after pulses που προκύπτουν μετά από το καθορισμένο χρονικό όριο θεωρείται πως προκύπτουν από το υπόστρωμα. Προσοχή χρειάζεται στον καθορισμό αυτής της παραμέτρου όταν γίνεται μέτρηση -β εκπομπών υψηλής ενέργειας και κατά την χρήση συγκεκριμένων υγρών σπινθηριστών, όπως του PERKIN ELMER ULTIMA GOLD που παράγουν παλμούς, οι οποίοι αποσβένονται με σχετική καθυστέρηση. Η ρύθμιση αυτής της παραμέτρου στη σωστή τιμή είναι πολύ σημαντική αν χρησιμοποιούνται σπινθηριστές που προάγουν το afterglow. Στη παρούσα εργασία, δεν έγινε απόπειρα ρύθμισης αυτής της παραμέτρου. Εκτιμήθηκε όμως ότι επηρεάζει σημαντικά το βαθμό απόδοσης για -β σωματίδια δεδομένου ότι το Cl-36 είναι ένα ισότοπο που εκπέμπει -β σωματίδια αρκετά υψηλών ενεργειών. Το θέμα του afterglow εξετάζεται κάπως πρόχειρα σε επόμενες παραγράφους όπου αναλύονται αποτελέσματα πειραματικών μετρήσεων.

(ιθ) Η επιλογή "Apply Half-life Correction" εφαρμόζει διορθώσεις στη μέτρηση ανάλογα με τον χρόνο ημιζωής, εφόσον οι ασταθείς πυρήνες προς μέτρηση είναι γνωστοί. Δεν έγινε επιλογή αυτής της ρύθμισης. Διορθώσεις αυτού του είδους μπορεί να γίνονται και "με το χέρι".

(ιι) Τα υπόλοιπα παράθυρα, δηλαδή "Report Definitions", "Report Output", "Special Files" και "Worklist" δεν επηρεάζουν την μέτρηση αλλά καθορίζουν τα αρχεία και τις πληροφορίες που θα προκύψουν αυτόματα μετά το πέρας της μέτρησης. Η παραμετροποίησή τους έγινε ώστε να ληφθούν όχι μόνο οι τιμές CPM για το κάθε δείγμα αλλά και αρχεία, τα οποία μπορούν να εισαχθούν στο συνοδευτικό λογισμικό "Spectra Works", το οποίο χρησιμοποιείται για την ανάλυση φάσματος μετρήσεων.

Τέλος, το πρωτόκολλο συνδέθηκε με έναν αριθμό κασέτας και έγινε εκκίνηση της μέτρησης.

Λήφθηκαν 5 σετ μετρήσεων CPM για το Am-241, το Cl-36 και το υπόστρωμα.

Οι συγκεντρώσεις  $(Bq \cdot g^{-1})$  των προτύπων έχουν υπολογιστεί στο Κεφάλαιο 5. Έγινε αναγωγή αυτών σε ενεργότητα (Bq) η οποία υπολογίστηκε ως 25.08 Bq για το Am-241 και 13.90 Bq για το Cl-36.

Έγινε διόρθωση από τις τιμές υποστρώματος (αυτόματα από τη συσκευή) και υπολογίστηκε ο μέσος όρος τιμής CPM<sub>NET</sub> για την κάθε πηγή. Με χρήση της σχέσης (7.3) προσδιορίστηκε ο βαθμός απόδοσης ολικής -β μέτρησης ως 0.92 και ο βαθμός απόδοσης ολικής -α μέτρησης ως 1.03.

Για λόγους συντομίας, η διαδικασία υπολογισμού βαθμού απόδοσης για τη συσκευή TRIATHLER, παρότι έγινε, δεν θα αναλυθεί στο παρόν κείμενο. Σημειώνεται όμως πως η ουσιαστική διαφορά στην διαδικασία είναι η ανάγκη για χειροκίνητη αλλαγή των δειγμάτων και εκκίνηση της διαδικασίας μέτρησης κάθε 1 ώρα, καθώς η συσκευή TRIATHLER δεν διαθέτει χώρο και σύστημα διαχείρισης δειγμάτων προς μέτρηση. Το παραπάνω έχει ως αποτέλεσμα η διαδικασία προσδιορισμού του βαθμού απόδοσης να είναι χρονικά πολύ πιο ακριβή σε σχέση με τη συσκευή TRICARB, εφόσον ουσιαστικά απαιτούνται 15 μετρήσεις 1

ώρας με ανάγκη παρέμβασης του χρήστη μετά από κάθε μέτρηση. Ο βαθμός απόδοσης για τη συσκευή TRIATHLER, βρέθηκε τόσο για την ολική -β μέτρηση όσο και για την ολική -α μέτρηση, πολύ κοντά σε αυτόν που υπολογίσθηκε για την συσκευή TRICARB.

## 7.5 Σχέσεις για την αβεβαιότητα και το κατώτερο όριο ανίχνευσης

Για τη συνολική σχετική αβεβαιότητα των μετρήσεων που πραγματοποιήθηκαν χρησιμοποιήθηκε η σχέση:

$$u = \sqrt{u_{CNT}^2 + u_{BKG}^2 + u_{CLB}^2}$$
(7.4)

όπου

$$u_{CNT}^2$$
 το τετράγωνο της σχετικής αβεβαιότητας της μέτρησης αυτής καθαυτής,

 $u_{BGK}^2$  το τετράγωνο της σχετικής αβεβαιότητας της μέτρησης του υποστρώματος και

 $u_{\rm CLB}^2$ το τετράγωνο της σχετικής αβεβαιότητας της βαθμονόμησης.

Τυχόν άλλες αβεβαιότητες, π.χ. ζύγισης, θεωρούνται αμελητέου μεγέθους σε σχέση με τις τρεις προηγούμενες.

Για το κατώτερο όριο ανίχνευσης, υπάρχουν αρκετές προσεγγίσεις αλλά εδώ χρησιμοποιήθηκε η παρακάτω σχέση, η οποία προτείνεται στο ΙΑΕΑ (2017) για καταστάσεις "γνωστού υποστρώματος":

$$LLD = \frac{k\left(k + 2\sqrt{BKG}\right)}{B.A.\left[1 - \left(k \times u_{CLB}\right)^{2}\right]}$$
(7.5)

Η σχέση αυτή απλοποιείται για  $u_{\it CLB}^2\approx 0\,$  στην παρακάτω:

$$LLD = \frac{k\left(k + 2\sqrt{BKG}\right)}{B.A.}$$
(7.6)

ή για k=1 στην

$$LLD = \frac{1 + 2\sqrt{BKG}}{B.A.}$$
(7.7)

και επειδή το υπόστρωμα μετρείται σε CPM μετρηθέντος δείγματος και το *LLD* χρειάζεται να υπολογίζεται σε Bq Kg<sup>-1</sup> η σχέση (7.7) ξαναγράφεται σε

$$LLD = \frac{1 + 2\sqrt{BKG}}{B.A.\times60} \frac{1000}{m_4}$$
(7.8)

### 7.6 Πρόσκληση άσκησης διασύγκρισης ALMERA 2022

Γενικά οι ασκήσεις διασύγκρισης ALMERA προβλέπουν δύο φάσεις. Κατά την πρώτη φάση (01) οι συμμετέχοντες πρέπει να δώσουν κάποια προκαταρκτικά αποτελέσματα σε σύντομη προθεσμία. Καλύτερο σε αυτή τη φάση θεωρείται το εργαστήριο που έδωσε αποτελέσματα πλησιέστερα στα τελικά. Κατά τη δεύτερη φάση (02) οι συμμετέχοντες πρέπει να δώσουν τα οριστικά τους αποτελέσματα σε μεταγενέστερη προθεσμία. Καλύτερο θεωρείται το εργαστήριο που και στις δύο φάσεις έδωσε αποτελέσματα πλησιέστερα στα τελικά. Η άσκηση διασύγκρισης ALMERA 2022 έχει τον κωδικό IAEA-TERC-2022-01/02 και εξελίχθηκε σε μία φάση. Στην άσκηση αυτή δήλωσαν συμμετοχή, δηλαδή έλαβαν δείγματα, 105 εργαστήρια από 58 χώρες και δήλωσαν αποτελέσματα 98 εργαστήρια από 55 χώρες. Όλα τα δείγματα που στάλθηκαν στους συμμετέχοντες είχαν τιμές ραδιενέργειας στο επίπεδο του περιβάλλοντος, δηλαδή τόσο χαμηλές σε άθροισμα ραδιενέργειας (Bq) όσο και σε συγκέντρωση ραδιενέργειας (Bq ανά μονάδα μάζας) ώστε να εξαιρούνται από άδειες εισαγωγής και λοιπούς τελωνιακούς ελέγχους, προκειμένου η διακίνησή τους να γίνεται χωρίς προβλήματα. Οι συμμετέχοντες έλαβαν 6 δείγματα ο καθένας σύμφωνα με τον Πίνακα 7.1. Επίσης οι συμμετέχοντες έλαβαν και ένα αρχείο το οποίο περιέχει τις πληροφορίες φάσματος - γ φασματοσκοπίας από δείγμα εδάφους, προκειμένου να το αναλύσουν ώστε να προσδιορίσουν τα ισότοπα του φάσματος.

Τα δείγματα με κωδικό 01, 02, 03 και QC ήταν πόσιμο νερό από το Seibersdorf της Αυστρίας. Στα νερά αυτά προστέθηκε κατάλληλες μάζες από πρότυπα διαλύματα με γνωστές πιστοποιημένες ποσότητες ισοτόπων. Τα νερά οξυνίστηκαν σε pH μικρότερο από 2 (περίπου 0.05M HNO<sub>3</sub>), προκειμένου να εξασφαλιστεί η σταθερότητα των δειγμάτων τουλάχιστον για την περίοδο που διαρκεί η άσκηση διασύγκρισης. Παρόλο που αυτό δεν ζητείται στον Πίνακα 7.1, εννοούνταν ότι όλα τα δείγματα νερού θα πρέπει να μετρηθούν και με -γ φασματοσκοπική ανάλυση ώστε να βρεθούν τα ισότοπα που εκπέμπουν φωτόνια.

Ο Πίνακας 7.2 δίνει πληροφορίες σχετικά με το δείγμα βαθμονόμησης QC.

Το δείγμα 05 "επιφάνεια με ισότοπα" ετοιμάστηκε ειδικά για να διαπιστωθεί η ικανότητα των εργαστηρίων να μετρούν ρυπασμένες επιφάνειες με ραδιενέργεια. Προκειμένου το δείγμα να προκύψει επιφανειακά ομογενές, τα ισότοπα τυπώθηκαν στην επιφάνειά του με μπλε μελάνι με κατάλληλο εκτυπωτή όπως υπάρχει στο εργαστήριο του Seibersdorf. Η επιφάνεια του

7-12

δείγματος ήταν 10cm×15cm. Το υλικό βάσης του δείγματος ήταν πολυεστέρας. Η προτεινόμενη μέθοδος μέτρησης είναι με φορητό όργανο μέτρησης επιφανειακής ρύπανσης με δυνατότητα μέτρησης για -α και -β σωματίδια. Το δείγμα αυτό περιέχει και Cs-137, το οποίο μπορεί να μετρηθεί με -γ φασματοσκοπία αλλά και Pu-239 το οποίο μπορεί να μετρηθεί με ραδιοχημική ανάλυση.

| Κωδικός              |                            | Κατά       | Ζητούμενη ανάλυση                           |  |  |  |  |
|----------------------|----------------------------|------------|---|--|--|--|--|
| Κωσικος<br>Δείγματος | Είδος Δείγματος            | προσέγγιση |   |  |  |  |  |
|                      |                            | βάρος (g)  |   |  |  |  |  |
| 01                   |                            |            | Τεχνητά και φυσικά ασταθή ισότοπα για       |  |  |  |  |
|                      | Νερό με ισότοπα            | 500        | μέτρηση τύπου ολικής -α και ολικής -β       |  |  |  |  |
|                      |                            |            | ακτινοβολίας (gross -α, gross -β, GAB)      |  |  |  |  |
| 02                   |                            |            | Τεχνητά και φυσικά ασταθή ισότοπα           |  |  |  |  |
|                      | Νερό με ισότοπα            | 500        | συμπεριλαμβανομένων Η-3, Sr-90 για μέτρησι  |  |  |  |  |
|                      |                            |            | και μέτρηση GAB (επίπεδα περιβάλλοντος)     |  |  |  |  |
| 03                   |                            |            | Ισότοπα που εκπέμπουν φωτόνια για -γ        |  |  |  |  |
|                      | Νερό με ισότοπα            | 500        | φασματοσκοπική ανάλυση και υπερουράνια      |  |  |  |  |
|                      |                            |            | ισότοπα (transuranic, TRU) για μέτρηση GAB  |  |  |  |  |
| QC                   |                            | 500        | Δείγμα με ισότοπα γνωστής ραδιενέργειας για |  |  |  |  |
|                      | περο με ισστοπα            | 300        | βαθμονόμηση                                 |  |  |  |  |
|                      |                            |            | Ισότοπα που εκπέμπουν φωτόνια για -γ        |  |  |  |  |
| 05                   | Επιφάνεια με ισότοπα       | 1 τεμάχιο  | φασματοσκοπική ανάλυση και υπερουράνια      |  |  |  |  |
|                      |                            |            | ισότοπα (transuranic, TRU) για μέτρηση GAB  |  |  |  |  |
| 06                   | Επιφάνεια χωρίς<br>ισότοπα | 1 τεμάχιο  | Για μέτρηση υποστρώματος                    |  |  |  |  |

Πίνακας 7.1 Κατάλογος δειγμάτων

| Ισότοπο | Ραδιενέργεια (Bqkg <sup>-1</sup> ) | 1σ Αβεβαιότητα (Bqkg <sup>-1</sup> ) |
|---------|------------------------------------|--------------------------------------|
| H-3     | 42.4                               | 0.4                                  |
| Sr-90   | 57.4                               | 0.5                                  |
| Pb-210  | 57.3                               | 0.5                                  |
| Cs-137  | 37.5                               | 0.2                                  |
| Cs-134  | 31.9                               | 0.2                                  |
| Am-241  | 40.1                               | 0.3                                  |

Πίνακας 7.2 Ποσότητες ισοτόπων στο δείγμα QC (ημερομηνία αναφοράς 01-ΙΑΝ-2022)

### 7.7 Κατάθεση αποτελεσμάτων

Για τα αποτελέσματα δόθηκε προθεσμία κατάθεσης σε κατάλληλη ηλεκτρονική πλατφόρμα μέσα στο φθινόπωρο του 2022. Η ημερομηνία αναφοράς για όλα τα δείγματα υποδείχθηκε από τους οργανωτές η 1<sup>η</sup> Ιανουαρίου του 2022. Όλες οι μετρήσεις που αφορούσαν την τεχνική GAB δεν χρειάζονταν ημερομηνία αναφοράς. Οι μονάδες αναφοράς και οι προτεινόμενες μέθοδοι μέτρησης διακρίνονται αναλυτικότερα στον Πίνακα 7.3.

| Κωδικός   | Ζητούμευς Ανάλυση                            | Μονάδες             |  |  |
|-----------|--|---------------------|--|--|
| Δείγματος | Ζητουμενή Αναλοση                            | Μονασες             |  |  |
|           | -γ φασματοσκοπία, ολική -α, ολική -β, Sr-90, | Da ka <sup>-1</sup> |  |  |
| Δειγμά 01 | Pb-210, Po-210 (με ραδιοχημεία)              | bq kg               |  |  |
| Δείγμα 02 | -γ φασματοσκοπία, ολική -α, ολική -β, Η-3    | Bq kg <sup>-1</sup> |  |  |
|           | Sr-90, Pb-210, Po-210 (ραδιοχημεία)          | $Bq kg^{-1}$        |  |  |
| Δείγμα 03 | -γ φασματοσκοπία, ολική -α, ολική -β         | Bq kg <sup>-1</sup> |  |  |
|           | Pu-239 (ραδιοχημεία)                         | $Bq kg^{-1}$        |  |  |
| Δείγμα 05 | ολική -α, ολική -β                           | $Bq cm^{-2}$        |  |  |
|           | Cs-137 (-γ φασματοσκοπία)                    | $Bq cm^{-2}$        |  |  |
|           | Pu-239 (ραδιοχημεία)                         | $Bq cm^{-2}$        |  |  |

Πίνακας 7.3 Μονάδες αναφοράς και οι προτεινόμενες μέθοδοι μέτρησης

Όλες οι τιμές των μετρήσεων θα έπρεπε να συνοδεύονται από τη συνδυασμένη αβεβαιότητα με συντελεστή κάλυψης k=1.

Στον Πίνακα 7.4 διακρίνονται τα αποτελέσματα για την άσκηση διασύγκρισης σε ό,τι αφορά στις μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν με τις μεθόδους υγρού σπινθηρισμού στη συσκευή TRICARB, όπως κατατέθηκαν, σύμφωνα με το IAEA (2023). Στη συνέχεια επαναλαμβάνεται η επεξεργασία των αποτελεσμάτων και προσδιορίζονται με προσοχή οι τιμές που θα έπρεπε

να κατατεθούν. Σε σημεία διαπιστώνεται ότι υπάρχουν μικρές διαφορές. Οι διαφορές οφείλονται σε αβλεψίες οι οποίες έγιναν λόγω έλλειψης χρόνου και λόγω του ότι το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας συμμετείχε για πρώτη φορά σε τέτοιου είδους διασύγκριση.

| Κωδικός   | Ζητούμενα | Τιμή   | Αβεβαιότητα  | Τιμή        | Αβεβαιότητα | Τιμή | Αξιολόγηση |  |
|-----------|-----------|--------|--------------|-------------|-------------|------|------------|--|
| Δείγματος | ισότοπα   | στόχος | τιμής στόχου | Εργαστηρίου | Εργαστηρίου | Ζ    |            |  |
| 1         | Sr-90     | 26.4   | 1.6          | 32.68       | 2.29        | 3.93 | 0          |  |
| 1         | Ολική -α  | 23.98  | 7.78         | 22.7        | 7.9         | 0.16 | Ν          |  |
| 1         | Ολική -β  | 124.75 | 29.46        | 125.0       | 5.5         | 0.01 | Ν          |  |
| 2         | Sr-90     | 7.42   | 0.45         | 8.17        | 0.49        | 1.67 | Ν          |  |
| 2         | H-3       | 10.8   | 0.6          | 11.6        | 0.8         | 1.33 | Ν          |  |
| 2         | Ολική -α  | 12.72  | 3.73         | 14.5        | 5.2         | 0.48 | Ν          |  |
| 2         | Ολική -β  | 28.94  | 6.35         | 28.4        | 6.2         | 0.09 | Ν          |  |
| 3         | Ολική -α  | 8.93   | 3.04         | 13.5        | 4.72        | 1.50 | Ν          |  |
| 3         | Ολική -β  | 27.63  | 6.78         | 28.38       | 1.84        | 0.11 | Ν          |  |
| 5         | Ολική -α  | 0.081  | 0.052        | 0.41        | 0.13        | 6.33 | 0          |  |
| 5         | Ολική -β  | 0.158  | 0.084        | 0.19        | 0.04        | 0.38 | Ν          |  |

Πίνακας 7.4 Αποτελέσματα όπως κατατέθηκαν

Στον Πίνακα 7.4 η αξιολόγηση είναι ΝΑΙ (Ν) ή ΟΧΙ (Ο), τα οποία σημαίνουν, στην περίπτωση του "Ν" ότι το αποτέλεσμα που κατατέθηκε είναι στατιστικά κοντά στη τιμή στόχο και στη περίπτωση του "Ο" ότι το αποτέλεσμα που κατατέθηκε είναι στατιστικά μακριά από την τιμή στόχο. Η αξιολόγηση βασίζεται στη τιμή του Z, όπου Z είναι παράμετρος που προσδιορίζεται σύμφωνα με την παρακάτω σχέση

$$Z = \left| \frac{T_{i\mu} \dot{\eta}_{\sigma\tau \delta\chi o\varsigma} - T_{i\mu} \dot{\eta}_{E\rho\gamma a\sigma\tau \eta \rho iov}}{A\beta \varepsilon \beta \alpha_{i} \delta\tau \eta \tau \alpha_{\sigma\tau \delta\chi ov}} \right|$$
(7.9)

Αν η τιμή του Z είναι < 2, το αποτέλεσμα είναι κοντά στη τιμή στόχο. Αν η τιμή του Z είναι 2 με 3, υπάρχει αβεβαιότητα αν το αποτέλεσμα είναι στατιστικά κοντά στη τιμή στόχος. Αν η τιμή του Z είναι > 3, τότε το αποτέλεσμα είναι μακριά από την τιμή στόχο. Παρατηρείται ότι στα 11 αποτελέσματα που κατέθεσε το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας, φαίνεται ότι "απέτυχε" μόνο σε 2, δηλαδή το ποσοστό επιτυχίας του Εργαστηρίου είναι 82%, πράγμα πολύ θετικό για πρώτη συμμετοχή σε τέτοιου είδους διασύγκριση.

## 7.8 Δείγμα 01: Προσδιορισμός συγκέντρωσης Sr-90

### 7.8.1 Γενικά

Είναι γνωστό ότι λόγω της μεγάλης ενέργειας των -β σωματιδίων που εκπέμπονται από το Sr-90, η ανίχνευσή του σε υδατικά διαλύματα δεν χρειάζεται να γίνει με τη βοήθεια ανάμιξης με υγρό σπινθηριστή, αλλά μπορεί να γίνει και με τη μέτρηση του παραγόμενου φωτός ακτινοβολίας Cherenkov. Την ακτινοβολία αυτή παράγει το θυγατρικό του Sr-90, Y-90 (ύτριο-90), το οποίο βρίσκεται σε ισορροπία με το Sr-90 λόγω μικρού χρόνου ημιζωής. Η μέθοδος αυτή έχει στο παρελθόν δοκιμαστεί στο Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας με χρήση της συσκευής υγρού σπινθηρισμού TRIATHLER με ικανοποιητική επιτυχία. Αποφασίστηκε επομένως ότι το ίδιο θα μπορούσε να γίνει και για αυτή την άσκηση διασύγκρισης ALMERA. Είναι προφανές ότι η μέθοδος αυτή δεν χρειάζεται ρύθμιση του pH του νερού διότι δεν υπάρχει ανάμιξη με υγρό σπινθηριστή. Για τη μέτρηση επιλέχθηκε το πρωτόκολλο 11 του TRICARB που αφορά σε CPM H-3. Το πρωτόκολλο H-3 είναι γενικά κατάλληλο για μετρήσεις ακτινοβολίας Cherenkov εφόσον αυτή θεωρείται ότι παράγει παρόμοιο φως με το φως που παράγουν στον υγρό σπινθηριστή τα -β σωματίδια που εκπέμπονται από το H-3. Το πρωτόκολλο H-3 (11) εφαρμόστηκε με διόρθωση για σβέση τύπου TSIE/AEC. Παρόλα αυτά σημειώνεται ότι στη περίπτωση αυτή η διόρθωση σβέσης δεν έχει κάποιο νόημα διότι το καταγραφόμενο φως αντιστοιχεί σε ενεργειακή περιοχή σωματιδίων - β πάρα πολύ χαμηλής ενέργειας.

### 7.8.2 Εύρεση του βαθμού απόδοσης της μεθόδου

Για την εφαρμογή της μεθόδου αποφασίστηκε οι μετρήσεις να γίνουν σε φιαλίδια των 20 mL. Πρώτα ετοιμάστηκε δείγμα για τη μέτρηση του υποστρώματος σε φιαλίδιο των 20 mL στο οποίο τοποθετήθηκαν 20 mL απιονισμένου νερού. Έπειτα ετοιμάστηκε δείγμα για την εκτίμηση του βαθμού απόδοσης του πρωτοκόλλου 11 για Cherenkov από Sr-90 σε φιαλίδιο των 20 mL στο οποίο τοποθετήθηκαν 20 mL δείγματος QC, το οποίο σύμφωνα με τον Πίνακα 7.2 περιέχει και γνωστή συγκέντρωση Sr-90. Τα λοιπά ισότοπα που υπάρχουν στο δείγμα QC δεν παράγουν Cherenkov οπότε είναι αδιάφορα για την μέτρηση αυτή. Το δείγμα υποστρώματος και το δείγμα QC τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 11 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Δεδομένου ότι το δείγμα QC περιέχει 57 Bq kg<sup>-1</sup> Sr-90, τα 20g από αυτό το δείγμα περιέχουν 1.14 Bq ή 68.4 DPM. Η μέτρηση μετά την αφαίρεση του υποστρώματος έδειξε 14 CPM. Το

σφάλμα μέτρησης με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 6%. Επομένως ο βαθμός απόδοσης εκτιμήθηκε σε 14/68.4 = 0.204.

### 7.8.3 Εκτίμηση συγκέντρωσης Sr-90 στο δείγμα 01

Στη συνέχεια ετοιμάστηκε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 20 mL δείγματος 01, το οποίο σύμφωνα με τον Πίνακα 7.1 περιέχει άγνωστη συγκέντρωση Sr-90. Τα λοιπά ισότοπα που υπάρχουν στο δείγμα 01 δεν παράγουν Cherenkov οπότε είναι αδιάφορα για την μέτρηση αυτή. Το δείγμα υποστρώματος και το δείγμα 01 τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 11 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Μετρήθηκε 1 CPM υποστρώματος. Μετρήθηκαν 8 CPM Sr-90 μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 3%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) το σφάλμα αυτό συμβάλει στην αβεβαιότητα μαζί με το σφάλμα του υποστρώματος που βρέθηκε ± 6% και το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης που είναι ± 0.88%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.204. Δηλαδή, 8/0.204 = 39.21 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 39.21/60 sec = 0.65 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.65/20g ίση με 32.68 Bqkg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) το κατώτερο όριο ανίχνευσης είναι 12.25 Bqkg<sup>-1</sup>.

To apotélesma autó upologístyke  $\omega_{\zeta}$  autó pou éprepe va katatebeí sty szetiký platýóma  $\omega_{\zeta}$  32.68 ± 9% Bq kg<sup>-1</sup> ý 32.68 ± 2.95 Bq kg<sup>-1</sup>. Me eqarmogý tyc szésewc (7.9) to apotélesma autó aziologýbyke kai dev brédyke ikavopoiytiká kovtá sty timý stózo pou dóbyke  $\omega_{\zeta}$  26.4 ± 1.6 Bqkg<sup>-1</sup>.

## 7.9 Δείγμα 01: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β

### 7.9.1 Γενικά

Ο σκοπός μιας τέτοιας μέτρησης είναι να εκτιμήσει πόσα Bq -β ακτινοβολίας και πόσα Bq -α ακτινοβολίας υπάρχουν σε ένα δείγμα χωρίς να εκτιμήσει από ποιά ισότοπα αυτά προέρχονται. Η μέτρηση αυτή είναι δυνατή στη συσκευή TRICARB αν προετοιμαστεί και εφαρμοστεί ειδικό πρωτόκολλο, το οποίο μπορεί να διαχωρίζει συνολικά -α από -β ακτινοβολία και συνακόλουθα να την μετρά. Το πρωτόκολλο αυτό προετοιμάστηκε, με τον τρόπο που αναφέρθηκε στην παράγραφο 7.4 και η παράμετρος διαχωρισμού PDD -α από -β ακτινοβολίας προσδιορίστηκε στη τιμή 129, με τον τρόπο που αναφέρθηκε στην παράγραφο 7.3. Το πρωτόκολλο αυτό δεν έχει σκοπό ούτε τη δυνατότητα να εκτιμήσει τις παραμέτρους

σβέσης -β ακτινοβολίας. Ειδικά για τη -β ακτινοβολία, ο βαθμός απόδοσης εκτιμήθηκε με βάση τις ενέργειες των -β σωματιδίων που εκπέμπονται από Cl-36 με μέγιστη ενέργεια 0.709 MeV. Η εμπειρία έχει δείξει ότι αν το δείγμα που μετρείται έχει και -β σωματίδια άλλων ενεργειών, ο βαθμός απόδοσης μπορεί να είναι σημαντικά διαφορετικός. Επιπλέον η διαφορά αυτή ενισχύεται παραπάνω αν παρατηρείται διαφορετική σβέση στο δείγμα βαθμονόμησης από ό,τι στο δείγμα που μετράται. Έχει παρατηρηθεί επίσης ότι σε περίπτωση -β σωματιδίων υψηλής ενέργειας ή σε περίπτωση υψηλής ραδιενέργειας είτε στο πρότυπο είτε στο άγνωστο δείγμα ο βαθμός απόδοσης μπορεί να υπερεκτιμάται διότι υπάρχει πιθανότητα της παραγωγής πολλών δευτερογενών ή τριτογενών ηλεκτρονίων από αλληλεπιδράσεις με την ύλη του δείγματος ή / και του υγρού σπινθηριστή με αποτέλεσμα τη παραγωγή επιπλέον φωτός. Και αυτό το φαινόμενο μπορεί να εκτιμάται ποσοτικά με τη βοήθεια των παραμέτρων σβέσης. Επομένως καλές πρακτικές σε ό,τι αφορά μετρήσεις ολικής ακτινοβολίας -α και -β είναι:

(a) Εύρεση του βαθμού απόδοσης μέτρησης ολικής -β ακτινοβολίας για δείγμα βαθμονόμησης που περιέχει ένα ή περισσότερα ασταθή ισότοπα που εκπέμπουν -β σωματίδια σε πρωτόκολλο που διαχωρίζει τη -β από την -α ακτινοβολία (βλ. παράγραφο 7.4)

(β) Εύρεση του βαθμού απόδοσης μέτρησης ολικής -α ακτινοβολίας για δείγμα βαθμονόμησης που περιέχει έναν ή περισσότερα ασταθή ισότοπα που εκπέμπουν -α σωματίδια σε πρωτόκολλο που διαχωρίζει τη -β από την -α ακτινοβολία (βλ. παράγραφο 7.4).

(γ) Εκτίμηση παραμέτρων σβέσης -β ακτινοβολίας για δείγμα βαθμονόμησης που περιέχει ένα ή περισσότερα ασταθή ισότοπα που εκπέμπουν -β σωματίδια σε πρωτόκολλο που έχει αυτή τη δυνατότητα.

(δ) Μέτρηση αγνώστου δείγματος για ολική -α και -β ακτινοβολία.

(ε) Υπολογισμός της συγκέντρωσης ραδιενέργειας -α σωματιδίων και -β σωματιδίων σύμφωνα με τους βαθμούς απόδοσης που υπολογίστηκαν στα βήματα (α) και (β).

(στ) Μέτρηση αγνώστου δείγματος για -β ακτινοβολία σε πρωτόκολλο που έχει τη δυνατότητα να εκτιμά τις παραμέτρους σβέσης.

(ζ) Διόρθωση της συγκέντρωσης ραδιενέργειας των -β σωματιδίων, αν χρειάζεται, με τη βοήθεια της σύγκρισης των παραμέτρων σβέσης του δείγματος βαθμονόμησης και του αγνώστου δείγματος.

7-18

### 7.9.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 01

Ετοιμάστηκε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 14 g υγρού σπινθηριστή και 6.1 mL δείγματος 01. Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Το πρωτόκολλο 2 έχει ρυθμιστεί ως πρωτόκολλο διαχωρισμού -α από -β ακτινοβολία. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή από 0 έως 2000 keV βρέθηκαν 20 CPM υποστρώματος και 63 CPM -β ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 0.6%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.17%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 0.46% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 1.3%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.92. Δηλαδή, 63/0.92 = 68.48 DPM. Τα DPM διορθώθηκαν με ένα συντελεστή διόρθωσης για σβέση ή/και συνδυαστικά για afterglow (η ακριβής τιμή αυτής της διόρθωσης προέκυψε εμπειρικά από παλαιότερες ασκήσεις διασύγκρισης που δεν εξετάζονται εδώ), ο οποίος έχει εκτιμηθεί σε 0.70 και βρέθηκαν 47.93. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 47.93/60 sec = 0.799 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.799/6.1g ίση με 131 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) το κατώτερο όριο ανίχνευσης είναι 20.67

To αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $131 \pm 2.62\%$  Bqkg<sup>-1</sup> ή  $131 \pm 3.43$  Bqkg<sup>-1</sup>. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως 124.75  $\pm 29.47$  Bqkg<sup>-1</sup>.

### 7.9.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 01

Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα της προηγούμενης παραγράφου τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή των -α σωματιδίων βρέθηκαν 8 CPM υποστρώματος και 10 CPM -α ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 1.4%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.24%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 3.04 % και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 2.1%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 1.03. Δηλαδή, 10/1.03 = 9.71 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 9.71/60 sec = 0.162

Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.162/6.1g ίση με 26.5 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 17.66 Bq kg<sup>-1</sup>.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $26.5\pm4.5\%$  Bqkg<sup>-1</sup> ή  $26.5\pm1.2$  Bqkg<sup>-1</sup>. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως  $23.98\pm7.78$  Bqkg<sup>-1</sup>.

## 7.10 Δείγμα 02: Προσδιορισμός συγκέντρωσης Η-3

### 7.10.1 Γενικά

Όπως φαίνεται στον Πίνακα 7.3 το δείγμα 02 περιέχει τα εξής ισότοπα H-3, Sr-90, Pb-210 και Po-210. Με τη βοήθεια της -γ φασματοσκοπικής ανάλυσης βρέθηκε ότι το δείγμα 02 περιέχει και Cs-137 και Am-241. Από τα ισότοπα αυτά -β εκπομπός χαμηλών ενεργειών είναι μόνο το H-3. Το Sr-90 είναι μεν -β εκπομπός, παρόλα αυτά η ενέργεια των -β σωματιδίων του Sr-90 είναι τόσο μεγάλη που μπορεί να διαχωριστεί φασματοσκοπικά από την ενέργεια των -β σωματιδίων του H-3. Ο Pb-210 εκπέμπει φωτόνια χαμηλών ενεργειών (46 keV), τα οποία δεν μπορούν να καταγραφούν επειδή δεν αλληλεπιδρούν. Το παραγόμενο από το Pb-210 θυγατρικό Po-210 εκπέμπει -α σωματίδια και το Am-241 εκπέμπει (εκτός από φωτόνια χαμηλών ενεργειών, τα οποία δεν μπορούν να καταγραφούν) και -α σωματίδια. Επομένως δεν αναμένεται συνακρόαση στις χαμηλές ενέργειες από -β σωματίδια υψηλών ενεργειών και -α σωματίδια. Η τελευταία συνακρόαση των -α σωματιδίων αποκλείεται διότι αποφασίστηκε να εφαρμοστεί διαχωρισμός -α από -β σωματίδια σύμφωνα με σχετική βαθμονόμηση που δόθηκε προηγουμένως. Τέλος το περιεχόμενο Cs-137 εκπέμπει φωτόνια υψηλών ενεργειών (660 keV), τα οποία καταγράφονται με πάρα πολύ μικρό βαθμό απόδοσης (διαπερνούν το δείγμα). Για τη μέτρηση επιλέχθηκε το πρωτόκολλο με αριθμό 15 για χαμηλές ενέργειες -β σωματιδίων του TRICARB που αφορά σε DPM H-3 και C-14. Το πρωτόκολλο αυτό είναι γενικά κατάλληλο για μετρήσεις -β σωματιδίων των χαμηλών ενεργειών και θεωρητικά καλύπτει την ενεργειακή περιοχή μέχρι και τη μέγιστη ενέργεια των -β σωματιδίων του C-14. Το δείγμα 02 δεν περιέχει C-14, παρόλο αυτά το πρωτόκολλο επιλέχθηκε ώστε να ανιχνευτούν τυχόν άλλες ενέργειες -β σωματιδίων πέραν του Η-3, οι οποίες μπορεί να βρίσκονται στο ενεργειακό παράθυρο του C-14. Αν τα σωματίδια αυτού του είδους βρεθούν πολλά, τότε το ενεργειακό παράθυρο του Η-3 θα πρέπει να ελεγχθεί για συνακρόαση με το παράθυρο του C-14. Το πρωτόκολλο είναι σε DPM αν έχει τροφοδοτηθεί με τον βαθμό απόδοσης Η-3 και C-14. Αν δεν υπάρχει αυτός ο αριθμός, το πρωτόκολλο εκφυλίζεται σε CPM. Η μέτρηση πραγματοποιήθηκε χωρίς να εφαρμοστούν σε όλη τους την έκταση καλές εργαστηριακές πρακτικές, λόγω έλλειψης χρόνου. Οι αδυναμίες αυτές επισημαίνονται και πιο κάτω. Το πρωτόκολλο 15 εφαρμόστηκε με διόρθωση για σβέση τύπου TSIE/AEC. Παρόλα αυτά σημειώνεται ότι στη περίπτωση αυτή η διόρθωση σβέσης δεν έχει κάποιο νόημα διότι για Η-3 το καταγραφόμενο φως αντιστοιχεί σε ενεργειακή περιοχή σωματιδίων -β πάρα πολύ χαμηλής ενέργειας. Επιπλέον μπορεί καταχρηστικά να θεωρηθεί ότι τόσο το δείγμα QC βαθμονόμησης για το βαθμό απόδοσης Η-3 και το δείγμα 02 για τον προσδιορισμό της άγνωστης ποσότητας Η-3 έχουν τον ίδιο βαθμό σβέσης.

### 7.10.2 Εύρεση του βαθμού απόδοσης για Η-3

Για την εφαρμογή της μεθόδου αποφασίστηκε οι μετρήσεις να γίνουν σε φιαλίδια των 20 mL. Πρώτα ετοιμάστηκε δείγμα για τη μέτρηση του υποστρώματος σε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 14 g υγρού σπινθηριστή και 6 mL απιονισμένου νερού. Δεν δόθηκε σημασία στη ρύθμιση του pH του νερού όπως συστήνεται από τα πρότυπα. Επίσης αγνοήθηκε η πυκνότητα του υγρού σπινθηριστή και θεωρήθηκε ότι 14 g σπινθηριστή  $\approx 14$ mL υγρού σπινθηριστή. Αυτές οι επιλογές εκτιμάται ότι συμβάλουν στην αβεβαιότητα, η συμβολή τους όμως δεν είναι αποφασιστική. Έπειτα ετοιμάστηκε δείγμα για την εκτίμηση του βαθμού απόδοσης του πρωτοκόλλου 15 για H-3 σε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 14 g υγρού σπινθηριστή και 6 mL δείγματος QC, το οποίο σύμφωνα με τον Πίνακα 7.2 περιέχει και γνωστή συγκέντρωση H-3. Τα 6 mL του δείγματος QC θεωρείται ότι έχουν μάζα 6 g, δηλαδή θεωρείται ότι το ελάχιστο περιεχόμενο οξύ στο δείγμα QC δεν επηρεάζει τη πυκνότητα του υδατικού διαλύματος. Τα λοιπά ισότοπα που υπάρχουν στο δείγμα QC δεν επηρεάζουν την μέτρηση H-3 για λόγους που εξηγήθηκαν όπως για το δείγμα 02. Το δείγμα QC περιέχει επιπλέον και Cs-134. Τα φωτόνια από το Cs-134 είναι μεγάλης ενέργειας της τάξεως αυτών του Cs-137 και επίσης δεν επηρεάζουν την μέτρηση. Τα -β σωματίδια από το Cs-134 είναι επίσης μεγάλης ενέργειας και επίσης δεν επηρεάζουν την μέτρηση για το πρωτόκολλο 15. Το δείγμα υποστρώματος και το δείγμα QC τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 15 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Δεδομένου ότι το δείγμα QC περιέχει 42.4 Bq kg<sup>-1</sup> H-3, τα 6g από αυτό το δείγμα περιέχουν 0.2544 Bq ή 15.264 DPM. Η μέτρηση μετά την αφαίρεση του υποστρώματος έδειξε 9 CPM. Το σφάλμα μέτρησης με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 2.4%. Επομένως ο βαθμός απόδοσης εκτιμήθηκε σε 9/15.264 = 0.589. Σχετικά με την πιθανή συνακρόαση στην

7-21

ενεργειακή περιοχή από 0 έως 12 keV μετρήθηκαν 9 CPM, ενώ στην ενεργειακή περιοχή από 12 έως 156 keV μετρήθηκαν 44 CPM. Οι δύο τιμές βρίσκονται κοντά σε ό,τι αφορά στη τάξη μεγέθους και θεωρείται ότι δεν υπάρχει συνακρόαση. Οι παράμετροι σβέσης όπως δίνονται από την ανάλυση του δείγματος QC προσδιορίστηκαν σε SIS = 427 και TSIE = 357.

### 7.10.3 Εκτίμηση συγκέντρωσης Η-3 στο δείγμα 02

Στη συνέχεια ετοιμάστηκε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 14 g υγρού σπινθηριστή και 6 mL δείγματος 02, το οποίο σύμφωνα με τον Πίνακα 7.1 περιέχει άγνωστη συγκέντρωση H-3. Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 15 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή από 0 έως 12 keV βρέθηκαν 2 CPM. Στην ενεργειακή περιοχή από 12 έως 156 keV βρέθηκαν 5 CPM. Επομένως και για το δείγμα 02 επαληθεύτηκε ότι δεν υπάρχουν συνθήκες συνακρόασης. Μετρήθηκαν 2 CPM υποστρώματος. Μετρήθηκαν 2 CPM Η-3 μετά από την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε  $\pm$  7%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή είναι και η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος QC είναι  $\pm$  0.9%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι  $\pm$  2.4% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε  $\pm$  4%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.589. Δηλαδή, 2/0.589 = 3.396 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 3.396/60 sec = 0.057 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.057/6g ίση με 9.43 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 18.06 Bq kg<sup>-1</sup>. Οι παράμετροι σβέσης όπως δίνονται από την ανάλυση του δείγματος 02 προσδιορίστηκαν σε SIS = 367 και TSIE = 352. Αυτοί οι παράμετροι σβέσης δεν είναι δίαφορετικοί από εκείνους του δείγματος βαθμονόμησης QC, οπότε γίνεται δεκτό ότι το δείγμα QC και το δείγμα 02 παρουσιάζουν την ίδια σβέση.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $18.6 \pm 8.5\%$  Bq kg<sup>-1</sup> ή  $18.06 \pm 1.53$  Bq kg<sup>-1</sup> ίσο με το κατώτερο όριο ανίχνευσης εφόσον αυτό είναι μεγαλύτερο από την υπολογιζόμενη τιμή. Η πρακτική αυτή είναι και η συνιστώμενη για τέτοιες ασκήσεις διασύγκρισης. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και δεν βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως  $10.8 \pm 0.6$  Bqkg<sup>-1</sup>.

## 7.11 Δείγμα 02: Προσδιορισμός συγκέντρωσης Sr-90

## 7.11.1 Γενικά

Ισχύουν τα αναφερόμενα στην παράγραφο 7.8.1

## 7.11.2 Εύρεση του βαθμού απόδοσης της μεθόδου

Ισχύουν τα αναφερόμενα στην παράγραφο 7.8.2.

## 7.11.3 Εκτίμηση συγκέντρωσης Sr-90 στο δείγμα 02

Στη συνέχεια ετοιμάστηκε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 20 mL δείγματος 02, το οποίο σύμφωνα με τον Πίνακα 7.1 περιέχει άγνωστη συγκέντρωση Sr-90. Τα λοιπά ισότοπα που υπάρχουν στο δείγμα 02 δεν παράγουν Cherenkov οπότε είναι αδιάφορα για την μέτρηση αυτή. Το δείγμα υποστρώματος και το δείγμα 02 τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 11 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Μετρήθηκαν 2 CPM υποστρώματος. Μετρήθηκαν 2 CPM Sr-90 μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 6%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) το σφάλμα αυτό συμβάλει στην αβεβαιότητα μαζί με το σφάλμα του υποστρώματος που βρέθηκε επίσης στο ± 6% και το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης που είναι ± 0.88%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.204. Δηλαδή, 2/0.204 = 9.80 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 9.80/60 sec = 0.16 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.16/20g ίση με 8.17 Bqkg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 15.64 Bqkg<sup>-1</sup>.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $15.64 \pm 10.4\%$  Bq kg<sup>-1</sup> ή  $15.64 \pm 1.63$  Bq kg<sup>-1</sup> ίσο με το κατώτερο όριο ανίχνευσης εφόσον αυτό είναι μεγαλύτερο από την υπολογιζόμενη τιμή. Η πρακτική αυτή είναι και η συνιστώμενη για τέτοιες ασκήσεις διασύγκρισης. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και δεν βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως  $7.42 \pm 0.45$  Bqkg<sup>-1</sup>.

## 7.12 Δείγμα 02: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β

## 7.12.1 Γενικά

Όπως στην παράγραφο 7.9.1.

### 7.12.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 02

Ετοιμάστηκε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 14 g υγρού σπινθηριστή και 6 mL δείγματος 02. Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Το πρωτόκολλο 2 έχει ρυθμιστεί ως πρωτόκολλο διαχωρισμού -α από -β ακτινοβολία. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή από 0 έως 2000 keV βρέθηκαν 21 CPM υποστρώματος και 14 CPM -β ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 0.95%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.17%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 0.46% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 1.2%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.92. Δηλαδή, 14/0.92 = 15.22 DPM. Τα DPM διορθώθηκαν με ένα συντελεστή διόρθωσης για σβέση ή/και συνδυαστικά για afterglow (η ακριβής τιμή αυτής της διόρθωσης προέκυψε εμπειρικά από παλαιότερες ασκήσεις διασύγκρισης που δεν εξετάζονται εδώ), ο οποίος έχει εκτιμηθεί σε 0.70 και βρέθηκαν 10.65. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 10.65/60 sec = 0.177 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.177/6 g ίση με 29.59 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 21.48 Bq kg<sup>-1</sup>.

To apotélesma upologístyke w<br/>ς autó pou éprepe va katateθeí sty szetiký platýópha w<br/>ς 29.59±2.7% Bqkg<sup>-1</sup> ý 29.59±0.8 Bqkg<sup>-1</sup>. Με εφαρμογή ty<br/>ς szésews (7.9) to apotélesma autó a<br/>ξιολογήθηκε και βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά sty tiμή stóżo pou δόθηκε w<br/>ς 28.94 ± 6.35 Bqkg<sup>-1</sup>.

#### 7.12.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 02

Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα της προηγούμενης παραγράφου τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή των -α σωματιδίων βρέθηκαν 8 CPM υποστρώματος και 5 CPM -α ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 1.6%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.24%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ±3.04% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 2.1%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 1.03. Δηλαδή, 5/1.03 = 4.85 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 5.85/60 sec = 0.081 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.081/6g ίση με 13.48 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 17.95 Bq kg<sup>-1</sup>.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $17.95\pm4.6\%$  Bqkg<sup>-1</sup> ή  $17.95\pm0.8$  Bqkg<sup>-1</sup> ίσο με το κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης. Η πρακτική αυτή συνιστάται όταν η μετρούμενη ραδιενέργεια είναι μικρότερη από το κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως  $12.72 \pm 3.73$  Bqkg<sup>-1</sup>.

## 7.13 Δείγμα 03: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β

## 7.13.1 Γενικά

Όπως στην παράγραφο 7.9.1.

## 7.13.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 03

Ετοιμάστηκε φιαλίδιο των 20 mL, στο οποίο τοποθετήθηκαν 14 g υγρού σπινθηριστή και 6 mL δείγματος 02. Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Το πρωτόκολλο 2 έχει ρυθμιστεί ως πρωτόκολλο διαχωρισμού -α από -β ακτινοβολία. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή από 0 έως 2000 keV βρέθηκαν 21 CPM υποστρώματος και 14 CPM -β ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 0.95%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.17%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 0.46% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 1.2%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.92.

Δηλαδή, 14/0.92 = 15.22 DPM. Τα DPM διορθώθηκαν με ένα συντελεστή διόρθωσης για σβέση ή/και συνδυαστικά για afterglow (η ακριβής τιμή αυτής της διόρθωσης προέκυψε εμπειρικά από παλαιότερες ασκήσεις διασύγκρισης που δεν εξετάζονται εδώ), ο οποίος έχει εκτιμηθεί σε 0.70 και βρέθηκαν 10.65. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 10.65/60 sec = 0.177 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.177/6 g ίση με 29.59 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 21.48 Bq kg<sup>-1</sup>.

To αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως 29.59  $\pm 2.7\%$  Bqkg<sup>-1</sup> ή 29.59 $\pm 0.8$  Bqkg<sup>-1</sup>. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα

αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως 27.63 ±  $6.78 \text{ Bqkg}^{-1}$ .

## 7.13.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 03

Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα της προηγούμενης παραγράφου τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή των -α σωματιδίων βρέθηκαν 8 CPM υποστρώματος και 2 CPM -α ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 1.8%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.24%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 3.04% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 2.1%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 1.03. Δηλαδή, 2/1.03 = 1.94 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 2.08/60 sec = 0.035 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά μάζα ραδιενέργεια στο δείγμα ως 0.035/6g ίση με 5.79 Bq kg<sup>-1</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.8) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 17.95 Bq kg<sup>-1</sup>.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $17.95 \pm 4.7\%$  Bqkg<sup>-1</sup> ή  $17..95 \pm 0.84$ Bqkg<sup>-1</sup> ίσο με το κατώτερο όριο ανίχνευσης εφόσον αυτό είναι μεγαλύτερο από την υπολογιζόμενη τιμή. Η πρακτική αυτή είναι και η συνιστώμενη για τέτοιες ασκήσεις διασύγκρισης. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε στην περιοχή αβεβαιότητας απόστασης από την τιμή στόχο που δόθηκε ως  $8.93 \pm 3.04$  Bqkg<sup>-1</sup>.

## 7.14 Δείγμα 05: Προσδιορισμός ολικής ακτινοβολίας -α και -β

## 7.14.1 Γενικά

Σε αντίθεση με όλα τα υπόλοιπα δείγματα που εξετάστηκαν προηγουμένως, το δείγμα 05 είναι ισότοπα ομογενώς εκτυπωμένα σε μία κατάλληλη επιφάνεια με τη βοήθεια ενός εκτυπωτή τύπου ψεκασμού μελάνης (inkjet). Τα ισότοπα έχουν με κατάλληλο τρόπο εισαχθεί στο μελάνι εκτύπωσης και όπως σημειώθηκε η σχετική διαδικασία πραγματοποιήθηκε στα εργαστήρια του Seibersdorf. Ο σκοπός μιας τέτοιας μέτρησης είναι να εκτιμήσει πόσα Bq -β ακτινοβολίας και πόσα Bq -α ακτινοβολίας εκπέμπονται από την επιφάνεια αυτού του επιπέδου δείγματος. Η άσκηση διασύγκρισης ζητάει αυτό να γίνει με κατάλληλο φορητό ανιχνευτή. Ο φορητός ανιχνευτής, ασφαλώς μπορεί να διαπιστώσει μόνο όσα -β και -α σωματίδια εκπέμπονται στον ημιχώρο 2π μεταξύ του επιπέδου του δείγματος και της επιφάνειας του φορητού ανιχνευτή. Το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας παρόλο που διαθέτει τέτοιο φορητό ανιχνευτή δεν έχει ελέγξει το βαθμό απόδοσής του. Συνακόλουθα αποφασίστηκε ότι η μέτρηση για αυτή τη διασύγκριση θα μπορούσε να γίνει και αυτή στη συσκευή TRICARB. Η αρχή της μέτρησης είναι ως εξής:

Επιφάνεια του δείγματος της οποίας το εμβαδό μπορεί να μετρηθεί και είναι κατάλληλα μικρή τοποθετείται μέσα σε ένα φιαλίδιο των 20 mL για υγρό σπινθηρισμό ώστε να καλύπτει τη βάση του κυλίνδρου του φιαλιδίου. Στη συνέχεια το φιαλίδιο πληρώνεται αποκλειστικά με 20 mL υγρού σπινθηριστή και τοποθετείται για μέτρηση. Το "πρόβλημα" αυτής της προσέγγισης είναι ότι ο υγρός σπινθηριστής έχει την ικανότητα να αλληλεπιδρά τόσο με τα -β και τα -α σωματίδια που εκπέμπονται στο χώρο 2π μεταξύ της βάσης του κυλίνδρου και του πώματος του φιαλιδίου όσο και με τα -β και -α σωματίδια που εκπέμπονται στο γώρο 2π που "βλέπει" προς τη βάση του φιαλιδίου. Το αποτέλεσμα είναι ότι με αυτό τον τρόπο η ανίχνευση γίνεται σε γεωμετρία 4π και το όποιο αποτέλεσμα θα πρέπει να διαιρεθεί με 2 ώστε να προσομοιάσει τις προδιαγραφές της άσκησης διασύγκρισης. Ένα άλλο "πρόβλημα" είναι ότι είναι γενικά άγνωστος ο βαθμός απόδοσης για -β και -α σωματίδια σε φιαλίδιο που περιέχει μόνο υγρό σπινθηριστή. Ο βαθμός απόδοσης που είναι γνωστός είναι αυτός για τον οποίο το φιαλίδιο περιέχει μίγμα 14 mL υγρού σπινθηριστή και 6 mL υδατικού δείγματος και έχει υπολογισθεί σε 0.92 για -β ακτινοβολία και σε 1.03 για -α ακτινοβολία. Μάλιστα δεδομένου ότι δεν υπάρχει σβέση στην περίπτωση αυτή δεν χρειάζεται διόρθωση του βαθμού απόδοσης σχετικά με τα -β σωματίδια, όπως έγινε στη περίπτωση των υγρών δειγμάτων.

Οι μετρήσεις έγιναν στο ειδικό πρωτόκολλο, το οποίο μπορεί να διαχωρίζει συνολικά -α από -β ακτινοβολία και συνακόλουθα να την μετρά.

### 7.14.2 Εκτίμηση της ολικής -β ακτινοβολίας στο δείγμα 05

Το προς μέτρηση δείγμα έχει τυπωμένη ραδιενεργή επιφάνεια χρώματος γαλάζιου και μη τυπωμένη χρώματος λευκού. Από την τυπωμένη γαλάζια επιφάνεια αφαιρέθηκε ένα τμήμα με επιφάνεια 9.50×9.95 cm<sup>2</sup> (ή 94.525 cm<sup>2</sup>). Το τμήμα αυτό ζυγίστηκε σε ζυγό ακριβείας και βρέθηκε με μάζα 2.6015 g. Από το δείγμα αυτό αφαιρέθηκε μία κυκλική επιφάνεια με ονομαστική διάμετρο περίπου 20 mm. Η επιφάνεια αυτή ζυγίστηκε και βρέθηκε με μάζα 0.0830g. Στη συνέχεια η επιφάνεια τοποθετήθηκε σε ένα πλαστικό φιαλίδιο των 20 mL με το γαλάζιο χρώμα να βλέπει προς το πώμα. Με βάση το βάρος της κυκλικής επιφάνειας βρίσκεται ότι το εμβαδό της είναι 3.016 cm<sup>2</sup>. Τέλος το φιαλίδιο πληρώθηκε με υγρό

σπινθηριστή ULTIMA GOLD AB μέχρι το χείλος. Παράλληλα ετοιμάστηκε και δείγμα υποστρώματος σε όμοιο φιαλίδιο, το οποίο πληρώθηκε με υγρό σπινθηριστή UTLIMA GOLD AB επίσης μέχρι το χείλος. Το δείγμα υποστρώματος και το προς μέτρηση δείγμα τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Το πρωτόκολλο 2 έχει ρυθμιστεί ως πρωτόκολλο διαχωρισμού -α από -β ακτινοβολία. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή από 0 έως 2000 keV βρέθηκαν 19 CPM υποστρώματος και 48 CPM -β ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης k = 1 βρέθηκε ± 0.7%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.17%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 0.46% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 1.35%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 0.92. Δηλαδή, 48/0.92 = 52.17 DPM. Τα DPM διορθώθηκαν με ένα συντελεστή διόρθωσης για σβέση ή/και συνδυαστικά για afterglow (η ακριβής τιμή αυτής της διόρθωσης προέκυψε εμπειρικά από παλαιότερες ασκήσεις διασύγκρισης που δεν εξετάζονται εδώ), ο οποίος έχει εκτιμηθεί σε 0.70 και βρέθηκαν 36.52.Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 36.52/60 sec = 0.609 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά cm<sup>2</sup> ραδιενέργεια στην κυκλική επιφάνεια ως 0.609/3.016 cm<sup>2</sup> ίση με 0.202 Bq cm<sup>-2</sup>. Η τιμή αυτή διαιρέθηκε δια του 2 για λόγους που έχουν εξηγηθεί και βρέθηκε 0.101 Bq cm<sup>-2</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης

$$LLD = \frac{1}{2} \left( \frac{1 + 2\sqrt{BKG}}{B.A. \times 60} \right) \frac{1}{3.016 \text{ cm}^2}$$
(7.10)

εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 0.03 Bq cm<sup>-2</sup>.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $0.101\pm2.97\%$  Bqcm<sup>-2</sup> ή  $0.101\pm0.003$  Bqcm<sup>-2</sup>. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε ικανοποιητικά κοντά στη τιμή στόχο που δόθηκε ως  $0.158\pm0.084$  Bqcm<sup>-2</sup>.

#### 7.14.3 Εκτίμηση της ολικής -α ακτινοβολίας στο δείγμα 05

Το δείγμα υποστρώματος και το μίγμα της προηγούμενης παραγράφου τοποθετήθηκαν σε κασέτα και μετρήθηκαν στο πρωτόκολλο 2 για 5 ώρες. Ακολούθησαν υπολογισμοί ως εξής.

Στην ενεργειακή περιοχή των -α σωματιδίων βρέθηκαν 10 CPM υποστρώματος και 71 CPM -α ακτινοβολίας μετά την αφαίρεση του υποστρώματος. Το σφάλμα με συντελεστή κάλυψης

k = 1 βρέθηκε ± 0.65%. Σύμφωνα με τη σχέση (7.4) αυτή δεν είναι η κυρίαρχη συνιστώσα της αβεβαιότητας δεδομένου ότι το σφάλμα του δείγματος βαθμονόμησης είναι ± 2.24%, το σφάλμα βαθμονόμησης είναι ± 3.04% και το σφάλμα του υποστρώματος βρέθηκε ± 1.83%. Τα CPM μετατράπηκαν σε DPM με τη βοήθεια του συντελεστή βαθμονόμησης 1.03. Δηλαδή, 71/1.03 = 68.93 DPM. Τα DPM μετατράπηκαν σε Bq. Δηλαδή 68.93/60 sec = 1.149 Bq. Στη συνέχεια υπολογίστηκε η κατά cm<sup>2</sup> ραδιενέργεια στην κυκλική επιφάνεια ως 1.149/3.016 cm<sup>2</sup> ίση με 0.381 Bq cm<sup>-2</sup>. Η τιμή αυτή διαιρέθηκε δια του 2 για λόγους που έχουν εξηγηθεί και βρέθηκε 0.190 Bq cm<sup>-2</sup>. Τέλος με τη βοήθεια της σχέσης (7.10) εκτιμήθηκε το κατώτερο όριο ανίχνευσης ως 0.02 Bq cm<sup>-2</sup>.

Το αποτέλεσμα υπολογίστηκε ως αυτό που έπρεπε να κατατεθεί στη σχετική πλατφόρμα ως  $0.190\pm 5.3\%$  Bqcm<sup>-2</sup> ή 0. 190±0.01 Bqcm<sup>-2</sup>. Με εφαρμογή της σχέσεως (7.9) το αποτέλεσμα αυτό αξιολογήθηκε και βρέθηκε στην περιοχή αβεβαιότητας απόστασης από την τιμή στόχο που δόθηκε ως  $0.081\pm 0.052$  Bqcm<sup>-2</sup>.

## 7.15 Σχόλια και συμπεράσματα

Στον Πίνακα 7.5 δίνονται συγκεντρωτικά τα αποτελέσματα για την άσκηση διασύγκρισης όπως θα έπρεπε να είχαν κατατεθεί. Το πρώτο γενικό συμπέρασμα είναι ότι ο Πίνακας 7.5 δεν διαφέρει πολύ από τον Πίνακα 7.4. Οι διαφορές οφείλονται σε λάθη, βιασύνη για την τήρηση της προθεσμίας υποβολής αποτελεσμάτων και λανθασμένη χρήση ακατάλληλης σχέσης για το κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης. Ακόμα και με τα ορθότερα αποτελέσματα πάντως, το ποσοστό επιτυχίας του Εργαστηρίου παραμένει υψηλό στο επίπεδο του 73% συμπεριλαμβανομένων και δύο αποτελεσμάτων στην περιοχή αβεβαιότητας απόστασης "Π". Τα αποτελέσματα θα μπορούσαν να βελτιωθούν (ή και να χειροτερεύσουν) αν από την έξοδο του λογισμικού της συσκευής υγρού σπινθηρισμού TRICARB μπορούσε να επιτευχθεί η απόσπαση τιμών σε επίπεδο παλμοί ανά 5 ώρες που ήταν ο γρόνος μέτρησης των δειγμάτων. Δυστυχώς ή ευτυχώς για την άσκηση διασύγκρισης χρησιμοποιήθηκαν τιμές εξόδου CPM, οι οποίες κρύβουν μέσα τους ολοκλήρωση και στρογγυλοποίηση των πραγματικών αποτελεσμάτων. Πρέπει επομένως να διερευνηθεί αν η συσκευή TRICARB μπορεί με την τρέχουσα συγκρότησή της ή με κάποια βελτίωση, την οποία πρέπει να προμηθευτεί το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας, να βελτιωθεί σε αυτό το σημείο. Ειδικά για την τιμή της -α ακτινοβολίας στο δείγμα 05 πρέπει να σημειωθεί ότι η μέτρηση με υγρό σπινθηριστή ενός επιφανειακού δείγματος, στο οποίο υπάρχουν ισότοπα που εκπέμπουν σωματίδια -α είναι πολύ πιο αποδοτική από τη μέτρηση με ανιχνευτή τύπου ελέγχου ρύπανσης. Επομένως και επειδή το Εργαστήριο δεν ακολούθησε τη μέθοδο του ανιχνευτή, το υψηλότερο αποτέλεσμα σε σχέση με την τιμή στόχο μπορεί να οφείλεται σε αυτήν την αιτιολογία. Σε ό,τι αφορά στο αποτέλεσμα της συγκέντρωσης του Sr-90 στα δείγματα 01 και 02 σε επόμενο βήμα ή σε επόμενη άσκηση διασύγκρισης θα πρέπει οπωσδήποτε να διερευνηθεί πώς μπορεί να μετρηθεί το Sr-90 με τη βοήθεια μίγματος με υγρό σπινθηριστή και όχι με τη βοήθεια της μεθόδου luminescence. Επισημαίνεται ότι όπως φαίνεται από την ανάλυση της προηγούμενης παραγράφου σε ορισμένα από τα αποτελέσματα που δόθηκαν, κατατέθηκαν οι τιμές του κατώτερου ορίου ανίχνευσης, γιατί διαπιστώθηκαν υψηλότερες από την τιμή που μετρήθηκε. Ενώ βεβαίως αυτό είναι ορθή πρακτική, σημειώνεται ότι γενικά οι τιμές των κατωτέρων επιπέδων ανίχνευσης ήταν αρκετά κοντά στην τιμή που μετρήθηκε. Αυτό σημαίνει ότι θα πρέπει να διερευνηθεί με προσοχή αν μπορούν να προσδιοριστούν χαμηλότερα κατώτερα επίπεδα ανίχνευσης, κυρίως μέσω της εκτίμησης του υποστρώματος με μεγαλύτερη ακρίβεια και πάντως όχι σε επίπεδο CPM.

## 7.16 Επίλογος

Φαίνεται από το σύνολο της Διπλωματικής Εργασίας ότι επιτεύχθηκε η κατανόηση της λειτουργίας της συσκευής υγρού σπινθηρισμού TRICARB σε καλό επίπεδο για ένα Εργαστήριο χωρίς προηγούμενη εμπειρία. Αυτό αποδεικνύεται από τα καλά αποτελέσματα στην άσκηση διασύγκρισης που αναλύθηκε στο Κεφάλαιο 7. Τα αποτελέσματα αυτά δεν απέχουν από εκείνα άλλων εργαστηρίων με ισοδύναμη ή πολύ καλύτερη εμπειρία. Τα αποτελέσματα αυτά φυσικά μπορούν να βελτιωθούν ακόμα περισσότερο με τη βοήθεια των προτάσεων που έγιναν ήδη. Η εμπειρία που απογτήθηκε επιτρέπει στο Εργαστήριο να ενεργεί σε περιορισμένο χρόνο σε σχέση με ζητούμενα παρόμοια αποτελέσματα από άλλες ασκήσεις διασύγκρισης ή κάποιες έκτακτες ανάγκες. Αναμένεται επομένως ότι στην επόμενη άσκηση διασύγκρισης αυτής της κατηγορίας, η οποία θα πραγματοποιηθεί μέσα στο 2023 και στην οποία το Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας έχει ήδη δηλώσει συμμετοχή, θα επιτευχθούν ίδιες ή καλύτερες επιδόσεις. Ένα άλλο σημείο στο οποίο πρέπει να δοθεί βάρος είναι και η αξιοποίηση της συσκευής υγρού σπινθηρισμού TRIATHLER. Προηγούμενες δοκιμές με αυτή τη συσκευή έχουν δείξει ότι μπορεί να αποδώσει στο ίδιο επίπεδο με τη συσκευή TRICARB. Σχετικές δοκιμές έγιναν και στο πλαίσιο της παρούσας ΔΕ με ικανοποιητικά αποτελέσματα. Παρόλα αυτά για λόγους οικονομίας χρόνου οι δοκιμές αυτές δεν συμπεριλήφθηκαν στο παρόν κείμενο.

Άλλα σημεία που πρέπει να προσεχτούν σε σχέση με τη συσκευή TRICARB και τη συσκευή TRIATHLER είναι τα εξής:

(a) Η εγκατάσταση κλιματισμού στο χώρο των συσκευών. Με τη βοήθεια του κλιματισμού θα διατηρείται σταθερή θερμοκρασία περιβάλλοντος μέτρησης στην περιοχή περίπου των 2223 C, ώστε τα φαινόμενα θερμοφωταύγειας να παραμένουν σε σταθερό επίπεδο.

(β) Η εγκατάσταση ανιχνευτών μέτρησης θερμοκρασίας και υγρασίας στο χώρο των συσκευών. Σχετικοί ανιχνευτές έχουν ήδη αγοραστεί. Οι ανιχνευτές αυτοί έχουν δυνατότητα καταγραφής με τη βοήθεια ηλεκτρονικού υπολογιστή. Με τον τρόπο αυτόν θα ελεγχθεί η εξάρτηση του υποστρώματος από την θερμοκρασία. Επιπλέον η παρατήρηση της σχετικής υγρασίας θα βοηθήσει να ερμηνευθούν παλμοί που ίσως οφείλονται σε ηλεκτροστατικές εκκενώσεις.

(γ) Η ένταξη τω συσκευών σε ένα πρόγραμμα διασφάλισης ποιότητας με διαπίστευση κατά ISO 17025.

(δ) Η ένταξη των συσκευών σε ένα συστηματικό πρόγραμμα μετρήσεων Η-3 στην υγρασία της ατμόσφαιρας. Αυτό θα επιτρέψει την απογραφή της τρέχουσας κατάστασης συγκέντρωσης Η-3, ώστε αυτή η πληροφορία να μπορεί να συγκριθεί με αυξημένες συγκεντρώσεις που είναι δυνατόν να προκύψουν από διαρροή σε κοντινό στην Ελλάδα πυρηνοηλεκτρικό σταθμό.

(ε) Η διερεύνηση του αν οι συσκευές μπορούν να αποδώσουν σε ένα πρόγραμμα μετρήσεων
C-14 με σκοπό τη ραδιοχρονολόγηση.

(στ) Η ένταξη των συσκευών σε ένα συστηματικό πρόγραμμα μετρήσεων Pb-210 και Po-210. Η μέτρηση αυτών των ισοτόπων σε υγρά δείγματα μπορεί να δώσει σημαντικές πληροφορίες σχετικά με φυσικές διεργασίες που λαμβάνουν χώρα στα νερά τα οποία κατά τη διαδρομή τους συναντούν ορυκτά πετρώματα. Επιπλέον ένα τέτοιο πρόγραμμα μετρήσεων μπορεί να αξιοποιηθεί και για την εύρεση Pb-210 και Po-210 σε εδάφη. Φυσικά τα εδάφη αυτά για να μετρηθούν θα πρέπει να υγροποιηθούν με τη βοήθεια οξέων και από το σχετικό υγρό προϊόν να απομονωθούν ραδιοχημικά τα ισότοπα Pb-210 και Po-210.

Όπως είναι γνωστό όλες οι μετρήσεις ραδιενέργειας συνεπάγονται κόστος. Το κόστος αυτό είναι κόστος κεφαλαίου για την κτήση των ανιχνευτικών διατάξεων και κόστος εργασίας για τη λειτουργία τους. Σε ό,τι αφορά όμως στους υγρούς σπινθηριστές πρέπει να προστεθεί και κόστος αναλωσίμων. Τα αναλώσιμα αυτά αφορούν σε φιαλίδια και υγρό σπινθηριστή. Για την αντιμετώπιση του κόστους των φιαλιδίων, στο πλαίσιο της παρούσας ΔΕ εγκαταστάθηκε στο εργαστήριο πλυντήριο πιάτων, με σκοπό την πλύση των σκευών χημείου αλλά και παλαιότερα χρησιμοποιηθέντων φιαλιδίων. Δοκιμές πλύσης δεν έγιναν και εκκρεμούν στο

7-31

πλαίσιο επόμενης ΔΕ. Οι ανάγκες για υγρό σπινθηριστή δεν ξεπερνούν το 1 L ανά έτος τη δεδομένη περίοδο. Όμως το κόστος για υγρό σπινθηριστή αυξάνει διότι ένα σωστά εξοπλισμένο εργαστήριο δεν πρέπει να διαθέτει μόνο ULTIMA GOLD AB αλλά και τουλάχιστον ULTIMA GOLD απλό και ULTIMA GOLD LLD. Το τελευταίο βοηθάει στις μετρήσεις με μικρότερο υπόστρωμα και άρα κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης.

Περί το πέρας αυτής της ΔΕ καταβλήθηκαν προσπάθειες έτσι ώστε το υλικολογισμικό (firmware) της συσκευής TRICARB να ενισχυθεί ώστε να επιτευχθεί χαμηλότερο κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης και καλύτερος βαθμός απόδοσης. Ελπίζεται ότι οι προσπάθειες αυτές θα τελεσφορήσουν.

| Κωδικός δείγματος                                 | 1     | 2     | 2     | 1        | 1        | 2        | 2        | 3        | 3        | 5        | 5        |
|---|-------|-------|-------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Τύπος ανάλυσης                                    | Sr-90 | H-3   | Sr-90 | ολική -α | ολική -β |
| Τιμή στόχος (Bqkg <sup>-1</sup> )                 | 26.4  | 10.8  | 7.42  | 23.98    | 124.75   | 12.72    | 28.94    | 8.93     | 27.63    |          |          |
| Τιμή στόχος (Bqcm <sup>-2</sup> )                 |       |       |       |          |          |          |          |          |          | 0.081    | 0.158    |
| Αβεβαιότητα στόχου (Bqkg <sup>-1</sup> )          | 1.6   | 0.6   | 0.45  | 7.78     | 29.46    | 3.73     | 6.35     | 3.04     | 6.78     |          |          |
| Αβεβαιότητα στόχου (Bqcm <sup>-2</sup> )          |       |       |       |          |          |          |          |          |          | 0.052    | 0.084    |
| Μέτρηση Εργαστηρίου (Bqkg <sup>-1</sup> )         | 32.68 | 18.06 | 15.64 | 26.5     | 131      | 17.95    | 29.59    | 17.95    | 29.59    |          |          |
| Μέτρηση Εργαστηρίου (Bqcm <sup>-2</sup> )         |       |       |       |          |          |          |          |          |          | 0.190    | 0.101    |
| Αβεβαιότητα Εργαστηρίου (Bqkg <sup>-1</sup> )     | 2.96  | 1.53  | 1.63  | 1.20     | 3.43     | 0.83     | 0.80     | 0.84     | 0.80     |          |          |
| Αβεβαιότητα Εργαστηρίου (Bqcm <sup>-2</sup> )     |       |       |       |          |          |          |          |          |          | 0.01     | 0.003    |
| Z score   | 3.9   | 12.1  | 18.3  | 0.3      | 0.2      | 1.4      | 0.1      | 3.0      | 0.3      | 2.1      | 0.7      |
| Αξιολόγηση Ζ                                      | Ο     | Ο     | Ο     | Ν        | Ν        | Ν        | Ν        | П        | Ν        | П        | Ν        |
| Βαθμός απόδοσης                                   | 0.204 | 0.589 | 0.204 | 1.030    | 1.314    | 1.030    | 1.314    | 1.030    | 1.314    | 1.030    | 0.920    |
| Σφάλμα μέτρησης                                   | 3%    | 7%    | 6%    | 1.40%    | 0.60%    | 1.60%    | 0.95%    | 1.80%    | 0.95%    | 0.65%    | 0.70%    |
| Μέτρηση υποστρώματος (CPM)                        | 1     | 2     | 2     | 8        | 20       | 8        | 21       | 8        | 21       | 10       | 19       |
| Σφάλμα υποστρώματος                               | 6%    | 4%    | 6%    | 2.10%    | 1.25%    | 2.10%    | 1.20%    | 2.10%    | 1.20%    | 1.83%    | 1.35%    |
| Σφάλμα βαθμονόμησης                               | 6%    | 2.40% | 6%    | 3.04%    | 0.46%    | 3.04%    | 0.46%    | 3.04%    | 0.46%    | 3.04%    | 0.46%    |
| Σφάλμα προτύπου                                   | 0.88% | 0.94% | 0.88% | 2.24%    | 2.17%    | 2.24%    | 2.17%    | 2.24%    | 2.17%    | 2.24%    | 2.17%    |
| Μάζα δείγματος (g)                                | 20.00 | 6.00  | 20.00 | 6.10     | 6.10     | 6.00     | 6.00     | 6.00     | 6.00     |          |          |
| Επιφάνεια δείγματος (cm²)                         |       |       |       |          |          |          |          |          |          | 3.016    | 3.016    |
| Κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης (Bqkg <sup>-1</sup> ) | 12.25 | 18.06 | 15.64 | 17.66    | 20.67    | 17.95    | 21.48    | 17.95    | 21.48    |          |          |
| Κατώτερο επίπεδο ανίχνευσης (Bqcm <sup>-2</sup> ) |       |       |       |          |          |          |          |          |          | 0.02     | 0.03     |

Πίνακας 7.5 Αποτελέσματα όπως θα έπρεπε να είχαν κατατεθεί

### ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

 Ανώνυμος, "Liquid Scintillation Counting", International Atomic Energy Agency, Vienna, 2022,

https://nucleus.iaea.org/sites/nuclear-

instrumentation/Shared%20Documents/Liquid%20Scintillation%20Counters/Theory%20of%20Liquid%20Scintillation%20Counters.pdf

- Δαλάκα Αικ., "Πειράματα βαθμονόμησης για μετρήσεις συγκεντρώσεων ραδονίου στον αέρα με χρήση προσροφητικών υλικών και υγρών σπινθηριστών", Διπλωματική Εργασία, Εργαστήριο Πυρηνικής Τεχνολογίας, Σχολή Μηχανολόγων Μηχανικών ΕΜΠ, Αθήνα 2012.
- 3. HIDEX DOC 410-001, "TRIATHLER 425-004 MULTILABEL TESTER, Owner's Handbook" https://archive-resources.coleparmer.com/Manual\_pdfs/13099-00.pdf
- IAEA, "Determination And Interpretation Of Characteristic Limits For Radioactivity Measurements Decision Threshold, Detection Limit And Limits Of The Confidence Interval", IAEA/AQ/48, IAEA Analytical Quality in Nuclear Applications Series No. 48, 2017
- IAEA, "Individual Evaluation Report for laboratory Nr. 61", ALMERA Proficiency Test IAEA-TERC-2022-02 Part II, 2023
- 6. ISO 11704, "Water quality-Measurement of gross alpha and beta activity concentration in non-saline water Liquid scintillation counting method", First edition, 2010.
- Kobayashi Y., Kessler M., "Laboratory manual for liquid scintillation counting", Publication No. 169-4019, Packard Instrument Company, 1988.
- PERKIN ELMER, "Tri-Carb<sup>R</sup> Liquid Scintillation Analyzer, Getting Started Guide", Publication No. 8860038 Rev. C, USA, 2011a.
- PERKIN ELMER, "Tri-Carb<sup>R</sup> Liquid Scintillation Analyzer, Reference Manual", Publication No. 8860039 Rev. C, USA, 2011b.
- PERKIN ELMER, "SpectraWorks<sup>TM</sup>, Spectrum Analysis Software, Operation Manual", Publication No. 8860041 Rev. B, USA, 2011c.
- Staffova, P., Nemec, M., John. J., "Determination of Gross Alpha and Beta Activities in Water Samples by Liquid Scintillation Counting, Czechoslovak Journal of Physics, 56, Suppl. D", pp. D299-D305, 2006