RZECZPOSPOLITA POLSKA

Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **222910**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **402088**

(51) Int.Cl.
G01T 1/204 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **17.12.2012**

(54) **Sposób pomiaru radioaktywności ^{14}C z eliminacją składowej zliczeń pochodzącej z produktów sukcesywnego rozpadu ^{222}Rn za pomocą spektrometrii ciekłoscyntylacyjnej**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
23.06.2014 BUP 13/14

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
30.09.2016 WUP 09/16

(73) Uprawniony z patentu:
POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice, PL
UNIWERSYTET ŚLĄSKI W KATOWICACH, Katowice, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
KONRAD TUDYKA, Świętochłowice, PL
ANDRZEJ BLUSZCZ, Zabrze, PL
BEATA KOZŁOWSKA, Katowice, PL
JACEK PAWLYTA, Gliwice, PL
ADAM MICHCZYŃSKI, Gliwice, PL

(74) Pełnomocnik:
rzecz. pat. Urszula Ziółkowska

PL 222910 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób pomiaru radioaktywności izotopu węgla ^{14}C z eliminacją składowej zliczeń pochodzącej z produktów sukcesywnego rozpadu ^{222}Rn za pomocą spektrometrii ciekłoscyntylacyjnej.

Znane obecnie metody pomiaru niskiej radioaktywności metodą ciekłoscyntylacyjną izotopu węgla ^{14}C polegają najczęściej na przetworzeniu badanego materiału do postaci benzenu a następnie, w celu stworzenia ciekłego scyntylatora, dodaniu scyntylatora butylu-PBD do otrzymanego benzenu. W ten sposób sama próbka, której aktywność ma być zmierzona, staje się ciekłym scyntylatorem. Ciekły scyntylator następnie poddaje się pomiarowi w detektorze ciekłoscyntylacyjnym. Jednak zarówno badany materiał jak i materiały użyte w do produkcji benzenu zawierają ^{222}Rn w ilości mogącej wpływać na wynik pomiaru. Wykorzystywana najczęściej metoda polega na eliminacji ^{222}Rn poprzez sezonowanie wytworzonej próbki-scyntylatora przez około 30 dni tak, aby ^{222}Rn, o okresie półrozpadu 3,8 dnia, rozpadł się do zaniedbywalnie małych ilości.

W literaturze [Páll Theódórsson Simultaneously measuring ^{14}C and radon in benzene dating samples, Radiocarbon, Vol 47, Nr 2, 2005, p 231–234] zaproponowany został sposób pomiaru pomiaru ^{14}C i ^{222}Rn w tym samym ciekłym scyntylatorze jednak ze względu na wykorzystanie układu opartego jedynie na dyskryminatorach amplitud impulsów, wymaga to wykonania oddzielnych pomiarów tej samej próbki. Jest to połączone ze zmianą wysokiego napięcia w celu kompensacji tzw. efektu gaszenia scyntylacji przez przesunięcie widma amplitud do właściwego położenia względem progów dyskryminacji. Czynność ta zmienia tło licznika i w znaczącym stopniu utrudnia wykonywanie dokładnych i powtarzalnych pomiarów.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu pomiaru, który umożliwi jednoczesny pomiar niskich radioaktywności ^{14}C oraz ^{222}Rn bez potrzeby wykonania oddzielnych pomiarów tej samej próbki oraz przy zachowanych parametrach układu pomiarowego (fotopowielacza lub/i wzmocnienia).

Sposób według wynalazku polega na tym, że wykrywa się impulsy z rozpadów par ^{214}Bi i ^{214}Po poprzez rejestrację jednocześnie czasów pomiędzy następującymi po sobie impulsami oraz ich amplitudy, a następnie analizuje się czasy między impulsami o amplitudach powyżej 160 keV, za detekcję prawidłowych par impulsów przyjmuje się pary impulsów występujące w czasie poniżej dziesięciu czasów rozpadu połowicznego ^{214}Bi, korzystnie poniżej 800 μs, a następnie zlicza się takie wystąpienia par impulsów, przy czym każdorazowa detekcja par impulsów traktowana jest jako ślad po rozpadzie ^{222}Rn.

Jednoczesna rejestracja amplitud i czasów pomiędzy impulsami pozwala na swobodne dobranie warunków detekcji par jak amplituda impulsów i czas pomiędzy impulsami po wykonanych pomiarach w trybie off-line.

Pomiar wpływu ^{222}Rn przeprowadzony jest poprzez pomiar par rozpadów ^{214}Bi i ^{214}Po następujących bezpośrednio po sobie w czasie zdeterminowanym przez okres półrozpadu ^{214}Bi wynoszący 160 μs, gdy średni czas pomiędzy impulsami jest znacznie dłuższy niż kolejny najkrótszy czas półrozpadu (który wynosi 92 s). Detekcja takich par rozpadów umożliwia skorygowanie szybkości zliczeń uzyskanej w przy pomiarze ^{14}C. Umożliwia to wykonywanie pomiaru aktywności ^{14}C w badanej próbce w krótszym czasie przez wyeliminowanie sezonowania próbki przed pomiarem w detektorze scyntylacyjnym.

Wykorzystany jest analizator wielokanałowy amplitud impulsów, rejestrujący jednocześnie czas pomiędzy impulsami (przedstawiony przez Tudykę i Bluszcza, Very low cost multichannel analyzer with some additional features. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, Volume 659, Issue 1, p. 419–421). Informacje o czasie pomiędzy impulsami oraz ich amplitudy, odpowiadające energiom straconym przez emitowane cząstki w scyntylatorze, służą do identyfikacji par impulsów wywołanych kolejnymi rozpadami ^{214}Bi i ^{214}Po. Szybkość zliczeń tych par jest określona przez koncentrację (aktywność) ^{222}Rn w próbce i pozwala na ustalenie wielkości składowej radonowej wpływającej na pozorne zwiększenie aktywności ^{14}C.

Sposób według wynalazku znajdzie zastosowanie przy wykonywaniu szybkich analiz ilościowych niskich koncentracji węgla ^{14}C poniżej 10 kBq na 1 kg węgla, przy określaniu wieku radiowęglowego lub zawartości biokomponentów w materiale próbki. Sposób według wynalazku może być stosowany przez komercyjne laboratoria radiowęglowe, jako metoda umożliwiająca wykonywanie pomiaru bezpośrednio po przygotowaniu ciekłego scyntylatora lub znacznie skracająca czas potrzebny na zmniejszenia wpływu ^{222}Rn na wyniki pomiarów.

Sposób według wynalazku nie wymaga zmiany wysokiego napięcia zasilającego fotopowielacz lub/i wzmocnienia sygnału przez wzmacniacz.

Opisana sposób według wynalazku może być stosowany przez komercyjne laboratoria radiowęglowe umożliwia wyeliminowanie składowej zliczeń produktów sukcesywnego rozpadu ^{222}Rn. Wynalazek umożliwia wykonywanie pomiaru bezpośrednio po przygotowaniu ciekłego scyntylatora z badanego materiału.

Sposób według wynalazku zostanie bliżej objaśniony na podstawie przykładów, które dotyczą dwóch wersji realizacji sposobu według wynalazku.

P r z y k ł a d 1

Do detektora ciekłoscyntylacyjnego podłączony jest analizator wielokanałowy amplitud impulsów, rejestrujący jednocześnie czas pomiędzy impulsami. Impulsy odpowiadające przedziałowi energii od 39,5 keV do 101 keV służą do określenia aktywności ^{14}C. Zakres amplitud może być określony przy pomocy źródła promieniowania X, ^{241}Am o energii 59,5 keV. Analiza czasów odstępu między impulsami odpowiadającymi energiom większym od 160 keV pozwala na wykrycie i zliczanie par impulsów pochodzącym z rozpadów ^{214}Bi i ^{214}Po. Ze względu na małą średnią szybkość zliczeń impulsów odpowiadającym energiom większym od 160 keV, typowo 4 zliczenia na minutę, szybkość przypadkowych par występujących w odstępie czasu mniejszym niż 800 μs jest pomijalne mała i wynosi wtedy 1 zliczenie na 3 dni. Natomiast prawdopodobieństwo zarejestrowania pary wynosi około 90%.

Benzen znakowany ^{222}Rn służy do określenia korekty wpływu szybkości zliczeń par na szybkość zliczeń w oknie ^{14}C. Następnie w rutynowych pomiarach od zmierzonej szybkości zliczeń odejmowana jest szybkość zliczeń, która wynika z określonej wcześniej korekty w zależności od szybkości zliczeń par.

P r z y k ł a d 2

Sygnał (impuls) z detektora ciekłoscyntylacyjnego przesyłany jest do dwóch oddzielnych wzmacniaczy, które dedykowane są pomiarom ^{14}C oraz par impulsów z ^{214}Bi i ^{214}Po.

Do analizy impulsów ze wzmacniacza dedykowanego pomiarowi ^{14}C wykorzystany jest typowy wielokanałowy analizator amplitud który mierzy jedynie amplitudy impulsów. Okno pomiarowe ^{14}C ma stałą szerokość w skali energii i jest dobierane indywidualnie dla każdego pomiaru od 39,5 keV do 101 keV przy pomocy zewnętrznego źródła promieniowania X, ^{241}Am o energii 59,5 keV.

Analizę impulsów ze wzmacniacza dedykowanego pomiarom par ^{214}Bi i ^{214}Po przeprowadza się przy pomocy analizatora, który mierzy amplitudy oraz czas pomiędzy impulsami. Pary w tym przykładzie są wykrywane po spełnieniu dodatkowych warunków tzn. pierwszy impuls odpowiada energiom cząstek β emitowanej przez ^{214}Po i rejestrowany jest jeśli odpowiada energiom od 160 keV do 3.17 MeV natomiast drugi impuls z ^{214}Bi odpowiadający emitowanej cząstce α o energii 7.69 MeV rejestrowany jest przy uwzględnieniu zdolności rozdzielczej detektora. Taka para impulsów rozpatrywana jest jeśli pojawi się szybciej niż 800 μs. W ten sposób średnia szybkość zliczeń par przypadkowych jest rzędu 1 pary na 30 dni natomiast prawdopodobieństwo zarejestrowania pary wynosi 90%.

Benzen znakowany ^{222}Rn służy do określenia korekty wpływu szybkości zliczeń par na szybkość zliczeń w oknie ^{14}C. Następnie w rutynowych pomiarach od zmierzonej szybkości zliczeń odejmowana jest szybkość zliczeń, która wynika z określonej wcześniej korekty w zależności od szybkości zliczeń par.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób szybkiego pomiaru radioaktywności izotopu węgla ^{14}C z eliminacją składowej zliczeń pochodzącej od ^{222}Rn i produktów jego sukcesywnego rozpadu za pomocą spektrometrii ciekłoscyntylacyjnej, **znamienny tym**, że wykrywa się impulsy z rozpadów par ^{214}Bi i ^{214}Po poprzez rejestrację jednocześnie czasów pomiędzy następującymi po sobie impulsami oraz ich amplitudy, a następnie analizuje się czasy między impulsami o amplitudach powyżej 160 keV, za detekcję prawidłowych par impulsów przyjmuje się pary impulsów występujące w czasie poniżej dziesięciu czasów rozpadu połowicznego ^{214}Bi, korzystnie poniżej 800 μs, a następnie zlicza się takie wystąpienia par impulsów, przy czym każdorazowa detekcja par impulsów traktowana jest jako ślad po rozpadzie ^{222}Rn.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jednoczesna rejestracja amplitud i czasów pomiędzy impulsami pozwala na swobodne dobranie warunków detekcji par jak amplituda impulsów i czas pomiędzy impulsami po wykonanych pomiarach w trybie off-line.

Departament Wydawnictw UPRP
Cena 2,46 zł (w tym 23% VAT)