

Neutronenfluenzmessung

Teil 4: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit
Niob-Aktivierungsdetektoren**DIN****25456-4**

ICS 17.240

Ersatz für
Ausgabe Mai 1990Neutron fluence measurement — Part 4: Fast-neutron fluence
determination with niob activation detectorsMesure de la fluence neutronique — Partie 4: Détermination
de la fluence des neutrons rapides avec des détecteurs par
activation du niobium**Inhalt**

	Seite		Seite
Vorwort	2	6 Auswertung	4
1 Anwendungsbereich	2	6.1 Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit dem Niob-Aktivierungsdetektor .	4
2 Normative Verweisungen	2	6.2 Korrekturen	4
3 Definitionen und Formelzeichen	2	6.3 Bestimmung der Unsicherheit der Fluenz	4
3.1 Niob-Aktivierungsdetektor	2	6.4 Dokumentation	4
4 Aktivierungsdetektoren	3	Anhang A (normativ) Bestimmung der Aktivität der Meßprobe unter Berücksichtigung von Selbstabsorption und Fluoreszenz- anregung durch ^{182}Ta	5
4.1 Einsatzbereich	3	Anhang B (normativ) Nukleare Daten	6
4.2 Eigenschaften	3	Anhang C (informativ) Graphische Darstellungen	7
4.3 Vorbereitung	3		
4.4 Mögliche Störeffekte bei der Anwendung	3		
5 Durchführung der Messung	3		
5.1 Meßgeräte	3		
5.2 Vorbereitung der Meßprobe	3		
5.3 Kalibrierung	3		
5.4 Bestimmung der Aktivität	3		

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) — FB Kerntechnik — im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuß Kerntechnik, Arbeitsausschuß „Neutronenfluenzmessung“ erarbeitet.

Die Anhänge A und B sind normativ, Anhang C ist informativ.

DIN 25456 „Neutronenfluenzmessung“ besteht aus:

- Teil 1: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Aktivierungs- und Spaltdetektoren,
- Teil 2: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Eisen-Aktivierungsdetektoren,
- Teil 3: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Nickel-Aktivierungsdetektoren,
- Teil 4: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Niob-Aktivierungsdetektoren,
- Teil 5: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Kupfer-Aktivierungsdetektoren,
- Teil 6: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Thorium-Spaltdetektoren.

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Mai 1990 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Umstellung der Gestaltung auf die Festlegungen nach Normen der Reihe DIN 820.
- b) Aktualisierung und redaktionelle Überarbeitung.

Frühere Ausgaben

DIN 25456-4: 1990-05

1 Anwendungsbereich

Diese Norm ist für die Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Niob-Aktivierungsdetektoren anzuwenden. Festgelegt werden die Grundsätze des Verfahrens zur Bestimmung der Fluenz aus der gemessenen $^{93}\text{Nb}^{\text{m}}$ -Aktivität mit Hilfe des vorgegebenen Neutronenspektrums am Bestrahlungsort und der Bestrahlungsgeschichte.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 25456-1 : 1999-10

Neutronenfluenzmessung — Teil 1: Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen mit Aktivierungs- und Spaltdetektoren

- [1] Schötzig, U.; Schrader, H.: Halbwertszeiten und Photonen-Emissionswahrscheinlichkeiten von häufig verwendeten Radionukliden, 4. erweiterte Auflage, PTB-Ra-16/4; Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig: 1993-07
- [2] Baard, J. H.; Zijp, W. L.; Nolthenius, H. J.: Nuclear Data Guide for Reactor Neutron Metrology; Kluwer Academic Publishers, Dordrecht: 1989
- [3] Kocherov, N. P.; McLaughlin, P. K.: The International Reactor Dosimetry File (IRDF-90). Report IAEA-NDS-141:1990, International Atomic Energy Agency, Vienna 1990

- [4] Creagh, D. C.; Hubbell, J. H.: X-ray Absorption (or Attenuation) Coefficients. International Tables for Crystallography, Vol. C. pp. 189-206, Kluwer Academic Publishers, 1992

3 Definitionen und Formelzeichen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 25456-1 definierten Begriffe und Formelzeichen und folgende Definitionen:

3.1

Niob-Aktivierungsdetektor

Neutronenfluenzdetektor aus Niob. Es wird die Neutronennachweisreaktion $^{93}\text{Nb}(n, n')^{93}\text{Nb}^{\text{m}}$ ausgenutzt.

Tabelle 1: Formelzeichen zur Bestimmung der Fluenz schneller Neutronen

Formelzeichen	Benennung	Einheit
$A(t_n)$	$^{93}\text{Nb}^{\text{m}}$ -Aktivität in der Meßprobe zum Bestrahlungsende t_n	Bq
N_0	Anzahl der ^{93}Nb -Atome in der Meßprobe	—
λ	Zerfallskonstante von $^{93}\text{Nb}^{\text{m}}$	s^{-1}
$\sigma_{\text{eff}}(E_u)$	effektiver Wirkungsquerschnitt für die Reaktion $^{93}\text{Nb}(n, n')^{93}\text{Nb}^{\text{m}}$	cm^2

4 Aktivierungsdetektoren

4.1 Einsatzbereich

Der Niob-Aktivierungsdetektor eignet sich wegen des Wirkungsquerschnittsverlaufs der Nachweisreaktion zur Messung der Fluenz schneller Neutronen. Der Detektor wird in Form von Drähten, Folien oder auf einen Träger aufgetragenen Schichten verwendet; außerdem kommen Materialproben in Betracht, die die Neutronennachweissubstanz Niob enthalten. Die untere Grenze des 90 %-Ansprechbereichs des Aktivierungsdetektors liegt je nach Neutronenspektrum zwischen 0,5 MeV und 1 MeV. Das Meßnuklid $^{93}\text{Nb}^m$ hat eine Halbwertszeit von 16,1 Jahren. Zur Ermittlung der Neutronenfluenz müssen das Neutronenspektrum und die Bestrahlungsgeschichte bekannt sein.

Niob kann als dünne Schicht nur bestrahlt werden, wenn diese auf ein geeignetes Trägermaterial (z. B. Aluminium) aufgebracht ist. Auf diese Dünnschichtproben ist 4.3 nicht anwendbar.

Die Nachweisreaktion $^{93}\text{Nb}(n,n')^{93}\text{Nb}^m$ wird auch bei Materialproben von niobhaltigen Stählen benutzt, die als Strukturmaterialien oder Bestrahlungsproben in Kernreaktoren eingesetzt werden. Auf diese Proben sind 4.2 und 4.3 nicht anwendbar.

4.2 Eigenschaften

Die Aktivierungsdetektoren sollten aus Reinniob mit einem Massenanteil von mindestens 99,9 % bestehen. Der Massenanteil an Tantal darf 50 µg/g nicht übersteigen (siehe 4.4).

Der 30 keV γ -Übergang des $^{93}\text{Nb}^m$ ist nahezu vollständig konvertiert. Zur Bestimmung der Aktivität des $^{93}\text{Nb}^m$ wird deshalb meistens die Röntgen-K-Strahlung des Niob gemessen.

4.3 Vorbereitung

Die einzusetzenden Aktivierungsdetektoren sind zunächst auf ihren äußerlichen Zustand zu untersuchen. Verunreinigungen der Oberfläche sind mit geeigneten Lösemitteln zu entfernen. Es ist zweckmäßig, die Massen der Aktivierungsdetektoren vor der Bestrahlung zu bestimmen.

4.4 Mögliche Störeffekte bei der Anwendung

Durch Neutronen im thermischen Bereich und im Resonanzbereich werden in den Niob-Aktivierungsdetektoren ^{93}Nb und ^{181}Ta durch Neutroneneinfang aktiviert. Die entstandenen Nuklide ^{94}Nb , ^{95}Nb und ^{182}Ta regen Niob zur Röntgenfluoreszenz an, die sich der vom $^{93}\text{Nb}^m$ herrührenden Fluoreszenzstrahlung überlagert. Störungen durch die Isotope ^{94}Nb und ^{95}Nb sind bis zu einem Verhältnis der Flußdichte thermischer Neutronen zur Flußdichte schneller Neutronen von etwa 10 vernachlässigbar.

Die Größe der Störung durch ^{182}Ta hängt vom Massenanteil an Tantal und vom Verhältnis der Flußdichte thermischer Neutronen zur Flußdichte schneller Neutronen ab. Bei einem Massenanteil an Tantal kleiner als 50 µg/g und einem Flußdichteverhältnis bis etwa 3 ist die Störung im allgemeinen zu vernachlässigen.

5 Durchführung der Messung

5.1 Meßgeräte

5.1.1 Waagen

Mit den einzusetzenden Waagen müssen die Massen der Meßproben mit einer relativen Standardunsicherheit von höchstens 0,5 % bestimmt werden können.

5.1.2 Röntgenstrahlen-Spektrometer

Für die Messung der Röntgen-K-Strahlung sind Silizium- oder Reinstgermaniumdetektoren mit einer Auflösung, die einer Halbwertsbreite unter 500 eV bei 17 keV entspricht, in Verbindung mit einem Vielkanalanalysator einzusetzen.

5.2 Vorbereitung der Meßprobe

5.2.1 Präparation der Niob-Meßproben

Der Niob-Aktivierungsdetektor ist vor der Röntgen-K-Strahlenmessung visuell auf Verunreinigungen zu prüfen. Gegebenenfalls sind diese durch Beizen zu entfernen.

Für die Präparation von Meßproben auf Filterscheibchen wird folgendes Verfahren empfohlen:

Der bestrahlte Niob-Aktivierungsdetektor wird in einem Gemisch von Flußsäure und Salpetersäure gelöst. Definierte Teile der Lösung werden auf Filterscheibchen zur Messung vorbereitet. Die Präparate können mit einer geeigneten Kunststoffolie mit einer flächenbezogenen Masse kleiner oder gleich 1 mg/cm² abgedeckt werden. Die Masse des Niobs jeder Meßprobe muß mit einer relativen Standardunsicherheit von höchstens 1 % bekannt sein.

Bei Dünnschichtproben, die ohne vorherige Behandlung gemessen werden, muß die Masse der Niobschicht mit einer relativen Standardunsicherheit von höchstens 0,5 % bekannt sein.

5.2.2 Präparation von Materialproben

Die Materialproben werden in Säure gelöst und eine Nb-Abtrennung über Ionenaustausch oder Extraktion durchgeführt. Der Massenanteil an Niob in der abgetrennten Fraktion wird durch Vergleichsmessung mit einer Lösung bekannten Massenanteils an Niob bestimmt.

Die Meßprobe kann nach 5.2.1 hergestellt werden. Die Masse des Niobs jeder Meßprobe muß mit einer relativen Standardunsicherheit von höchstens 5 % bekannt sein.

5.3 Kalibrierung

Für die Bestimmung der $^{93}\text{Nb}^m$ -Aktivität der Meßprobe sind Vergleichsproben gleicher Art auszuwählen, deren Geometrie und Aktivität den auszuwertenden Niob-Meßproben angeglichen sind. Die Aktivität der Vergleichsprobe und ihre Unsicherheit müssen auf nationale Primärnormale zurückzuführen sein.

5.4 Bestimmung der Aktivität

Es ist die Röntgen-K _{α} -Strahlungslinie bei 16,6 keV allein oder gemeinsam mit der Röntgen-K _{β} -Strahlungslinie bei 18,6 keV auszuwerten. Die Auswertung dieser Linien muß für die Meßprobe und die Vergleichsprobe in derselben Weise durchgeführt werden; die relative Standardunsicherheit des Linieninhalts sollte 2 % nicht überschreiten.