

TRABAJO FINAL
CARRERA DE ESPECIALIZACIÓN EN APLICACIONES
TECNOLÓGICAS DE LA ENERGÍA NUCLEAR

**Calibración de espectrómetro gama en eficiencia
absoluta con el programa *Hypermet-PC***

Ing. Luis Fernando Guarín Cabrera

Director: Lic. Esp. Fernando Ariel Sánchez

Diciembre de 2016

Comisión Nacional de Energía Atómica
Universidad Nacional de Cuyo (Instituto Balseiro)
Universidad de Buenos Aires (Facultad de Ingeniería)

Dedicatoria

A mi madre Piedad y a mi hijo Thiago

Madre eres una mujer de gran carácter. Con tu ejemplo de vida, trabajo y esfuerzo siempre nos enseñaste y has sabido que la educación es el camino que rompe el círculo de la pobreza, espiritual, intelectual y económica.

A Thiago por darle luz a mi vida.

Agradecimientos

Ante todo a Dios por todas sus bendiciones, a mi familia por su apoyo incondicional y por creer siempre, por ayudarme en las derrotas y alentarme a luchar por mis sueños y realización de mi proyecto de vida.

Muy agradecido con la Comisión Nacional de Energía Atómica y el Instituto Balseiro por esta gran oportunidad de permitirme realizar la Carrera de Especialización en Aplicaciones de la Energía Nuclear (CEATEN) y contribuir en mi formación profesional y personal.

A mi director Lic. Esp. Fernando Ariel Sánchez por todas sus enseñanzas, paciencia y gran disposición en la realización de este trabajo final.

A todos los docentes y personal administrativo que hicieron posible la finalización en buenos términos de la CEATEN.

Resumen

Este trabajo se enmarca dentro de un proyecto de desarrollo de una instalación PGNAA en el reactor experimental RA-6. Entre las actividades previstas están las calibraciones en energía y eficiencia absoluta. En este trabajo se presenta un ejercicio de calibración realizado con un detector de características similares a las que se utilizarán en el proyecto. Se realiza una calibración en energía y eficiencia absoluta de un espectrómetro gama en un rango de energía de 121 a 2754 keV, con dos metodologías de cálculos diferentes. Una es de forma manual con base en los conceptos y definiciones. La otra metodología se basa en cálculos realizados en el programa computacional *Hypermet-PC*. Las fuentes de calibración usadas son ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{60}Co y ^{152}Eu . También se utiliza fuentes relativas generadas a partir de activación neutrónica de ^{56}Mn y ^{24}Na . Se hace una descripción de los componentes del espectrómetro al igual que los pasos a seguir en cada metodología.

Los resultados obtenidos con el método manual muestran que el espectrómetro tiene un alto grado de linealidad entre energía de los rayos gama y canales del MCA. Haciendo la corrección de no linealidad el apartamiento máximo de los datos medidos de los calculados con la curva de calibración en energía es $\pm 0,1$ keV. Los valores de eficiencia absoluta calculados por ambas metodologías son muy similares, con suma cuadráticos de los errores del mismo orden.

Las ventajas de usar HYPC es que los cálculos de calibración son exactos y precisos, se realizan automáticamente, con poca intervención del usuario y el tiempo que se requiere para hacerlo es del orden de minutos.

Palabras clave: Calibración en energía y eficiencia absoluta, no linealidad, espectrómetro de rayos gama, método manual, Hypermet-PC, PGNAA.

Abstract

This work is part of a project to develop a PGNAA facility in the experimental reactor RA-6. Among the planned activities are the calibrations in energy and absolute efficiency. This work presents a calibration exercise performed with a detector of characteristics similar to those that will be used in the project. A calibration in energy and absolute efficiency of a gamma spectrometer in an energy range of 121 to 2754 keV is carried out, with two methodologies of different calculations. One is manually based on concepts and definitions. The other methodology is based on calculations made in the computer program Hypermet-PC.

Calibration sources used are ^{133}Ba , ^{137}Cs , ^{60}Co and ^{152}Eu . Relative sources generated from ^{56}Mn and ^{24}Na neutron activation are also used. A description of the components of the spectrometer is made as well as the steps to follow in each methodology.

The results obtained with the manual method show that the spectrometer has a high degree of linearity between gamma ray energy and MCA channels. By making the nonlinearity correction the maximum departure from the data measured from those calculated with the calibration curve in energy is ± 0.1 keV. The absolute efficiency values calculated by both methodologies are very similar, with quadratic sum of the errors of the same order.

The advantages of using HYPC is that the calibration calculations are accurate, performed automatically with little user intervention and the time required to do so is of the order of minutes.

Keywords: Energy and absolute efficiency calibration, nonlinearity, gamma ray spectrometer, manual method, Hypermet-PC, PGNAA.

Contenido

	<i>Pág.</i>
Resumen.....	2
Abstract	3
1. Introducción.....	2
1.1 Fundamentación teórica.....	3
1.1.1 Calibración en energía	3
1.1.2 Calibración en eficiencia absoluta	4
1.2 Breve descripción del programa <i>Hypermet-PC</i>	4
2. Descripción del equipamiento y metodologías de trabajo	7
2.1 Descripción del espectrómetro gama, fuentes y montaje experimental	7
2.2 Cálculo manual de la eficiencia	9
2.3 Descripción del procedimiento manual.....	10
2.4 Descripción de la metodología con el programa <i>Hypermet-PC</i>	12
3. Resultados y análisis.....	15
3.1 Calibración en energía y análisis de no linealidad	15
3.2 Calibración en eficiencia absoluta	18
4. Conclusiones.....	22
A. Anexo: Certificados de las fuentes de calibración	23
Bibliografía	28

1.Introducción

La espectrometría gamma es un método analítico que permite identificar y cuantificar la presencia de isótopos radiactivos, a partir de análisis de espectros energéticos de emisión de radiación gama. Una estimación conservadora es que más de 200.000 de éstos están en uso en laboratorios académicos, industriales e instalaciones en todo el mundo.

En el marco de desarrollos y puesta en marcha de aplicaciones de la radiación en reactor nuclear argentino RA-6, se emplean varios espectrómetros de rayos gama, como por ejemplo en análisis por activación neutrónica convencional NAA (***Delayed Gamma Neutron Activation Analysis***) y PGNAA (***Prompt Gamma Neutron Activation Analysis***).

Las técnicas de análisis por activación neutrónica se basan en transformaciones nucleares que ocurren en la materia cuando neutrones interactúan con ella. Tradicionalmente se ha empleado el NAA que es una técnica que se basa en reacciones de captura radiactiva $X^A(n, \gamma)X^{A+1}$, en la cual isótopo X^{A+1} es radiactivo. En el caso de PGNAA se analizan los gamas inmediatos a la captura.

Las ventajas más importantes de PGNAA es su capacidad de analizar casi todos los elementos independientemente de la matriz en que se encuentren, la muestra no queda sensiblemente activada por mucho tiempo y puede ser analizada por otras técnicas. Se la utiliza para determinar las concentraciones de los componentes mayoritarios como por ejemplo H, C, N, Si, P, S, Cl; y a nivel de trazas de B, Cd, Sm, Gd y Hg [1].

En estudios NAA y PGNAA se generan espectros con cientos e incluso miles de fotopicos (Full Energy Peak) y se deben utilizar herramientas de análisis eficaz, de rápida implementación y que proporcione resultados confiables. En el desarrollo del proyecto de PGNAA del RA-6 se utiliza el programa computacional *Hypermet-PC* (HYPC) para hacer los análisis de espectros

La importancia del presente trabajo es que el autor se familiarice y adquiera experiencia en la calibración de un espectrómetro gama y además en el manejo del programa computacional *Hypermet-PC*. Se realizan las calibraciones en energía y eficiencia absoluta con este software y se lo compara con cálculos manuales.

1.1 Fundamentación teórica

Un espectrómetro gama es un instrumento que permite medir la energía e intensidad de los fotones gamas emitidos por fuentes o muestras radiactivas. Para esto es necesario calibrar el instrumento en energía y eficiencia absoluta.

1.1.1 Calibración en energía

Consiste en determinar una relación funcional entre los canales del espectrómetro con respecto a la energía del rayo gama captado. El procedimiento consiste en la medición de espectros de fuentes radiactivas, de las cuales se conocen exactamente la energía de los rayos gama que emite [2]. Ejemplos de algunos radionucleidos, conocidos como fuentes estándares de calibración por su amplio uso: cobalto 60 Co^{60} , cesio 137 Cs^{137} , bario 133 Ba^{133} y europio 152 Eu^{152} .

La relación funcional entre las posiciones de los picos en el espectro y las energías de los rayos gama es generalmente y muy aproximadamente una función lineal, es decir, tiene la forma:

$$E(\text{keV}) = I(\text{keV}) + G \times Ch(\text{canal}) \quad (1)$$

Donde I y G son el intercepto y la pendiente de la recta de calibración, Ch es la posición del canal de mayor cuentas del pico. Para determinar las posiciones de pico de recolección total con alta precisión es necesario corregir un pequeño nivel de no-linealidad presente en la mayoría de los sistemas de espectrometría.

De los componentes del espectrómetro principalmente el convertidor analógico digital contribuye a la mayor aporte de la no linealidad del sistema [3].

Calibrado el espectrómetro en energía y con corrección de no linealidad se puede hacer identificación de isótopos que emiten radiación gama, es decir, se podría hacer análisis cualitativo.

1.1.2 Calibración en eficiencia absoluta

Para hacer análisis cuantitativo con espectrometría de radiación gama, es necesario relacionar la intensidad (cuentas) de los fotones detectados con los que emiten la fuente o muestra radiactiva. Esta relación puede ser descrita por una función de la energía y se la define como la relación del número de fotones que llegan al detector (cuentas), con respecto al total de fotones que emite la fuente. Depende también de la configuración geométrica entre el detector y la fuente radiactiva. El procedimiento de calibración se describe posteriormente.

1.2 Breve descripción del programa *Hypermet-PC*

El código HYPERMET original fue desarrollado en lenguaje FORTRAN por *Phillips y Marlow* a principios de los años setenta, en el "*Naval Research Laboratory*", Washington DC, para el análisis automático y eficiente de espectros de altura de pulso multicanal utilizando un ordenador central de alta velocidad [4]. En principio con la intención de un mínimo aporte del usuario para ahorrar mano de obra y minimizar los errores humanos.

Para obtener resultados fiables mediante ajuste automático, se adoptó una función parametrizada semiempírica cuidadosamente elegida para representar la respuesta de detectores Ge(Li) y germanio hiperpuro (HPGe), incluyendo todos los efectos físicos y estadísticos que contribuyen a un espectro real. La función de forma de pico de HYPERMET es la suma lineal de una gaussiana y una gaussiana exponencialmente modificada (EMG) en el lado izquierdo. Por otro lado, se agrega una función escalonada plegada con la misma función gaussiana y una función "cola" doblada similarmente, que se asemeja a un talón Compton agudo, a la función del fondo una polinómica de primer o segundo orden.

El ajuste se convierte en no lineal en la medida en que los parámetros de las funciones

gaussianas y exponenciales se permite variar. La operación totalmente automática, significa que los parámetros de picos y de fondo se encuentran por un ajuste no lineal para cada región separada en el espectro, a partir de una estimación inicial.

Por lo tanto, incluso los “*multipletes*” (picos del espectro superpuestos) muy complicados pueden ser resueltos satisfactoria y automáticamente con una interacción mínima del usuario. Se debe tener en cuenta que los “*multipletes*” pueden tener fondo curvado, escalonado o retrocedido, y picos con diferentes ancho a media altura, FWHM (*Full Width at Half Maximum*). Los anchos aproximados y los valores de energía de dos picos lejanos proporcionados por el usuario son la única entrada necesaria. La Figura 1 muestra un ajuste exitoso en una región de un espectro PGNAA. Observe el ajuste de multiplete (picos superpuestos), tan bien como el fondo de la forma del paso. El ajuste se produce automáticamente sin interacción manual [4].

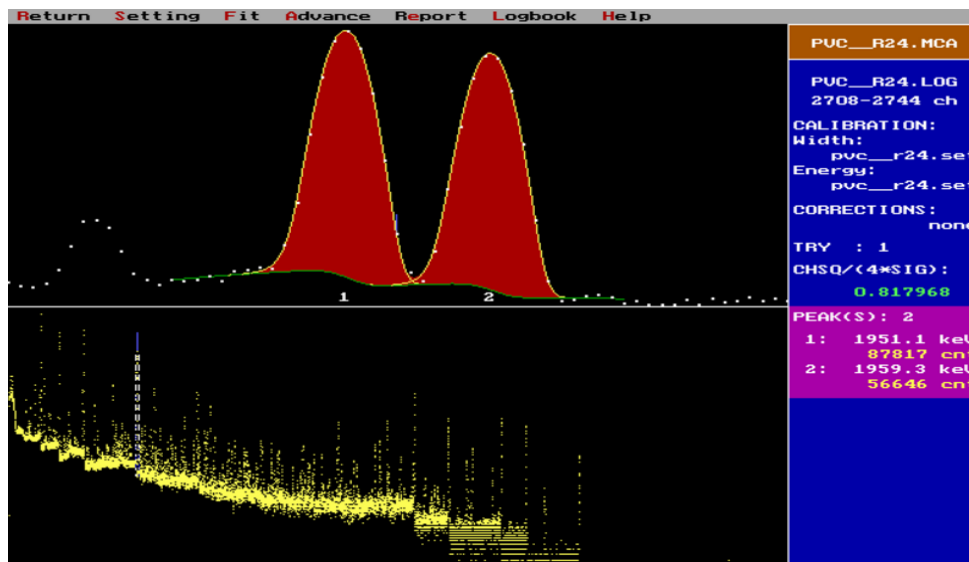


Figura 1: Ajuste automático exitoso en una región de un espectro PGAA

En el momento en que se introdujo HYPERMET sólo los ordenadores de alta velocidad pueden ser utilizados de manera eficiente debido a la instalación no lineal que requiere mucho tiempo. Con algunas modificaciones el programa se hizo lo suficientemente rápido para su uso en computadoras personales. El progreso de los lenguajes de programación orientados a objetos en los años 90 ha motivado el desarrollo de una versión interactiva con una interfaz gráfica de uso fácil. Paralelamente, también se introdujeron rutinas de calibración de alta calidad y otras características innovadoras. Por ejemplo HYPIC tiene colección de datos de alta calidad de energía y rendimiento, vida media y sus respectivas

incertidumbres de fuentes radiactivas y reacciones (n,γ) , usadas para la calibración del detector y la evaluación del espectro.

La no linealidad calculada con HYPIC muestra la desviación en canales equienergéticos que tiene cada canal del espectrómetro, es decir, se independiza del rango de amplificación empleado para las energías de las fuentes. [5]. La corrección de no linealidad da lugar a una mejora significativa de la precisión en la determinación del centro del pico y sólo toma unos minutos para crear. La Figura 2 muestra la curva de no linealidad del sistema construida automáticamente para un sistema detector dado.

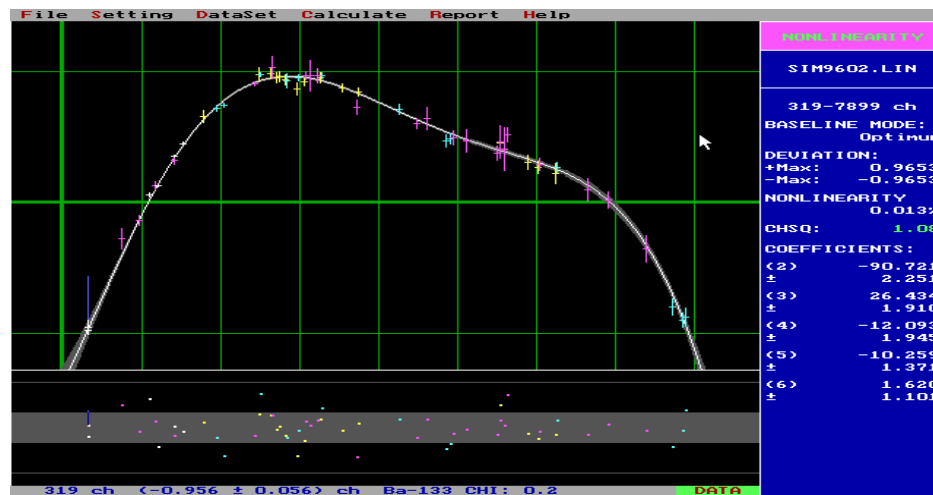


Figura 2: Gráfica de la no linealidad de un espectrómetro gama utilizado en PGAA calculada con el programa *Hypermet-PC*

El programa posee un módulo para calcular la eficiencia a partir de la medición de fuentes de calibración, cuya información se especifica con un archivo de datos. Tanto esta corrección como la de no linealidad están incorporadas de forma que la salida de cualquier espectro se expresa directamente en tasa de emisión de fotones con un alto detalle de la energía. Además cuenta con un módulo de identificación y cuantificación isotópica. Gracias a estas características, HYPIC ha ganado aceptación general y se aplica con éxito en numerosos laboratorios de PGNA y NAA. Su notable desempeño de evaluación de picos se demostró en las intercomparaciones internacionales [6].

2. Descripción del equipamiento y metodologías de trabajo

En este capítulo se hace una descripción detallada del equipamiento electrónico, fuentes de calibración, montaje experimental utilizado en las mediciones, y las metodologías empleadas de las 2 líneas de cálculo de la eficiencia absoluta para la calibración del espectrómetro gama. La primera línea de cálculo basada en cálculo manual y la segunda línea con base en cálculos realizados en el programa *Hypermet-PC*.

2.1 Descripción del espectrómetro gama, fuentes y montaje experimental

El montaje experimental del espectrómetro gama utilizado se puede ver en las **Figura 3** y **Figura 4**, éste en consiste en un detector de germanio hiperpuro coaxial tipo P marca Canberra. La salida del preamplificador del detector se conecta a un amplificador analógico y éste a su vez a un multicanal con interfaz a PC marca Canberra modelo MultiPort II. Las señales del preamplificador y del amplificador se monitorearon con un osciloscopio y se observó y ajustó la línea de base que ingresaba al multicanal. El programa de adquisición es *Accuspec* de Canberra. La fuente de alta tensión de 5 kV modelo *Dual HV Supply 3125* de marca Canberra. La fuente se pone sobre un espaciador de acrílico de 25 cm.

Componente	Modelo	Marca	Valor
Fuente de alta tensión	Dual HV Supply 3125	Canberra	2420 V (2500 en dial)
Detector HPGe	Coaxial tipo P	Canberra	N.A
Amplificador	Amplifier 2026	Canberra	Pico de ^{137}Cs a 2 V
Multicanal	MultiPort II	Canberra	16000 canales
Osciloscopio	PS-200	Pintek	20 MHz

Tabla 1: Componentes del espectrómetro de rayos gama utilizado

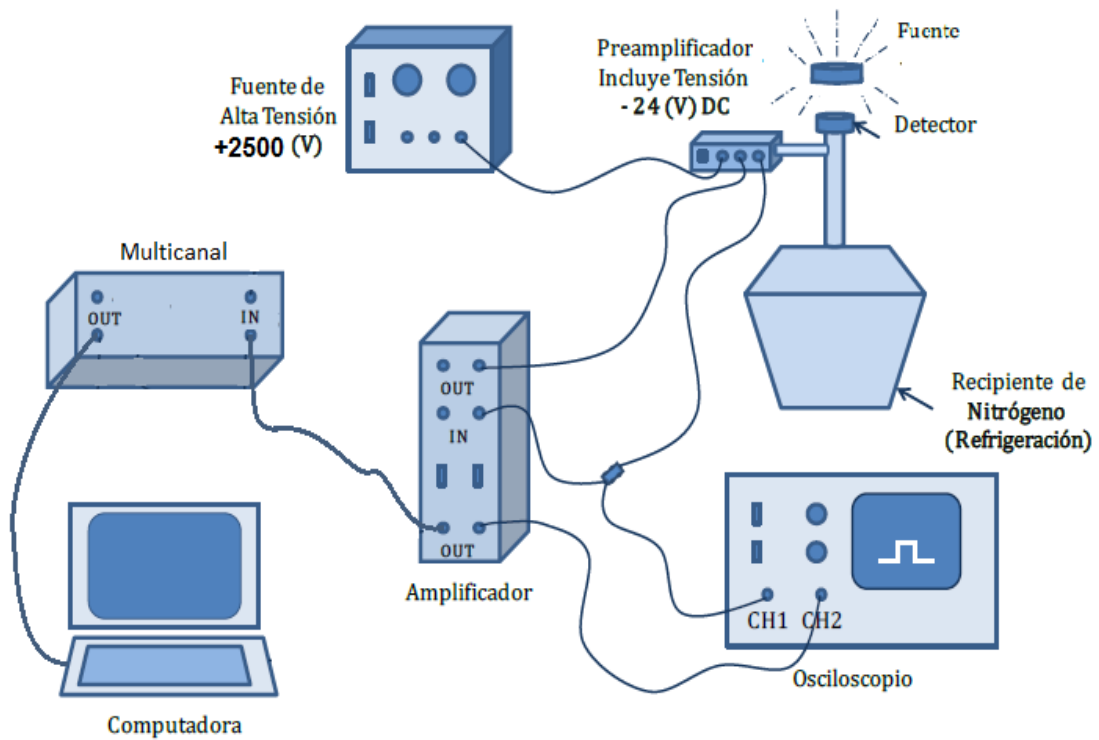


Figura 3: Representación esquemática del espectrómetro de rayos gama

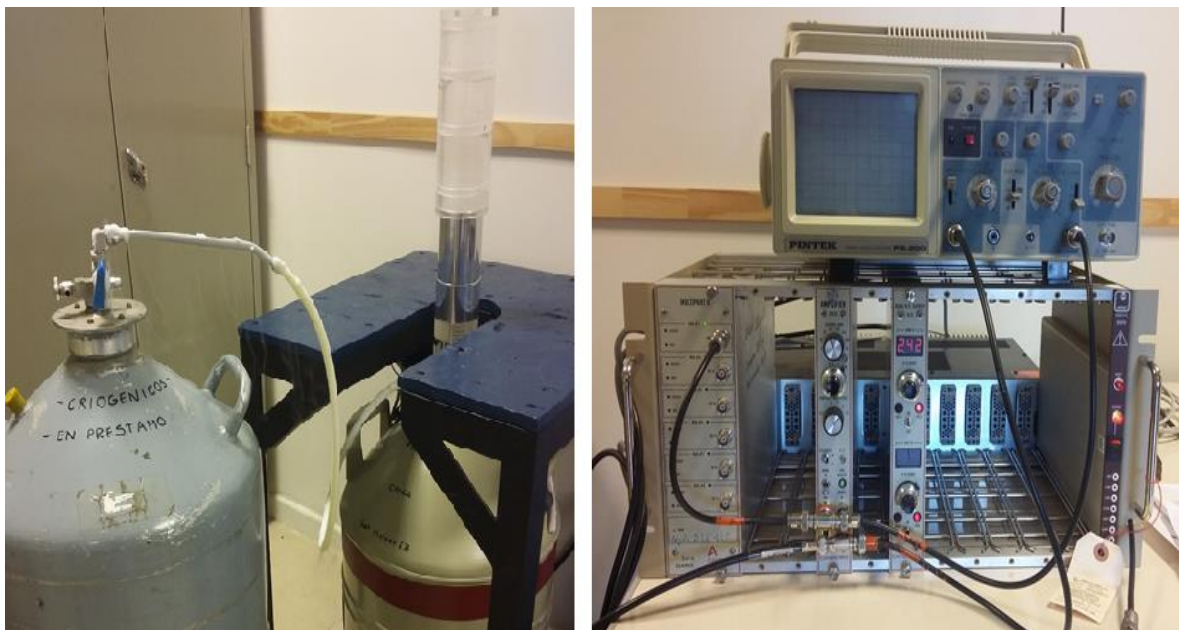


Figura 4: Fotos de los componentes del espectrómetro de rayos gama

Las **fuentes radiactivas** de ^{137}Cs , ^{60}Co y ^{133}Ba son marca **Eckert & Ziegler Isotope Products** y la fuente de ^{152}Eu es de la “**IAEA, Division of Research and Laboratory**”. También se activaron 2 hojuelas de ^{56}Mn y ^{24}Na de aproximadamente 1 MBq de actividad. La información necesaria de las fuentes para desarrollo del trabajo se muestra es las tablas del anexo A.

La activación de hojuelas de ^{56}Mn y ^{24}Na se realizó en el reactor RA-6, el cual tiene en la posición de irradiación neumática un flujo neutrónico de $2 \times 10^{12} \frac{n}{\text{cm}^2 \text{s}}$. La actividad que se consiguió es aproximadamente 1 MBq, a partir de:

$$A \approx N\sigma\phi\lambda t_i \quad (2)$$

Donde A , es la actividad, N el número de átomos de ^{56}Mn o ^{24}Na presentes en la hojuela, σ la sección eficaz de captura radiactiva, ϕ el flujo neutrónico, λ constante de decaimiento y t_i tiempo de irradiación. Con la ecuación (2) se determinó el tiempo de irradiación, la información de los datos nuclear, las secciones eficaces y la constantes de decaimiento de ^{56}Mn y ^{24}Na se obtiene de la literatura [7], los valores de actividad y número de átomos fueron propuestos por el autor.

2.2 Cálculo manual de la eficiencia

La eficiencia, $\varepsilon(E_\gamma)$, se puede medir colocando una fuente radiactiva de actividad, $A(t)$ cercano al detector y realizando un contaje durante un tiempo de medición T_m . La cantidad de fotones detectados, C_γ es:

$$C_\gamma = \int_0^{T_m} A(t)\Gamma_\gamma\varepsilon(E_\gamma)dt \quad (3)$$

Siendo Γ_γ el rendimiento gama del fotón detectado. Teniendo en cuenta un decaimiento exponencial de la actividad se deduce que la eficiencia queda expresada como:

$$\varepsilon(E_\gamma) = \frac{1}{A_{0c}e^{-\lambda t_e}\Gamma_\gamma} \left(\frac{\lambda}{1 - e^{-\lambda T_R}} \right) \frac{T_R}{T_V} C_\gamma S S_\gamma \quad (4)$$

Donde λ es la constante de decaimiento, SS_γ es el coeficiente de apantallamiento, A_{0c} es actividad inicial y t_e es el tiempo de espera entre la fecha de calibración y la fecha de medición. El coeficiente de apantallamiento para las fuentes IAEA se calcula con la siguiente expresión:

$$SS_\gamma = \left[1,033 - 0,01076 \log E_\gamma + 0,00108(\log E_\gamma)^2 \right] \quad (5)$$

Para calcular la incerteza de la eficiencia sólo se considera la incerteza del número de cuentas, rendimiento y actividad. Para el resto de variables toman valores muy grandes y su incerteza es muy pequeñas.

$$\frac{\Delta\varepsilon}{\varepsilon} = \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta\Gamma_\gamma}{\Gamma_\gamma}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C_\gamma}{C_\gamma}\right)^2} \quad (6)$$

Para ajustar la curva de eficiencia se proponen una función de la forma de la ecuación (14), graficados lo datos de eficiencia versus energía en escala log-log [3], [8].

$$\ln \varepsilon(E) = \sum_{i=0}^n a_i (\ln E)^i \quad (7)$$

2.3 Descripción del procedimiento manual

Para la metodología del **cálculo manual** se realizan los siguientes pasos:

- 1) Adquisición y generación del espectro: Se posiciona la fuente sobre la torre de acrílico, con el programa **Accuspec** se deja adquiriendo hasta un número de cuentas por pico que se considere importante (aproximadamente entre 40000 y 50000 cuentas netas para los picos principales), se genera un archivo con extensión CNF. Con el programa **Cambio** desarrollado por "Sandia National laboratories", se modifica la extensión a .CHN, la cual puede ser leída por el programa **Maestro** de la firma EG&G Ortec.

- 2) Recalibración en energía del espectro en Maestro: se hace una recalibración en energía con 2 picos de energía conocidos.
- 3) Selección de las regiones de interés, *ROI* e integración: se selecciona el número de canales que ocupa el pico en el espectro y se integra. En el presente trabajo el *ROI* de los picos, se agrega 4 canales del fondo a ambos lados de donde el autor considera que está el pico para realizar la integración.
- 4) Almacenamiento de los archivos *.ROI: contiene selección e integración de las cuentas de los picos y se hace un reporte de éstos. Ejemplo del reporte del *ROI*s del Mn⁵⁶ (ver **Figura 5**). La información importante es el número de cuentas netas "NET", y su incerteza, adicionalmente se utiliza la fecha de realización de la adquisición, el tiempo real y el tiempo vivo: tiempo en el cual el detector registró eventos de rayos gama.

```

Detector #1      ACQ 09-nov.-2000 at 16:39:17  RT = 14792.4  LT = 14603.7
                No detector description was entered
                Sample title.
ROI#  RANGE( keV)  GROSS    NET  +/-  CENTROID  FWHM  FW(1/5)M  LIBRARY ( keV)
  1  842.42  849.09  437054  430063  679  845.76  1.41  2.16  Eu-154  845.39
  2  1807.57 1813.83  57017  54558  254  1810.73  1.95  2.94  J-134  1806.84
  3  2109.68 2116.98  25540  24964  166  2113.46  2.11  3.23  Rh-106 2112.54
  4  2520.28 2526.54   1559   1368   46  2523.76  1.88  3.12  La-140 2521.40
  5  2655.06 2661.73    994    906   36  2658.32  2.37  3.33  Pr-144 2654.90

```

Figura 5: Reporte del *ROI*s del manganeso 56, realizado por el programa Maestro.

- 5) Cálculo la eficiencia absoluta e incerteza: en una hoja de cálculo de **Excel**, se hacen las operaciones de las ecuaciones mencionadas. El número de cuentas y los tiempos de adquisición se toman de los reportes de los *ROI*s, La información restante de cada fuente utiliza se obtienes de certificados de calibración, es decir, energía y probabilidad de emisión de los rayos gama, y actividad de inicial y literatura [9].
- 6) Con los datos disponibles de energía, eficiencia e incerteza en programa **Origin** se construye una tabla de valores, un gráfico escala log-log y se ajusta el polinomio de orden 6 u 8.

2.4 Descripción de la metodología con el programa Hypermet-PC

Para trabajar con el Hypermet- PC se lleva a cabo los siguientes pasos.

- 1) Adquisición y generación del espectro: Esta parte es similar a la metodología anterior, pero difiere en el formato de programa *Hypermet-PC* utiliza de entrada, es decir, el programa Cambio pasa el archivo del espectro de extensión .CNF a .DAT.
- 2) Análisis del espectro:
 - a. Módulo *Eval* (creación del archivo .log):
 - i. Ajuste de 2 picos (^{137}Cs se ajusta un solo pico) con el módulo *Fit*.
 - ii. Calibración en energía y ancho: Especificación de los parámetros de ajuste (Módulo *Calibration*)
 - iii. Generación del *peaklist* con o sin correcciones.
- 3) Cálculo de No linealidad del espectrómetro:
 - a. Módulo *Qual. Assurance*.
 - i. Cargar los *peaklists*.
 - ii. Calcular no linealidad, módulo *Calculate*.
- 4) Corrección por no linealidad:
 - a. Módulo *Setting*
 - i. Cargar la corrección de no linealidad.
 - b. Módulo *Eval*
 - i. Ajustar todo el espectro.
 - ii. Generar nuevamente los *peaklists*
- 5) Inclusión de la información de las fuentes: editar el archivo ***Nuclid.std*** con la información de las fuentes utilizadas, como por ejemplo la actividad, fecha de calibración, vida media, energía y probabilidad de emisión o rendimiento de los rayos gama que emite, entre otra.
- 6) Cálculo de la curva de eficiencia absoluta:

- a. Módulo *Qual. Assurance*
 - i. Cargar todos los *peaklists* corregidos con la no linealidad y asocia la información correspondiente de cada fuente que se incluyó en el archivo ***Nuclid.std***.
 - ii. Cálculo de la curva de calibración en eficiencia absoluta.

3. Resultados y análisis

3.1 Calibración en energía y análisis de no linealidad

En la **Figura 6** se muestra un ajuste lineal de la calibración en energía para los picos más importantes de las fuentes medidas. La información que forma parte de cada uno de los puntos mostrados se detallan en el anexo B. Puede observarse a simple vista un buen ajuste lineal sobre los datos.

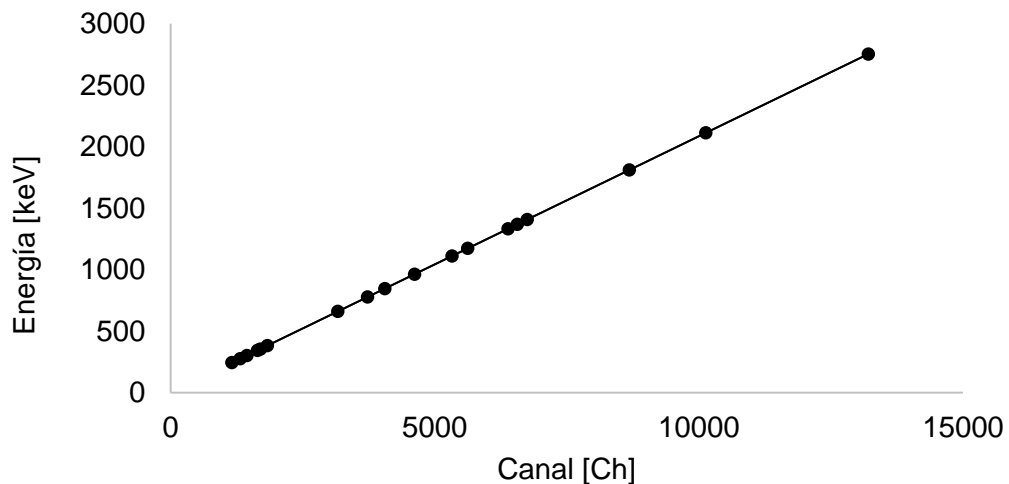


Figura 6: Calibración en energía del espectrómetro gama con cálculo manual

La ecuación de la recta de calibración en energía es:

$$E_{\gamma}(keV) = 2,4819 + 0,2083Ch \quad (8)$$

Con un coeficiente de correlación $R^2 = 0,999999788$. Sin embargo un análisis de los residuos demuestra que existe un leve apartamiento del comportamiento perfectamente lineal como puede observarse en la **Figura 7**.

Los desvíos no lineales para este rango de amplificación alcanzan valores del orden $\pm 0,5$ keV que no son altos para este rango de amplificación. Sin embargo en otras aplicaciones como PGNAA donde necesariamente los canales representan mayor intervalo de energía resulta crítico para la identificación de elementos.

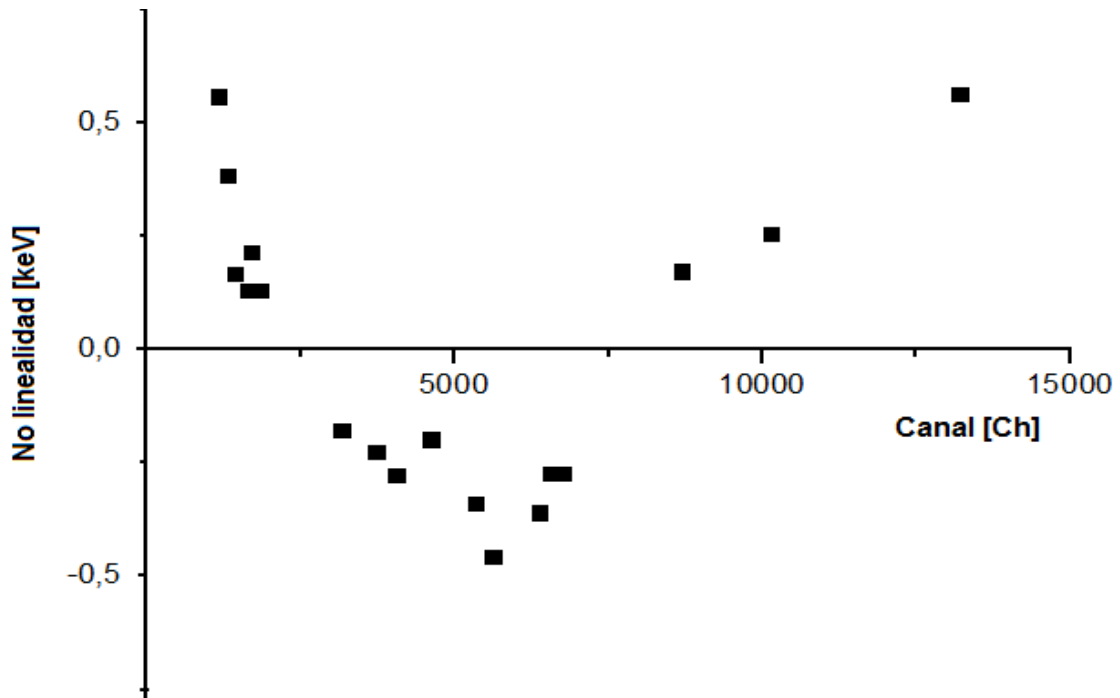


Figura 7: Gráfica de no linealidad del espectrómetro gama determinada con cálculo manual

El análisis realizado con el código HYPC en función de canales medido versus canales lineales se muestra en la **Figura 8**. Pudiendo observarse un desvío de aproximadamente ± 2 canales.

La comparación cuantitativa de ambos tratamientos se realiza a través de ajustes funcionales sobre las no linealidades medidas en las energías de las fuentes, analizando los apartamientos entre los valores medidos de las energías de las fuentes y función de interpolación, en la se observa que el ajuste que hace HYPC es mejor, pero muy similar al realizado con el método manual, ya que las sumas cuadráticas de los errores son del mismo orden de magnitud, para HYPC menor.

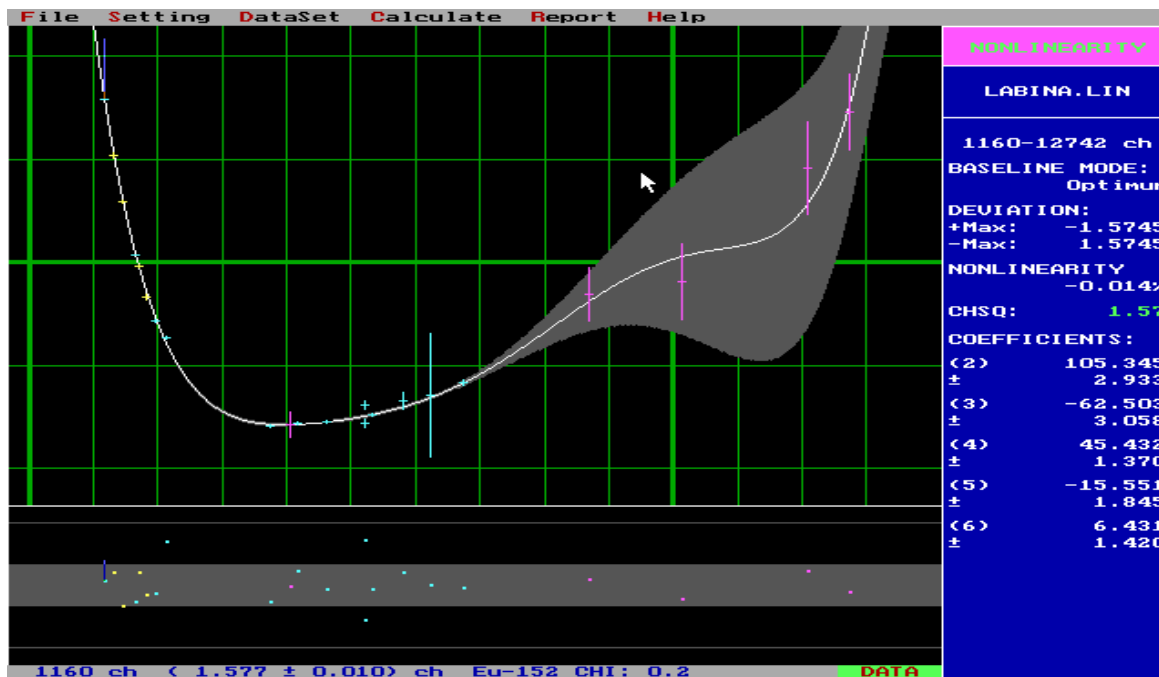


Figura 8: Gráfica de no linealidad (en canales) del espectrómetro gama determinada con *Hypermet-PC*

Canal	Energía [keV]	Ajuste CM	Error CM	Ajuste HYPC	Error HYPC
1160	244,70	244,66	0,038	244,70	0,002
1640	344,27	344,30	-0,034	344,28	-0,006
3728	778,90	778,92	-0,019	778,91	-0,005
4617	964,13	964,03	0,104	964,04	0,089
5328	1112,11	1112,09	0,021	1112,05	0,060
6748	1408,00	1407,99	0,011	1408,01	-0,012
5622	1173,24	1173,33	-0,088	1173,21	0,030
6386	1332,50	1332,53	-0,026	1332,49	0,010
3165	661,66	661,68	-0,024	661,66	0,003
1313	276,40	276,40	0,004	276,40	0,000
1441	302,85	302,97	-0,116	302,86	-0,008
1696	356,02	355,94	0,077	356,01	0,011
1830	383,85	383,80	0,050	383,85	0,003
4054	846,76	846,80	-0,035	846,75	0,010
8679	1810,73	1810,73	-0,003	1810,66	0,064
10130	2113,09	2113,09	0,000	2113,05	0,042
6559	1368,63	1368,59	0,039	1368,63	-0,007
13205	2754,01	2754,01	0,000	2754,03	-0,021
Suma cuadrática de errores (SCE)			0,05	SCE	0,02

Tabla 2: Ajustes de la recta de calibración en energía y no linealidad del espectrómetro calculada con método manual e *Hypermet-PC*

La **Figura 9** muestra que considerando la corrección por no linealidad el apartamiento de la curva de calibración en energía de los datos de energía medidos, para la amplificación de trabajo, son del orden de $\pm 0,1$ keV, valores aceptados en aplicaciones como NAA y en menor medida en PGNAA.

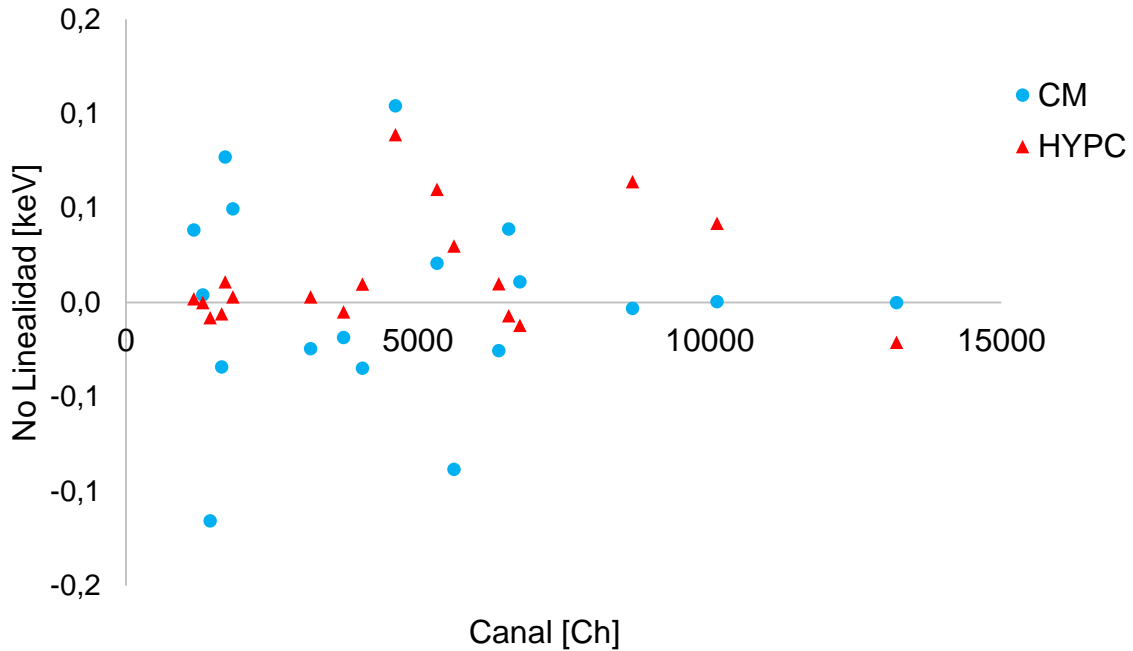


Figura 9: Gráfica de los residuos de los ajustes con método manual e *Hypermet-PC* considerando la corrección por no linealidad

Ambas metodologías dan resultados muy buenos. Una ventaja importante que brinda HYPC con respecto al método manual, en términos prácticos es el tiempo requerido para hacer este tipo de procedimientos, puesto que una calibración en energía y cálculo de la no linealidad se hacen en minutos.

3.2 Calibración en eficiencia absoluta

La **Tabla 2** exhibe las eficiencias calculadas y su apartamiento respecto a la función interpolación. También se demuestra las sumas cuadráticas de los errores (SCE) de los ajustes realizados con las 2 líneas de cálculo son muy parecidos, notar que el ajuste con cálculo manual es ligeramente mejor que con HYPC, es decir, presenta SCE menor.

La función de eficiencia se ajustado con la siguiente función en el cálculo manual con Origin:

$$\ln \varepsilon^{CM}(E_\gamma) = -27,78557 - 66,55670 \ln E_\gamma + 59,62465(\ln E_\gamma)^2 - 19,08033(\ln E_\gamma)^3 + 2,95225(\ln E_\gamma)^4 - 0,22461(\ln E_\gamma)^5 + 0,00676(\ln E_\gamma)^6 \quad (9)$$

Radionucleído	Energía [keV]	Eficiencia	δEficiencia	Ajuste CM	Residuo CM	Ajuste HYPC	Residuo HYPC
Eu152-g1	121,78	2,224E-3	1,29%	2,227E-3	-3,0E-6	2,194E-3	3,0E-5
Eu152-g2	244,70	1,480E-3	1,37%	1,464E-3	1,6E-5	1,456E-3	2,4E-5
Eu152-g3	344,27	1,013E-3	1,23%	1,002E-3	1,0E-5	9,981E-4	1,5E-5
Eu152-g4	411,11	8,288E-4	1,47%	8,223E-4	6,5E-6	8,310E-4	-2,2E-6
Eu152-g5	778,90	4,305E-4	1,15%	4,298E-4	7,1E-7	4,237E-4	6,8E-6
Eu152-g6	964,13	3,546E-4	1,10%	3,518E-4	2,9E-6	3,483E-4	6,3E-6
Eu152-g7	1112,11	3,022E-4	1,13%	3,073E-4	-5,1E-6	3,033E-4	-1,1E-6
Eu152-g8	1408,00	2,466E-4	1,09%	2,440E-4	2,6E-6	2,447E-4	1,9E-6
Co60-g1	1173,24	2,816E-4	3,12%	2,919E-4	-1,0E-5	2,828E-4	-1,2E-6
Co60-g2	1332,50	2,518E-4	3,12%	2,578E-4	-5,9E-6	2,522E-4	-3,9E-7
Cs137-g1	661,66	4,958E-4	3,03%	5,024E-4	-6,7E-6	4,953E-4	4,4E-7
Ba133-g2	276,40	1,261E-3	3,09%	1,283E-3	-2,2E-5	1,263E-3	-1,3E-6
Ba133-g3	302,85	1,146E-3	3,04%	1,158E-3	-1,3E-5	1,146E-3	-6,2E-8
Ba133-g4	356,02	9,566E-4	3,02%	9,652E-4	-8,7E-6	9,558E-4	7,9E-7
Ba133-g5	383,85	8,775E-4	3,08%	8,872E-4	-9,7E-6	8,819E-4	-4,4E-6
Mn56-g1	1810,73	1,866E-4	1,60%	1,881E-4	-1,5E-6	1,920E-4	-5,4E-6
Mn56-g2	2113,09	1,617E-4	2,25%	1,596E-4	2,1E-6	1,656E-4	-3,8E-6
Na24-g1	1368,63	2,478E-4	0,39%	2,510E-4	-3,2E-6	2,506E-4	-2,8E-6
Na24-g2	2754,01	1,232E-4	0,41%	1,219E-4	1,3E-6	1,216E-4	1,6E-6
Suma Cuadrática de Errores				SCE	1,5E-9	SCE	1,8E-9

Tabla 3: Eficiencias absolutas y ajuste de los datos experimentales con cálculo manual e Hypermet-PC

La **Figura 10** muestra la función de interpolación de la eficiencia absoluta hallada con HYPC. Los coeficientes mostrados son los correspondientes a los polinomios ortonormales

citados en la referencia [10]. Esta función se evalúa internamente para la corrección de eficiencia.

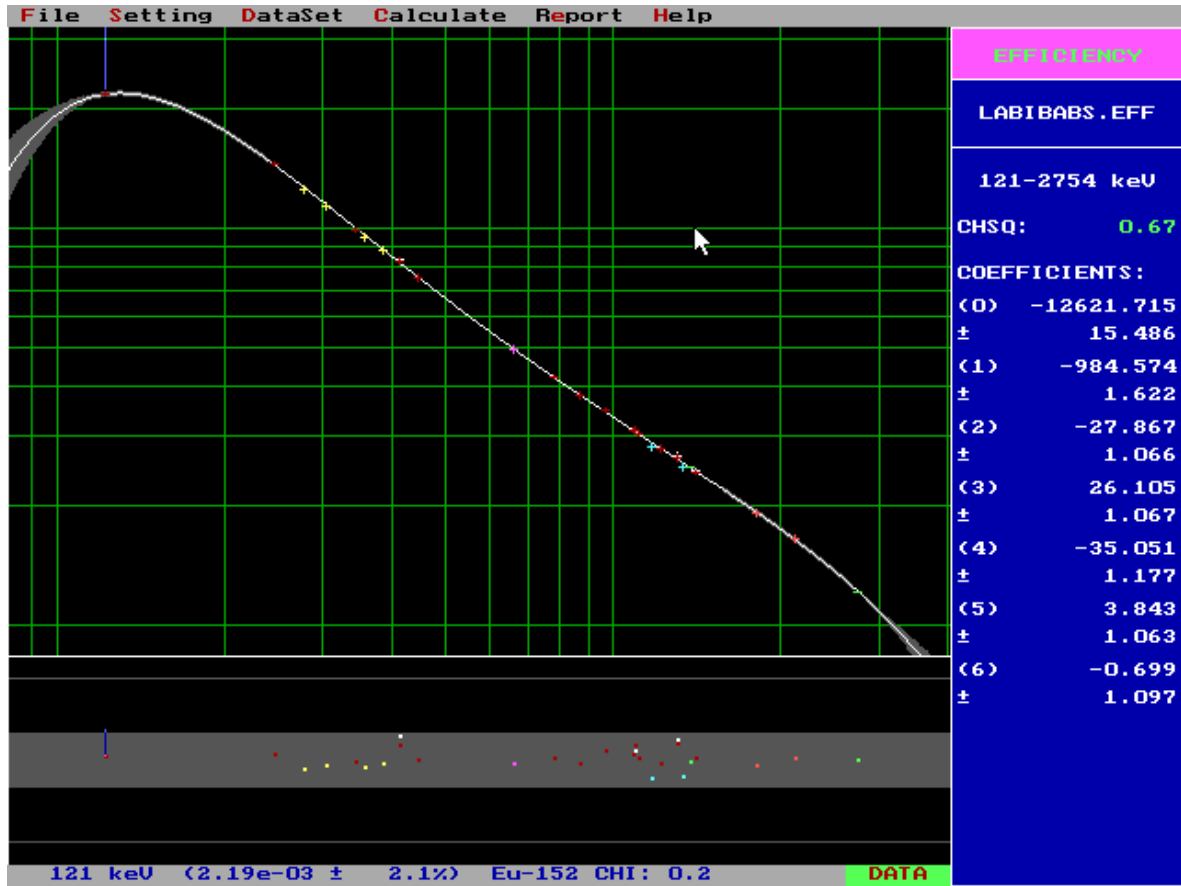


Figura 10: Eficiencia absoluta versus energía en escala log-log del espectrómetro gama, determinada con *Hypermet-PC*

En la **Figura 11**, se grafica los desvíos relativos de los errores, se observa que para ambos ajustes los errores son $\pm 2\%$ (3σ). El ajuste con Hypermet-PC tiene mayor cantidad de puntos con errores cercanos a cero, y con cálculo manual los puntos para ajustar tiene una distribución equis-espaciada, es decir, los residuos positivos y negativos son aproximadamente iguales. En base a lo descrito hasta este punto ambas metodologías son consistentes.

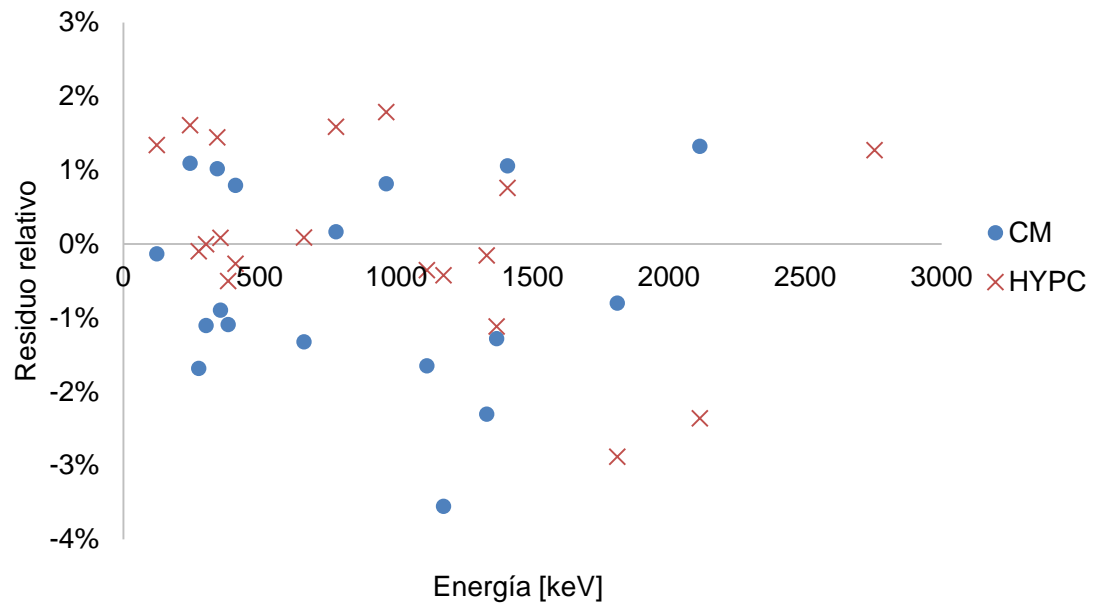



Figura 11: Gráfica de los residuos relativos de los ajustes de ambas líneas de cálculo

4. Conclusiones

El programa computacional *Hypermet-PC* es una herramienta que puede utilizarse para calibrar en energía y eficiencia absoluta espectrómetros gama que se utilizan en activación neutrónica, especialmente en PGNAA de forma exacta y rápida. Tiene la ventaja que realiza la calibración automáticamente con poca intervención de usuario, a diferencia que el método manual para calibrar el espectrómetro es necesario utilizar diferentes programas computacionales para hacer todo lo que hace *Hypermet-PC*.

Se ha demostrado que las diferencias en los resultados obtenidos con *Hypermet-PC* son insignificante comparados con los resultados del cálculo manual, pero en términos prácticos se tienen la ventaja de requerir mucho menos tiempos para realizar la calibración que realizar con el método manual.

A. Anexo: Certificados de las fuentes de calibración



Eckert & Ziegler
Isotope Products

24937 Avenue Tibbitts
Valencia, California 91355

Tel 661-309-1010
Fax 661-257-8303

CERTIFICATE OF CALIBRATION MULTI NUCLIDE STANDARD SOURCE

Customer:	MOLLENDO EQUIPMENT CO., INC.	Source No.:	1560-94-2	
P.O. No.:	156/ENE	Reference Date:	1-Mar-12	12:00 PST
Catalog No.:	GF-ML	Contained Radioactivity:	2.925 μ Ci	108.2 kBq

Physical Description:


A. Capsule type:	M (25.4 mm OD x 3.18 mm THK)
B. Nature of active deposit:	Evaporated metallic salts
C. Active diameter/volume:	3 mm
D. Backing:	9.23 mg/cm ² kapton
E. Cover:	0.254 mm aluminized mylar

Gamma-Ray Energy (keV)	Nuclide	Half-life	Branching Ratio (%)	Activity (μ Ci)	Gammas per second	Total Uncert.
662	Cs-137	30.17 \pm 0.16 years	85.1	0.1943	6118	3.0 %
898	Y-88	106.630 \pm 0.025 days	94.0	0.4498	15640	3.0 %
1173	Co-60	5.272 \pm 0.001 years	99.86	0.2389	8827	3.0 %
1333	Co-60	5.272 \pm 0.001 years	99.98	0.2389	8838	3.0 %

Method of Calibration:
This source was assayed using gamma ray spectrometry.

Notes:

- See reverse side for leak test(s) performed on this source.
- EZIP participates in a NIST measurement assurance program to establish and maintain implicit traceability for a number of nuclides, based on the blind assay (and later NIST certification) of Standard Reference Materials (as in NRC Regulatory Guide 4.15).
- Nuclear data was taken from IAEA-TECDOC-619, 1991.
- Overall uncertainty is calculated at the 99% confidence level.
- This source has a working life of 1 year.


Quality Control

21-Mar-12
Date

EZIP Ref. No.: 1560-94

Medical Imaging Laboratory

24937 Avenue Tibbitts Valencia, California 91355

ISO 9001 CERTIFIED

Industrial Gauging Laboratory

1800 North Keystone Street Burbank, California 91504

Figura 12: Certificado de calibración de las fuentes ¹³⁷Cs y ⁶⁰Co de la marca E&Z

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY
 Division of Research and Laboratories
 Laboratory
 Electronics and Measurement Section

Vienna, 1982-01-01

SET OF 8 CALIBRATED GAMMA-EMITTING SOURCES
 (EMS-A2)

C E R T I F I C A T E

(A) Activities

The 8 sources constituting the

SET No.: ...006...

have the activities stated in the table below within the uncertainty limits there quoted.

The reference time is

1 January 1982, 00.00 Universal time

Nuclide	Activity kBq	Statistical error % +)	Systematic error %	Rounded overall uncertainty of the activity % ++)
²⁴¹ Am	370.6	± 0.3	± 0.7	± 1.0
⁵⁷ Co	534.9	± 0.3	± 0.4	± 1.0
²² Na	458.2	± 0.3	± 0.6	± 1.0
¹³⁷ Cs	411.0	± 0.3	± 0.6	± 1.0
⁵⁴ Mn	403.7	± 0.3	± 0.5	± 1.0
⁶⁰ Co	346.0	± 0.3	± 0.4	± 1.0
¹³³ Ba	416.7	± 0.3	± 1.2	± 1.5
¹⁵² Eu	400.7	± 0.3	± 1.6	± 2.0

+) Confidence level: 99%

++) (Rounded) sum of statistical and systematic errors.

Figura 13: Certificado de calibración de la fuente ¹⁵²Eu marca IAEA

Cesio 137 (¹³⁷Cs)				
Fuente	Fecha Cal.	A0 [Bq]	δ (A0)	A [Bq]
EZ	15-4-12 0:00	370400	3,0%	333236
Lambda [s ⁻¹]	7,32E-10	4,88E-12	30,02	años
		Energía [keV]	Rendimiento	δ Rendimiento
	Cs137-g1	661,7	0,8508	0,0020

Tabla 4: Información de la fuente de calibración de ¹³⁷Cs

Cobalto 60 (⁶⁰Co)				
Fuente	Fecha Cal.	A0 [Bq]	δ A0	A [Bq]
E&Z	15-4-12 0:00	363400	3,1%	199094
Lambda [s ⁻¹]	4,17x10 ⁻⁹	3,95x10 ⁻¹³	5,27	años
		Energía [keV]	Rendimiento	δ Rendimiento
	Co60-g1	1173,2	0,9990	0,0002
	Co60-g2	1332,5	0,9998	0,0000

Tabla 5: Información de la fuente de calibración de ⁶⁰Co

Bario 133 (¹³³Ba)				
Fuente	Fecha Cal.	A0 [Bq]	δ A0	A [Bq]
EZ	15-4-12 0:00	378100	3,0%	279623
Lambda [s ⁻¹]	2,09E-09	2,59E-11	10,52	años
		Energía [keV]	Rendimiento	δ Rendimiento
	Ba133-g2	276,4	0,0716	0,0002
	Ba133-g3	302,9	0,1833	0,0006
	Ba133-g4	356,0	0,6205	0,0019
	Ba133-g5	383,9	0,0894	0,0003

Tabla 6: Información de la fuente de calibración de ¹³³Ba

Europio 152 (^{152}Eu)					
Fuente	Fecha Cal.	A0 [Bq]	δ A0	A [Bq]	
IAEA	01-01-82 00:00	400700	1,00%	66011	
Lambda [s $^{-1}$]	1,64E-09	4,92E-12	13,41 años		
		Energía [keV]	Rendimiento	δ Rendimiento	
		Eu152-g1	121,8	0,2840	0,0023
		Eu152-g2	244,7	0,0751	0,0007
		Eu152-g3	344,3	0,2658	0,0019
		Eu152-g4	411,1	0,0223	0,0002
		Eu152-g5	778,9	0,1296	0,0007
		Eu152-g6	964,1	0,1462	0,0006
		Eu152-g7	1112,1	0,1354	0,0006
		Eu152-g8	1408,0	0,2085	0,0008

Tabla 7: Información de la fuente de calibración de ^{152}Eu

Radionucleido	Energía [keV]	Cuentas	δ Cuentas
Eu152-g1	121,78	3377819	2079
Eu152-g2	244,70	594351	963
Eu152-g3	344,27	1439392	1301
Eu152-g4	411,11	98836	506
Eu152-g5	778,90	298375	663
Eu152-g6	964,13	277262	611
Eu152-g7	1112,11	218843	568
Eu152-g8	1408,00	274910	545
Co60-g1	1173,24	93592	324
Co60-g2	1332,50	83780	294
Cs137-g1	661,66	98342	317
Ba133-g2	276,40	32296	219
Ba133-g3	302,85	75054	303
Ba133-g4	356,02	212137	470
Ba133-g5	383,85	28038	174
Mn56-g1	846,76	430063	679
Mn56-g2	1810,73	54558	254
Mn56-g3	2113,09	24964	166
Mn56-g4	2523,06	1369	46
Na24-g1	1368,63	825185	949
Na24-g2	2754,01	404313	649

Tabla 8: Número de cuentas e incerteza de los picos medidos de las fuentes

Manganeso ⁵⁶Mn			
Fuente	Fecha Cal.	A0 [Bq]	δ A0
Hojuela activada	11/11/2016	123000	0,38%
Lambda [s ⁻¹]	7,43688E-5		2,59 horas
		Energía [keV]	Rendimiento
		δ Rendimiento	
	Mn56-g1	846,764	0,9885
	Mn56-g2	1810,726	0,269
	Mn56-g3	2113,092	0,142
			0,003

Tabla 9: Información de la fuente de calibración de ⁵⁶Mn

Sodio 24 (²⁴Na)			
Fuente	Fecha Cal.	A0 [Bq]	δ A0
Hojuela activada	11/11/2016	92175,22	0,38%
Lambda [s ⁻¹]	1,28386E-5		15,00 horas
		Energía [keV]	Rendimiento
		δ Rendimiento	
	Na24-g1	1.368,626	0,999936
	Na24-g2	2754,007	0,99855
	Na24-g3	3866,22	0,000074
			0,000003

Tabla 10: Información de la fuente de calibración de ²⁴Na

¹⁵² Eu	Fecha de medición	08/11/2016
	TR [s]	82128,3
	Tv [s]	80983,8
⁶⁰ Co	Fecha de medición	08/11/2016
	TR [s]	1727,2
	Tv [s]	1669,5
¹³⁷ Cs	Fecha de medición	08/11/2016
	TR [s]	720,5
	Tv [s]	699,5
¹³³ Ba	Fecha de medición	12/11/2016
	TR [s]	1330,9
	Tv [s]	1278,4
⁵⁶ Mn	Fecha de medición	09/11/2016 16:39
	TR [s]	14792,4
	Tv [s]	14603,7
²⁴ Na	Fecha de medición	09/11/2016 20:50
	TR[s]	48555,7
	Tv [s]	47911

Tabla 11: Fechas medición y tiempos de adquisición

Bibliografía

- [1] F. A. Sánchez, “La facilidad de Análisis por Rayos Gama Instantáneos de Activación Neutrónica (PGNAA) del reactor RA-6: descripción, operación y capacidad analítica.,” Bariloche, Argentina, 2004.
- [2] G. Gilmore and J. Hemingway, *Practical Gamma-ray Spectrometry*, 2nd Editio. John waley & Sons Ltd, 2008.
- [3] G. Molnár, *Handbook Of Prompt Gamma Activition Analysis with Neutron Beams*. 2004.
- [4] G. W. Phillips and K. W. Marlow, “Automatic analysis of gamma-ray spectra from germanium detectors,” *Nucl. INSTRUMENTS METHODS 137*, vol. 137, no. Xc, pp. 525–536, 1976.
- [5] B. Fazekas, Z. Révay, J. Östör, T. Belgya, G. Molnár, and A. Simonits, “A new method for determination of gamma-ray spectrometer non-linearity,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 422, no. 1–3, pp. 469–473, 1999.
- [6] The Institute of Isotopes of the Hungarian Academy of Sciences, “Hypermet PC Software,” 2016. [Online]. Available: http://www.iki.kfki.hu/nuclear/hypc/index_en.shtml.
- [7] J. H. Barrd, W. L. Zijp, and H. Nolthenius, *Nuclear Data Guide for Reactor Neutron Metrology*. 1989.
- [8] Z. Kis *et al.*, “Comparison of efficiency functions for Ge gamma-ray detectors in a wide energy range,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 418, no. 2–3, pp. 374–386, 1998.
- [9] IAEA, “IAEA Publication 1263: Database of Prompt Gamma Rays from Slow Neutron Capture for Elemental Analysis,” 2007.
- [10] G. L. Molnár, Z. Révay, and T. Belgya, “Wide energy range efficiency calibration method for Ge detectors,” *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.*, vol. 489, no. 1–3, pp. 140–159, 2002.