

Результаты полевых испытаний мобильного анализатора, работающего по методу меченых нейтронов

В.Ю. Алексахин^{1,2}, Е.А. Разинков^{1,2},
Ю.Н. Рогов^{1,2},
М.Г. Сапожников^{1,2}, Ю.Н. Копач²,
И.Ф. Ленский², В.Ю. Димитренко³,
А.Н. Есаулко³, Е.А. Полтавских³,
А.В. Баринов³, Р.В. Димитренко³

¹ООО «Диамант», Дубна, Россия

²Объединенный институт ядерных
исследований, Дубна, Россия

³Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Ставропольский
государственный аграрный университет»



Зачем измерять углерод в почве?

Агрохимия:

органический углерод является показателем плодородия почвы

Экология:

связывание углерода в растениях и почвенных системах позволяет смягчить парниковый эффект

Содержание углерода в почве:

Тип почвы		
Песчаные	Заболоченные	Типич. уровень
< 1%	>20%	1-4%

Актуальность темы

- ✓ Стандартный подход к определению элементного состава почвы требует большого и трудоемкого отбора проб, их подготовки и последующего химического анализа.
- ✓ Технология метода меченых нейтронов позволяет проводить элементный анализ почвы в режиме on-line, при движении анализатора по полю.
- ✓ Метод позволяет определять концентрации 25 элементов:
Na, Mg, C, N, O, F, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Zr, Pb, Sn, Bi, Sb

Метод меченых нейтронов - 1

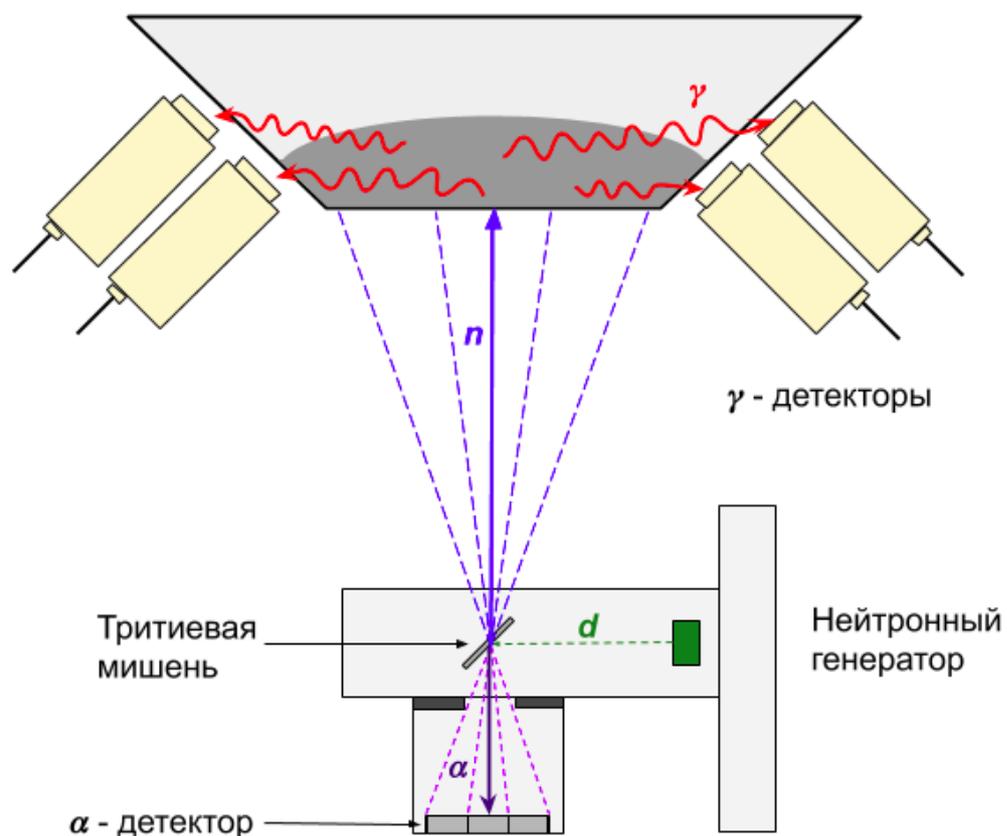
Быстрые нейтроны (14,1 МэВ)

Реакция $d + {}^3\text{H} \rightarrow {}^4\text{He} + n$

Реакция неупругого рассеяния:

$(n, n'\gamma)$

Возможность осуществлять
совпадения между сигналами

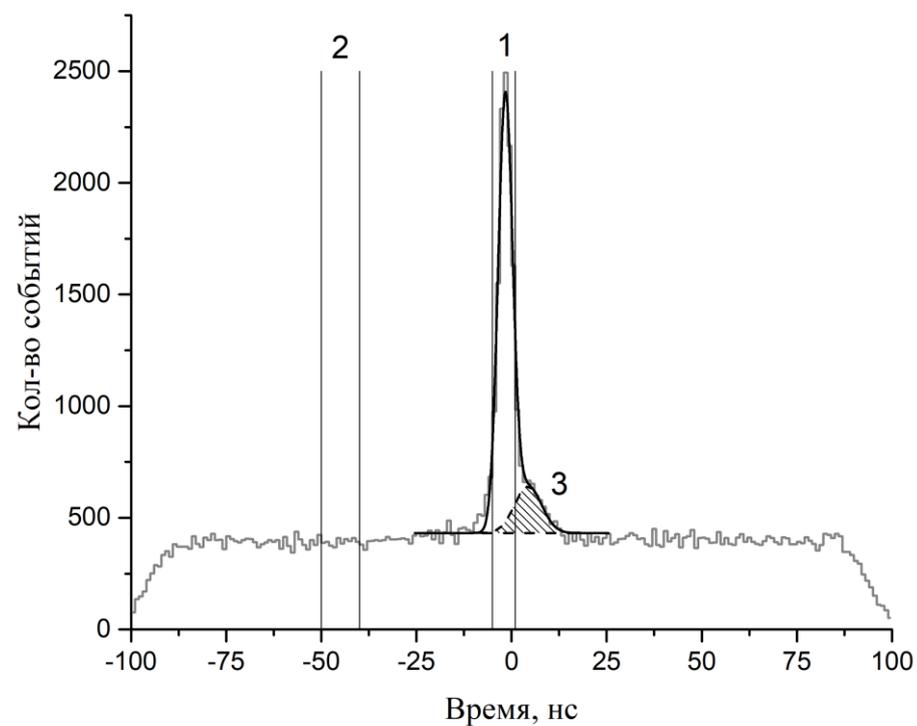
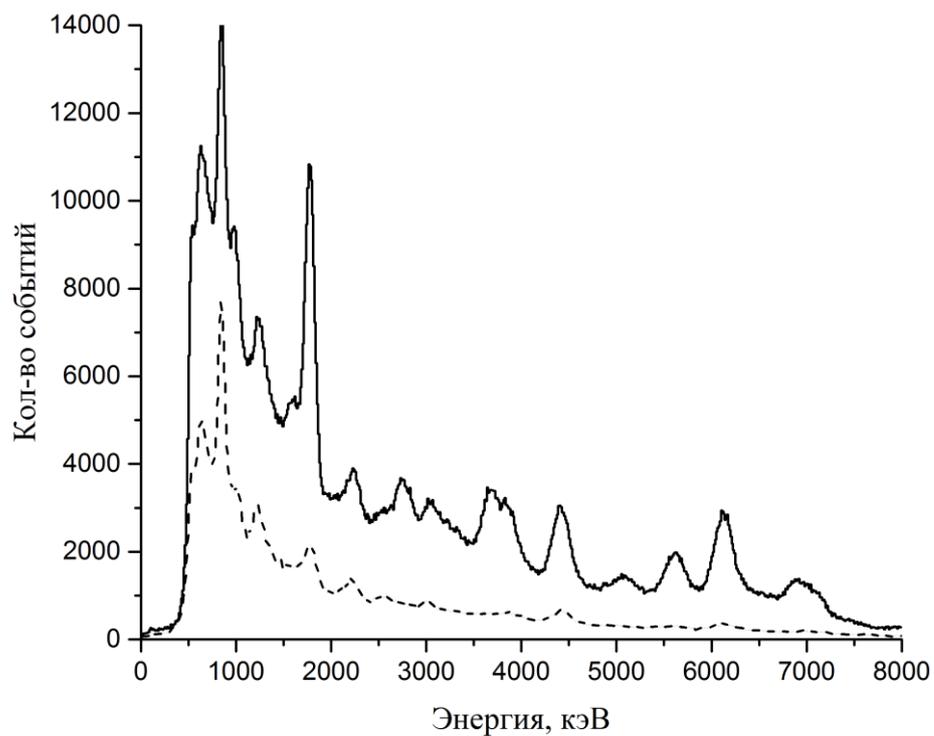


Метод меченых нейтронов - 2

Рассеянные нейтроны (3)

Сплошная линия - сигнал + фон (1)

Пунктирная линия – фон (2)



Временной спектр

Преимущества ММН

- ✓ Большая проникающая способность. Нейтроны -14 МэВ, γ -кванты 1-7 МэВ. Глубинность – 30 см почвы.
- ✓ Хорошая чувствительность к легким элементам – С, N, O, P, Na, K
- ✓ Отсутствие пробоподготовки.
- ✓ Возможность получения результатов в режиме on-line (53 га за 5,5 часов)

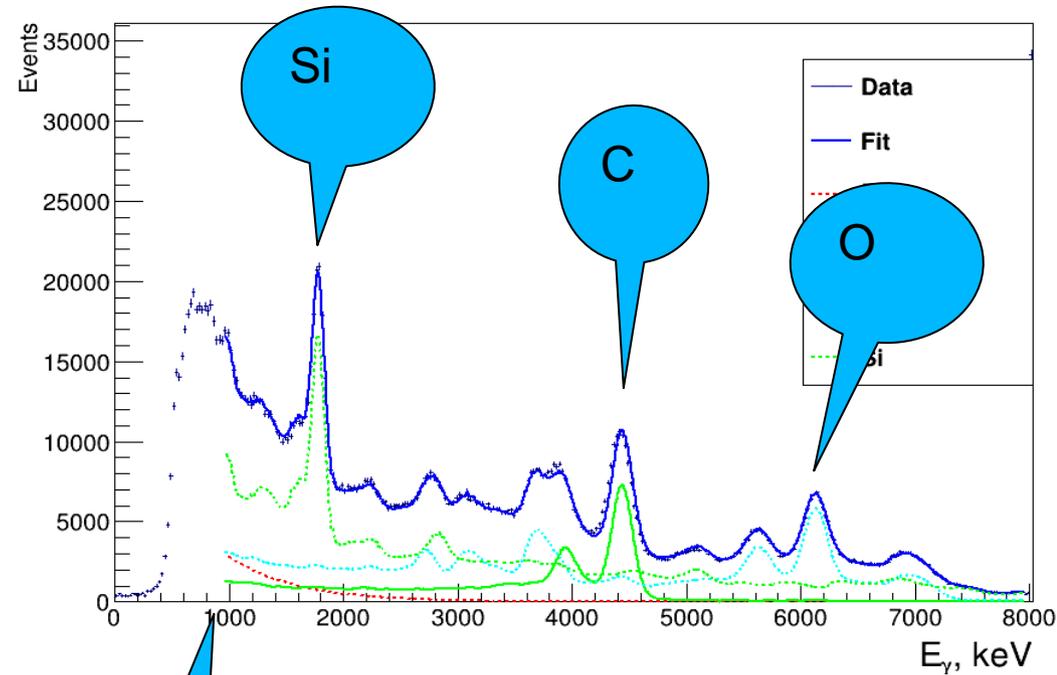
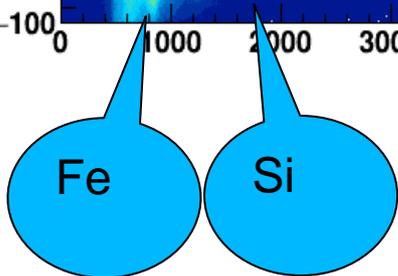
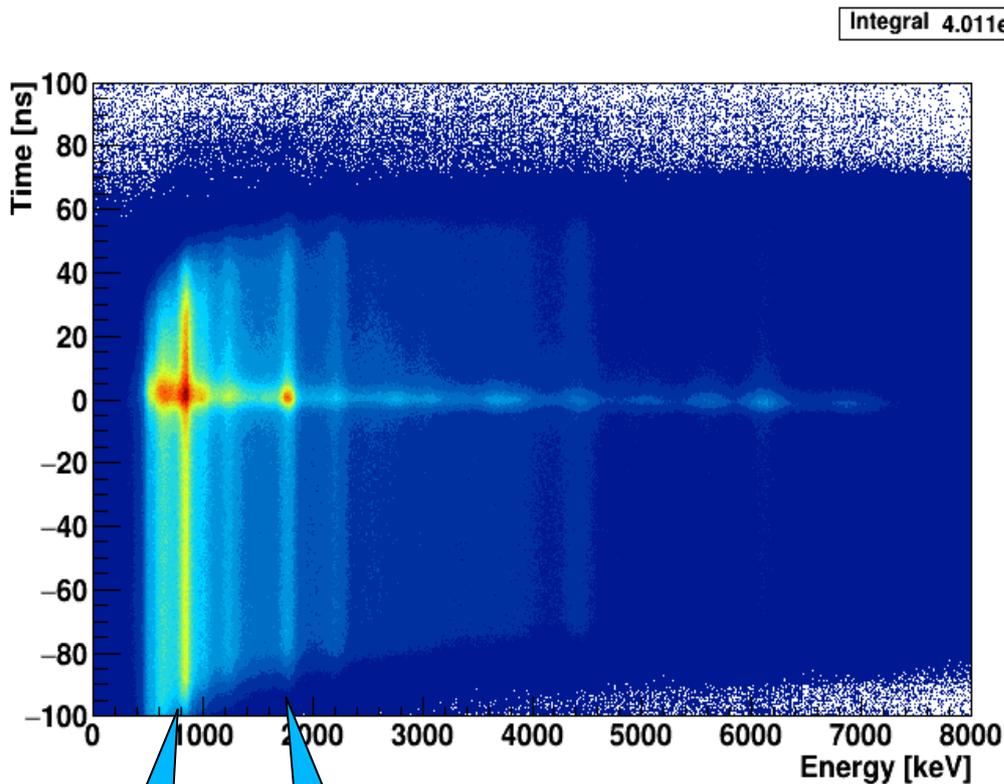
Зачем они это делают?



Fig. 4. Mobile inelastic neutron scattering system background measurements (up to 6.7 m above the ground).

Yakubova G., Wielopolski L., Kavetskiy A., Torbert A., Prior S. Field Testing a Mobile Inelastic Neutron Scattering System to Measure Soil Carbon // Soil Science. 2014. V. 179. P. 529

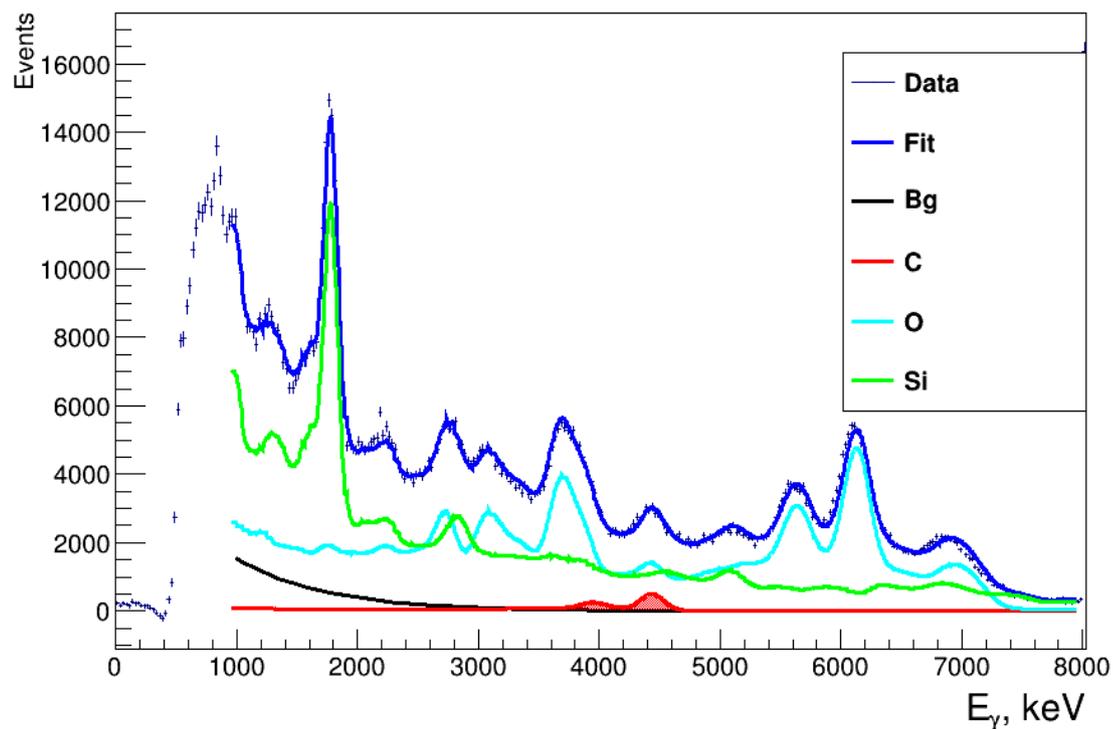
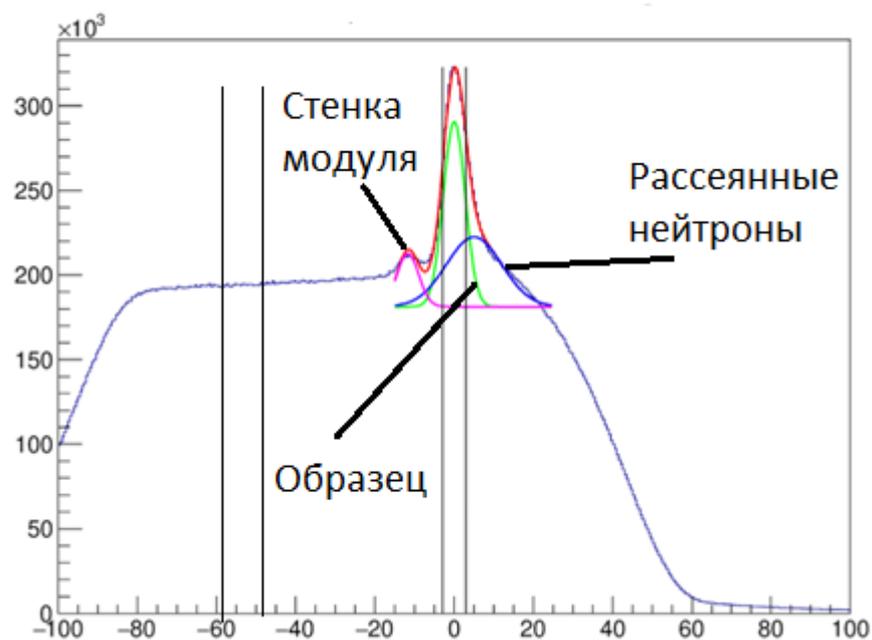
Time/Energy distribution



Нет фонового пика железа в спектре образца

Спектр пробы

Временное и энергетическое распределения, результат фита на примере пробы 1



Описание спектра пробы

Энергетический спектр гамма-квантов от облучения образца быстрыми нейтронами с энергией примерно 14 МэВ представляется в виде суммы спектров отдельных гамма-линий, спектров континуума и спектра фона:

$$F(E) = \sum_j N_j \left(\sum_{i=1}^{i=n_j} \sigma_{ij}(E) P_{ij}(E) + R_j^{\text{Cont}} F_j^{\text{Cont}}(E) \right) + BG(E)$$

где N_j – параметр, определяющий содержание элемента j в образце, причем данный параметр пропорционален числу атомов элемента в образце и является единым для всех гамма-линий i элемента j ;

n_j – количество гамма-линий i у элемента j ;

$\sigma_{ij}(E)$ – сечение рождения гамма-квантов с энергией E , соответствующей гамма-линии i , при взаимодействии нейтрона с элементом j ;

P_{ij} – функция отклика гамма-детектора, соответствующая гамма-линии i элемента j ;

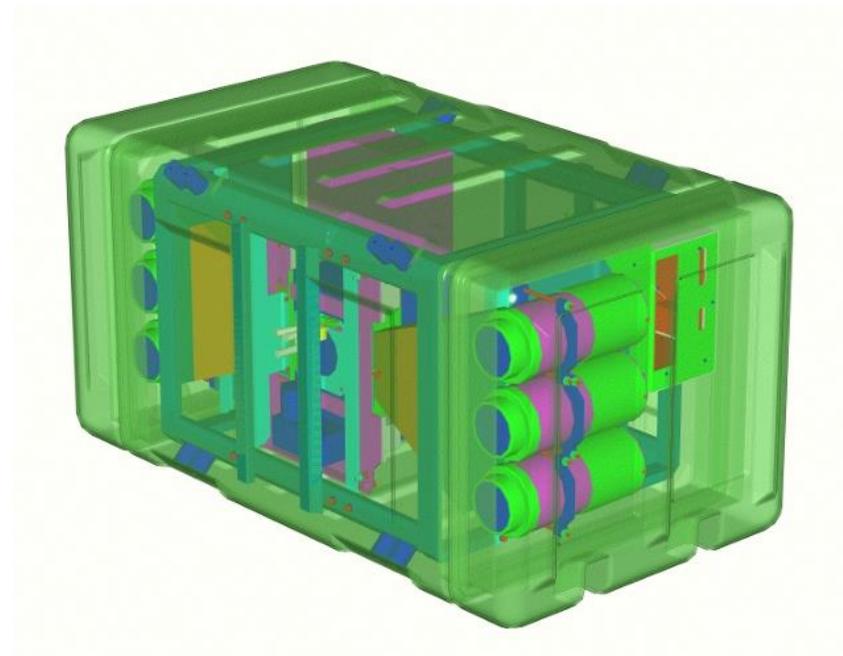
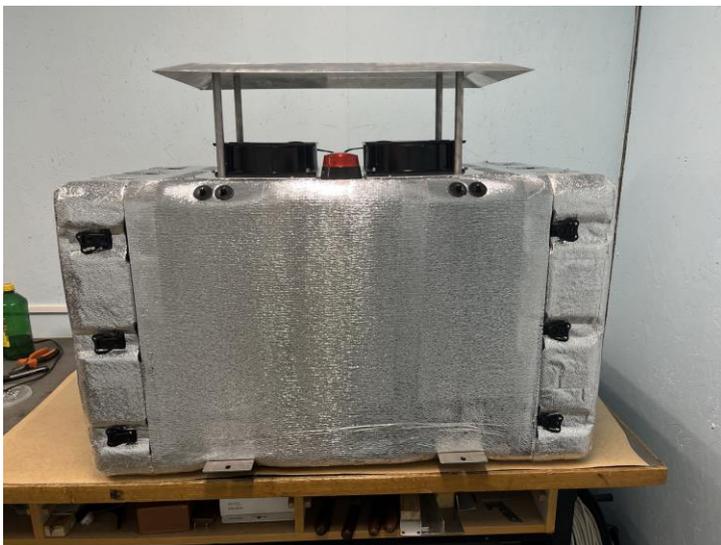
$F_j^{\text{Cont}}(E)$ – амплитуда спектра континуума, который наблюдается при высоких энергиях возбуждения практически для всех ядер, кроме легчайших;

R_j^{Cont} – нормировочный коэффициент для спектра континуума;

$BG(E) = A \cdot \exp^{-BE}$ – функция фона,

A и B – параметры подгонки.

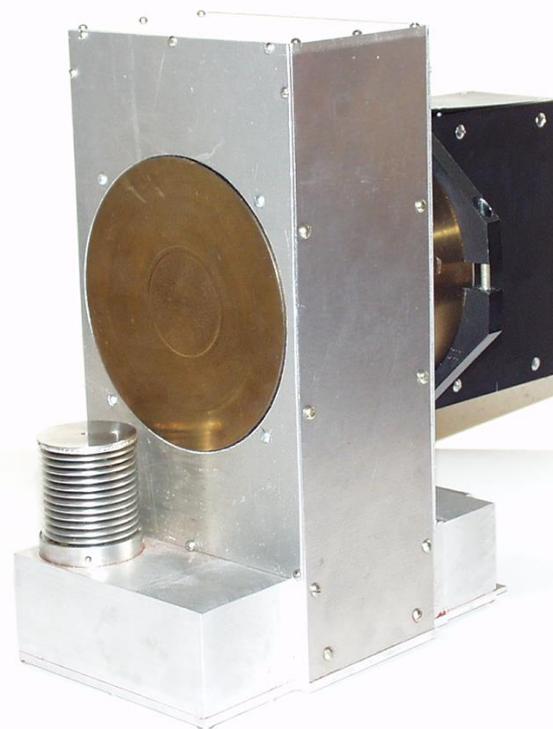
Нейтронный Анализатор Почвы (НАП)



- ✓ Портативный нейтронный генератор ИНГ-27.
- ✓ Кремниевый α -детектор - матрица 3x3 с размером пикселя 10x10 мм, на расстоянии 62 мм от тритиевой мишени.
- ✓ Система из 6 γ -детекторов на основе кристаллов BGO (диаметром 76 мм и толщиной 65 мм).

Нейтронный генератор

- Нейтронный генератор ИНГ-27 производства ФГУП ВНИИА им. Н.Л.Духова
- $I = 5 \times 10^7 \text{ с}^{-1}$
- Масса – 8 кг
- Высота – 300 мм
- Альфа-детектор - матрица 3x3 (10x10 мм)



Гамма-детекторы

- Тип сцинтиллятора ВGO
- Размер сцинтиллятора 76x65 мм
- Регистрируемые энергии 0,5-11 МэВ
- Рабочий диапазон температур от +5 до +50°
- Масса 3,4 кг
- Габаритные размеры 89x265 мм
- Фотоэлектронный умножитель R6233 фирмы Hamamatsu

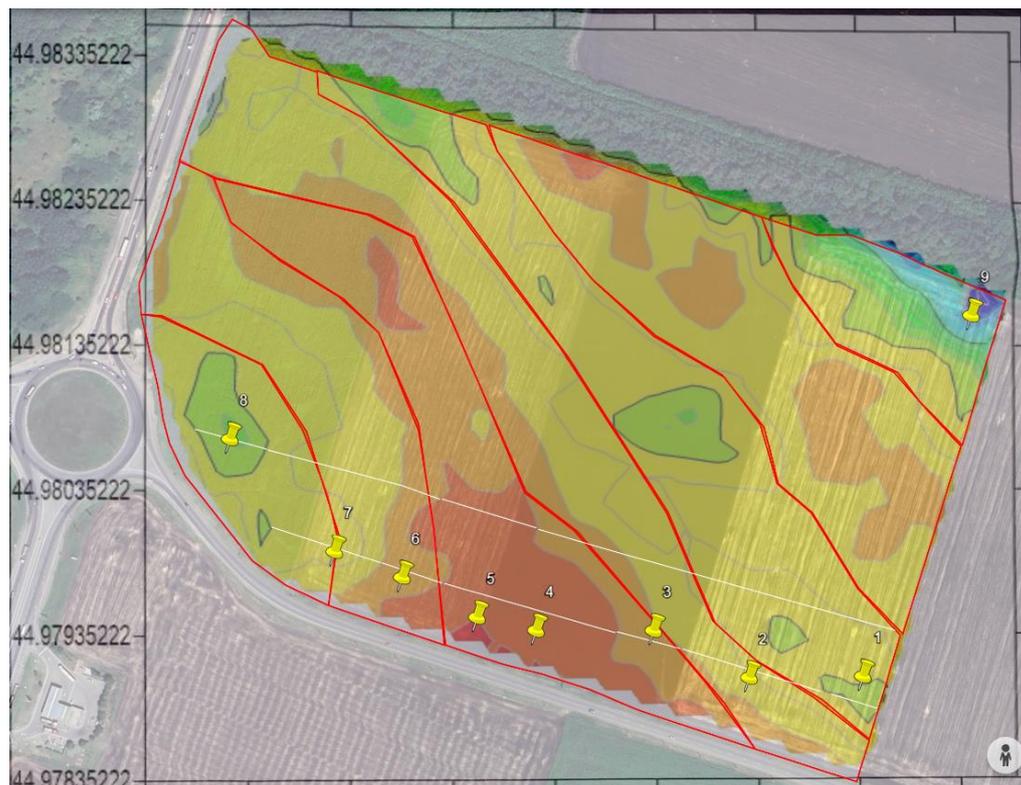


Проведение измерений



- Нейтронный модуль НАП для измерений в выбранной точке буксировался мини-трактором.
- Расстояние от стенки модуля до поверхности земли при измерении составляло 40 см.
- Для проверки работоспособности НАП использовались 4 углеродные пластины
- Измерение в динамике было проведено в течение 12 минут.

Проведение измерений-2



- Учебно-опытное хозяйство ФГБОУ ВО Ставропольского государственного аграрного университета.
- Для измерений выбрано 9 точек, в которых зарегистрировано разное электрическое сопротивление почвы – разный элементный состав.
- В каждой точке отбиралось 3 пробы, на глубине 0-10, 10-20, 20-30 см.
- Время измерения: 30 мин.

Измерения проб – анализ

- Химический анализ проб был проведен

по ГОСТ 26213-2021

«ПОЧВЫ. Методы определения органического вещества»

- С помощью детектора VELP

: очищение -> сжигание -> элементарные соединения

<https://www.velp.com/ru-ww/cn-802-carbonnitrogen-analyzer.aspx>

Зависимость от глубины

Проба	Глубина, см	VELP, %	VELPerr, %
1	10	5,20	0,14
1	20	4,43	0,12
1	30	4,58	0,12
5	10	4,76	0,12
5	20	4,63	0,12
5	30	4,85	0,13
7	10	4,48	0,12
7	20	5,23	0,14
7	30	4,65	0,12

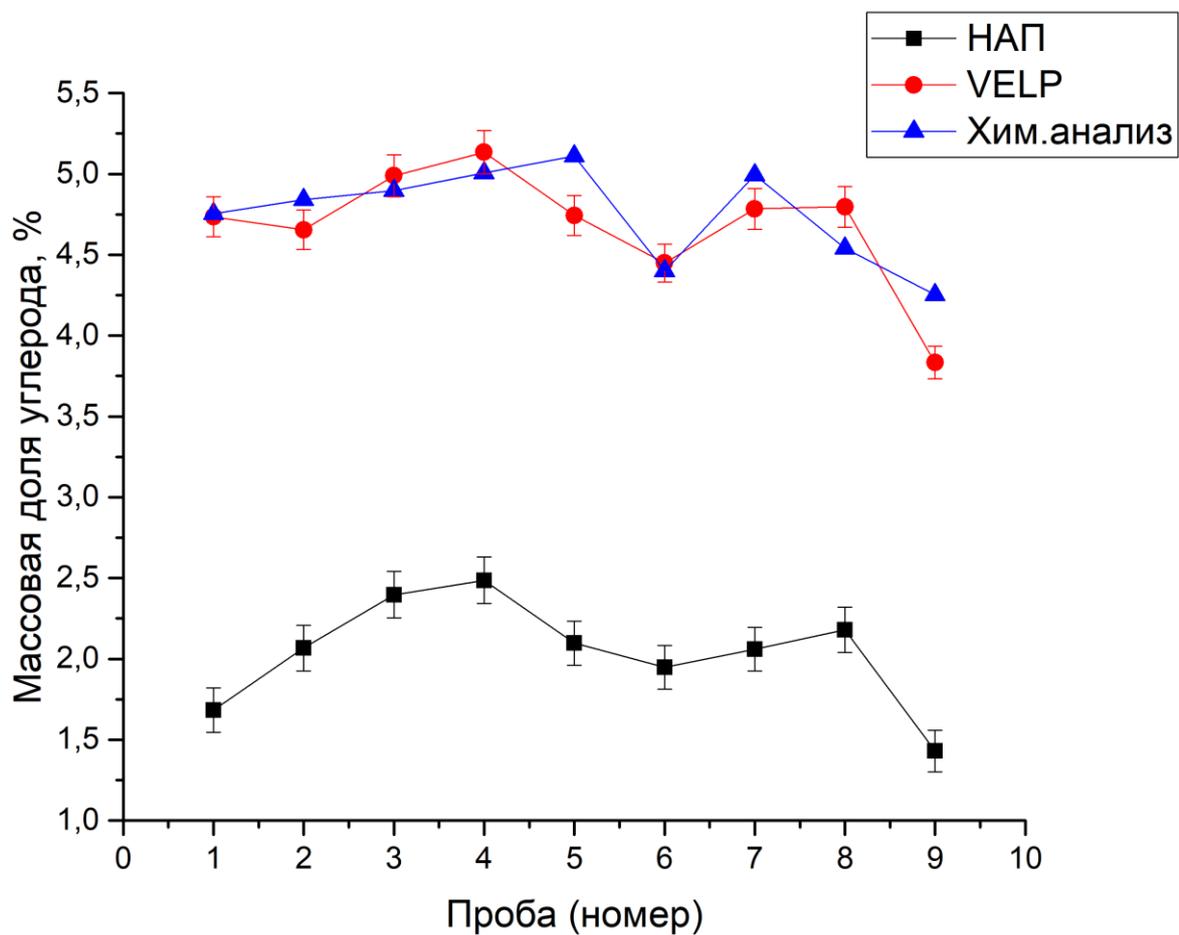
Нет зависимости от глубины – специфика полигона.

Сопоставление результатов

Проба	НАП, %	НАПerr, %	VELP, %	VELPerr, %	Хим.анализ, %
1	1,68	0,14	4,74	0,12	4,75
2	2,07	0,14	4,66	0,12	4,84
3	2,40	0,14	4,99	0,13	4,90
4	2,49	0,14	5,14	0,13	5,01
5	2,10	0,14	4,74	0,12	5,11
6	1,95	0,14	4,45	0,12	4,40
7	2,06	0,13	4,78	0,13	4,99
8	2,18	0,14	4,80	0,13	4,54
9	1,43	0,13	3,83	0,10	4,25

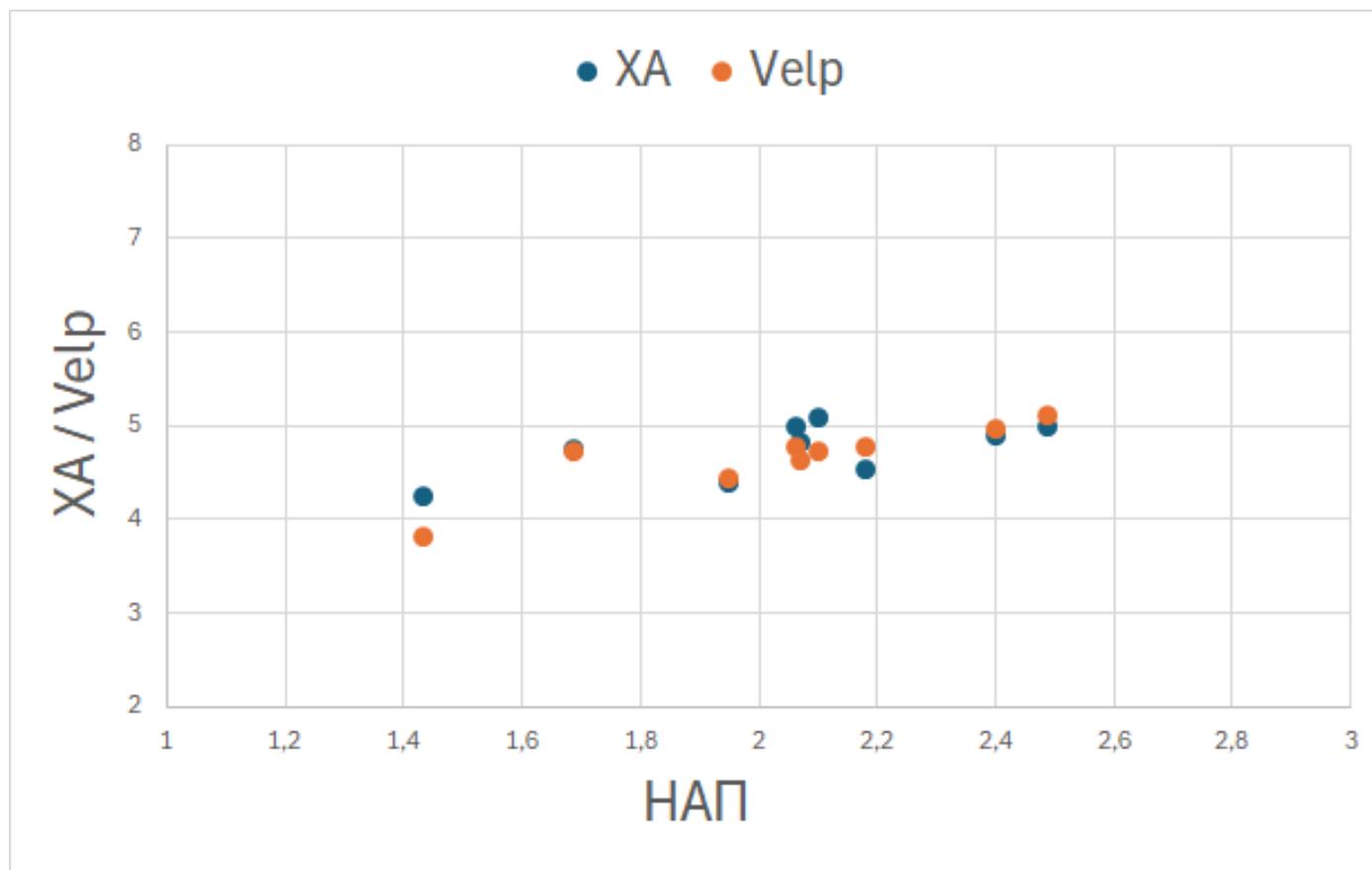
НАП и VELP ошибки сравнимы, НАП – кг, VELP – г (навеска).

Сопоставление результатов - 2



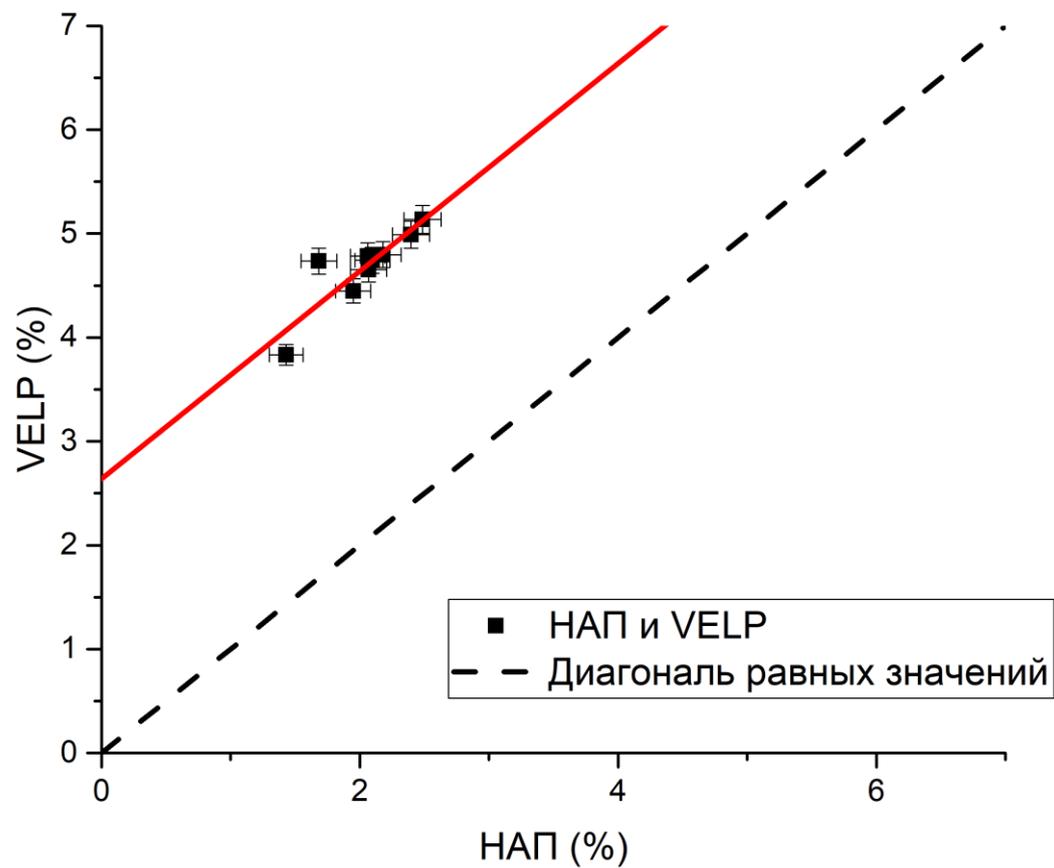
- Данные НАП – без градуировки.

Сопоставление результатов - 3



- Корреляция с VELP $r=0,88$.
- Корреляция с хим.анализом $r=0,69$.

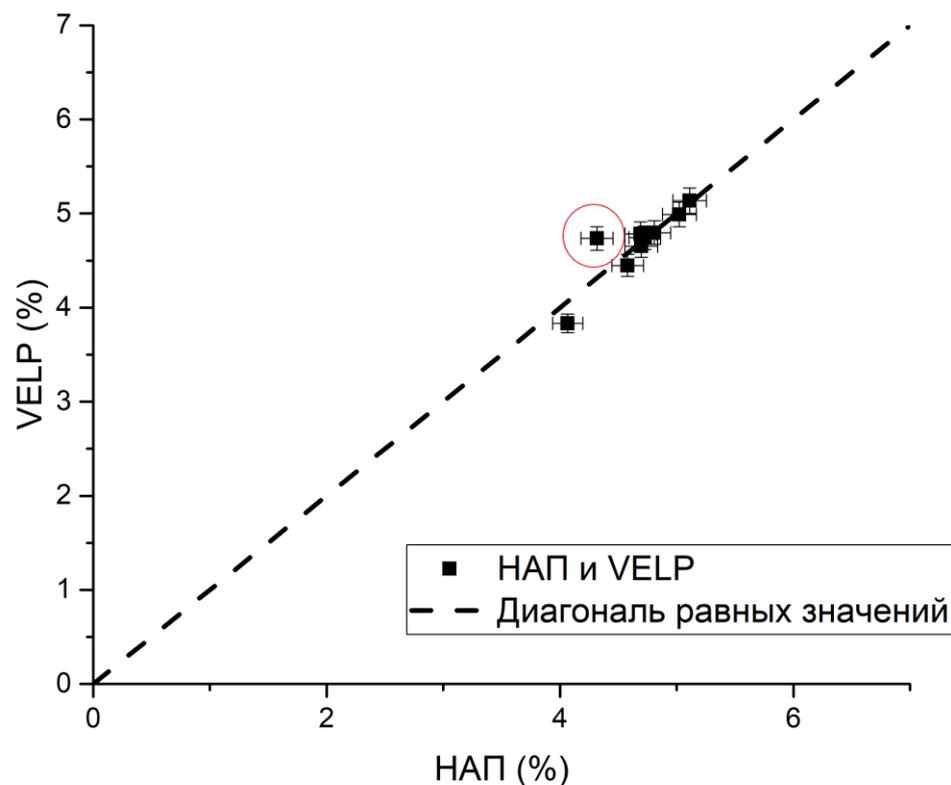
Сходимость с VELP



$$C_{grad} = A * C_{raw} + B,$$

$$A = 1,07 \pm 0,20, B = 2,49 \pm 0,40$$

Сходимость с VELP



$$СКО_{абс} = \sqrt{\frac{\sum_i (XA_i - X_i^{corr})^2}{n}}$$

$$СКО_{отн} = 100\% \times СКО_{отн} / X_{cp}$$

Без 1 точки:

СКО_{абс} = 0,10 % (VELP)

СКО_{отн} = 2,19 % (VELP)

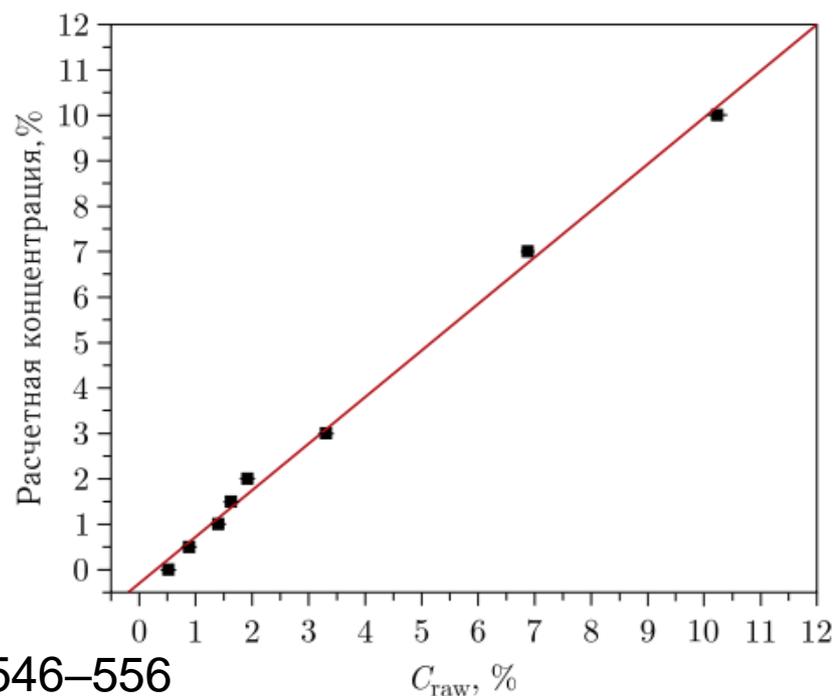
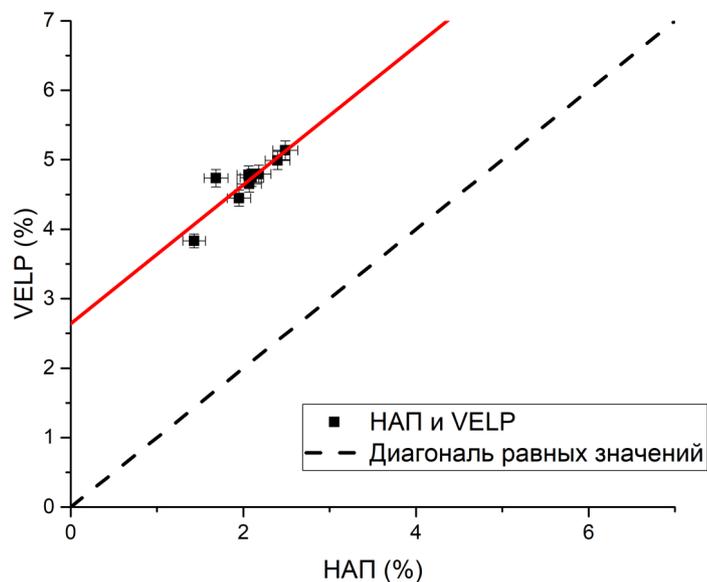
Градуировки

$$C_{grad} = A * C_{raw} + B,$$

$$A = 1,07 \pm 0,20, B = 2,49 \pm 0,40 \text{ (VELP)}$$

$$A = 1,03 \pm 0,03; B = -0,31 \pm 0,12 \text{ (СОП)*}$$

СОПы (сахар+силикатный песок, 30 кг)



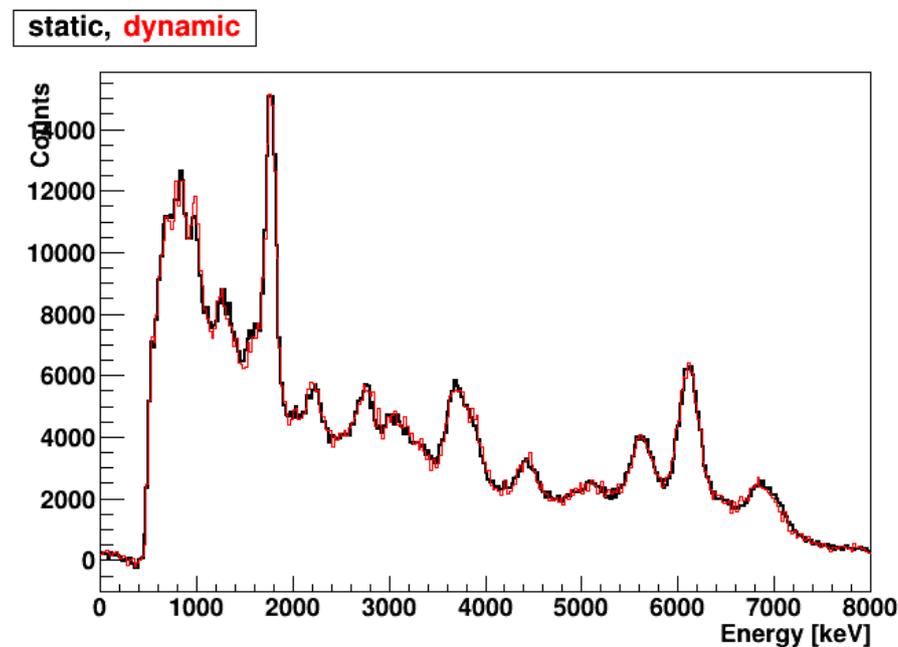
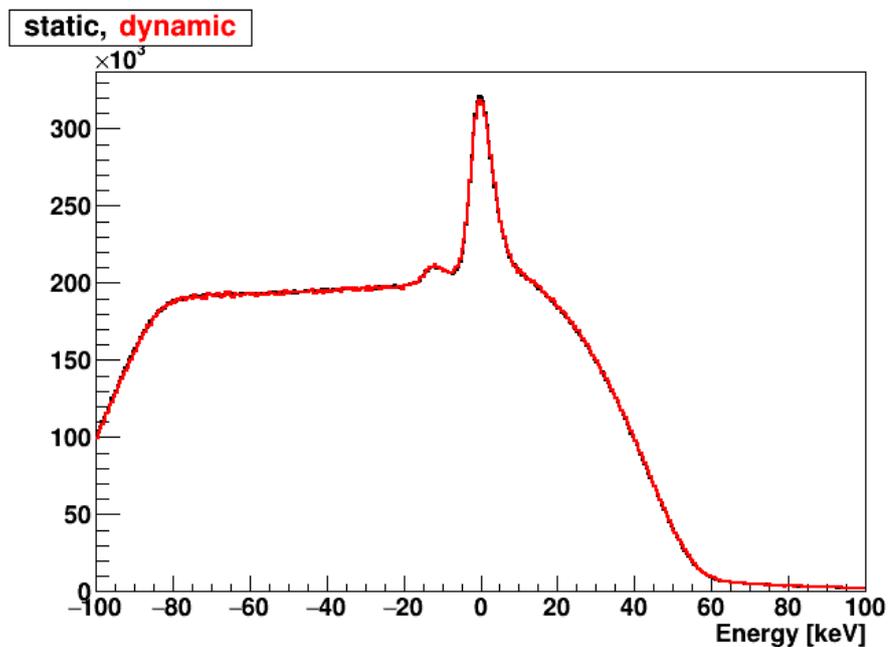
* - Письма в ЭЧАЯ. 2022. Т. 19, № 6(245). С. 546–556

Результаты измерений при движении модуля

Временное и энергетическое распределения –

сравнение статики (черные линии) и динамики (красные линии)

Время измерения – 12 мин



Выводы

- Проведены полевые испытания НАП. Измерено содержание углерода в пробах почвы учебного хозяйства СпГБУ.
- Выполнено измерение углерода в отобранных пробах двумя методами: ГОСТ 26213-2021 и на детекторе VELP.
- Сравнение результатов НАП и химического анализа продемонстрировало хорошие перспективы определения массовой доли углерода в почве с помощью метода меченых нейтронов.
- Коэффициент корреляции с данными VELP $r = 0,88$, с данными ХА $r = 0,69$.
- Погрешности измерения концентрации углерода (сходимость) - 0,1%
- Результаты измерений массовой концентрации углерода в движении полностью совпали с результатами измерений в статике.
- Градуировка НАП по почве и СОПам несовместимы.