

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 831 850**

51 Int. Cl.:

**G01N 23/222** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.05.2017 E 17401060 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.07.2020 EP 3410104**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones y uso**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**09.06.2021**

73 Titular/es:

**AACHEN INSTITUTE FOR NUCLEAR TRAINING  
GMBH (100.0%)  
Cockerillstraße 100  
52222 Stolberg, DE**

72 Inventor/es:

**HAVENITH, ANDREAS;  
KRYCKI, KAI y  
KETTLER, JOHN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 831 850 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento y dispositivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones y uso

## 5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un procedimiento para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones mediante la irradiación de una muestra con neutrones. Además, la presente invención se refiere a un dispositivo correspondiente, en particular con al menos un detector colimable. Por último, pero no menos importante, la presente invención se refiere también al uso de un módulo de control o de un producto de programa informático para ello. La invención se refiere en particular a un procedimiento y un dispositivo según el preámbulo de la respectiva reivindicación independiente.

## 15 Antecedentes de la invención

En muchos sectores de la industria, el análisis de sustancias o materiales, en particular en lo que respecta a su composición elemental, reviste gran importancia, en particular en lo que respecta a los materiales peligrosos o desechos o materiales reciclados o materias primas o al control de calidad de los productos semiacabados o productos industriales. Uno de los procedimientos de análisis realizados hasta el momento es el denominado análisis multielemento, por medio del cual se determinan los elementos individuales de una muestra sin que sea necesario conocer de antemano la composición exacta de la misma.

El análisis multielemento puede realizarse mediante la activación de neutrones o, por ejemplo, también mediante el análisis de fluorescencia de rayos X o espectrometría de masas. Hasta el momento, el análisis multielemento mediante la activación de neutrones se ha realizado mediante una irradiación según requisitos de tiempo específicos. Se ha demostrado que puede garantizarse un buen valor informativo de los resultados de las mediciones si, en el caso de una irradiación pulsada de neutrones, se evalúa la radiación gamma instantánea después de un determinado intervalo de tiempo, según el tipo de irradiación pulsada. El intervalo de tiempo para la detección de la radiación gamma se inicia después de un tiempo de espera que sigue al final de cada pulso de neutrones y termina antes de que se emita el siguiente pulso de neutrones.

El documento WO 2012/010162 A1 y el documento DE 10 2010 031 844 A1 describen un procedimiento para el análisis elemental no destructivo de muestras de gran volumen con radiación de neutrones y un dispositivo para realizar el procedimiento. En el procedimiento, la muestra se irradia de manera pulsada con neutrones rápidos, por lo que la radiación gamma proporcionada/emitada por la muestra se mide después de un cierto intervalo de tiempo tras un pulso de neutrones antes de que se emita un nuevo pulso de neutrones sobre la muestra. La radiación gamma se mide entre los pulsos de neutrones individuales. La cantidad de un elemento contenido en la muestra se evalúa tras restar la señal de fondo generada por la muestra y/o por el sistema de medición a partir de un análisis del contenido de área de un fotopico. El flujo de neutrones se determina en conexión con un recubrimiento metálico de la muestra (monitor de flujo de neutrones). El procedimiento de medición también se basa en la constatación de que la medición puede hacerse posible mediante un proceso de moderación y manteniendo un intervalo de tiempo después de un respectivo pulso de neutrones. La detección en el detector de la radiación gamma inducida, resultante de interacciones inelásticas, puede filtrarse debido al intervalo de tiempo después de un respectivo pulso de neutrones y, por lo tanto, desvanecerse durante la medición. La radiación gamma instantánea se evalúa como radiación gamma.

Los documentos EP 1 882 929 B1 y WO 01/07888 A2 también describen procedimientos en los que se emiten neutrones de manera pulsada sobre la muestra y después de cada pulso se mantiene un intervalo de tiempo hasta que se mide la radiación gamma instantánea emitida por la muestra. En los documentos EP 0 493 545 B1 y DE 10 2007 029 778 B4 por ejemplo también se describen procedimientos comparables. Además, cabe mencionar las siguientes publicaciones, de las que también se conoce, en algunos casos, la irradiación continua y no pulsada de muestras: los documentos US 2012/046867A1, DE 102 15 070A1, DE 12 36 831 B, GB 2 083 212 A.

El objetivo es proporcionar un procedimiento y un dispositivo que faciliten el análisis multielemento de muestras mediante activación de neutrones. Otro objetivo es diseñar un procedimiento y un dispositivo para el análisis multielemento mediante activación de neutrones de tal modo que se obtenga un amplio campo de aplicación. Por último, pero no por ello menos importante, un objetivo es proporcionar un procedimiento no destructivo y lo más flexible posible y un dispositivo correspondiente para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones de alta calidad o con una forma muy fiable y segura de medir y evaluar la radiación gamma emitida, aunque la muestra que se vaya a examinar sea difícil de analizar en lo que respecta a la composición de los elementos y la geometría de la muestra y/o no se desee un muestreo parcial destructivo o influyente de la muestra a examen.

## Sumario de la invención

Al menos uno de estos objetivos se alcanza mediante un procedimiento según la reivindicación 1 así como mediante un dispositivo según la reivindicación del dispositivo independiente. En las respectivas reivindicaciones dependientes

se indican perfeccionamientos ventajosos de la invención. Las características de los ejemplos de realización descritos a continuación pueden combinarse entre sí, siempre que no se indique explícitamente lo contrario.

5 Según la invención se propone que la irradiación de una muestra se produzca de manera no pulsada de forma continua, produciéndose la medición con independencia del tiempo de la irradiación (independientemente del curso temporal de la irradiación), en particular sin intervalos de tiempo determinados por pulsos de neutrones, durante la irradiación, en particular simultáneamente con la irradiación por el mismo periodo de tiempo que la irradiación, en particular de manera continua durante la irradiación.

10 De este modo puede proporcionarse un procedimiento no destructivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones para diferentes tipos de muestras y con una alta flexibilidad metrológica y resultados sólidos, reproducibles y fiables. La muestra se irradia de manera continua con neutrones sin pulsos individuales, por ejemplo, de manera continua por un periodo de tiempo de varios segundos o minutos u horas, pudiendo medirse simultáneamente con la irradiación la radiación gamma proporcionada/emitada por la muestra. A este respecto se ha demostrado que los neutrones pueden generarse en particular mediante un generador configurado para la fusión de deuterones (núcleos de deuterio), en particular con gas deuterio como blanco gaseoso o como sustancia operativa. La presente invención permite la medición y evaluación basándose en una irradiación de energía comparativamente baja por un periodo de tiempo prolongado, con lo que el análisis puede realizarse de manera muy exacta y reproducible.

20 Según el estado de la técnica hasta ahora generalmente se irradiaba de manera pulsada, siendo necesario hasta ahora un tiempo de espera tras un respectivo pulso de neutrones. La longitud del pulso se encontraba hasta ahora habitualmente en el intervalo de diez a varios cientos de microsegundos ( $\mu\text{s}$ ). A diferencia de la irradiación pulsada simultáneamente con la irradiación se mide tanto la radiación gamma instantánea proporcionada/emitada por la muestra como la radiación gamma retardada, permitiendo la resolución energética del detector la subdivisión en radiación gamma instantánea y retardada. A diferencia de la irradiación pulsada no tiene que mantenerse ningún intervalo de tiempo (hasta ahora habitualmente al menos  $5 \mu\text{s}$ ), hasta que pueda producirse la medición/evaluación de la radiación emitida. No es necesario un tiempo de espera para el inicio de la detección de la radiación gamma. Ya no es necesaria una coordinación temporal con el final de un respectivo pulso de neutrones, sino que puede irradiarse y medirse de manera continua. Esto también permite reducir el tiempo de medición para el análisis de las muestras.

25 La medición puede producirse en su totalidad sin intervalos de tiempo, u opcionalmente en parte con intervalos de tiempo. Preferiblemente al menos una parte de la radiación gamma emitida se mide en cualquier caso independientemente del tiempo sin intervalos de tiempo. El procedimiento comprende una moderación de los neutrones rápidos, al menos temporalmente.

30 La medición simultánea de la radiación gamma permite un alto rendimiento del sistema de medición. A este respecto, en un modo de funcionamiento estándar puede medirse radiación gamma tanto instantánea como retardada, centrándose en la radiación gamma instantánea. La medición simultáneamente con la irradiación puede producirse de forma continua, en particular con la misma especificación de tiempo que la irradiación, o a intervalos de tiempo individuales independientemente de las especificaciones de tiempo para la irradiación. Por ejemplo, se produce una irradiación continua, pero opcionalmente una medición sólo a pequeños intervalos. La medición simultáneamente con una irradiación continua tiene como consecuencia que no tienen que considerarse determinados intervalos de tiempo, sino que la medición y evaluación pueden realizarse de una manera muy flexible y que pueden evaluarse ambos tipos de radiación, es decir, la radiación gamma instantánea y retardada. Como particularidad de la presente invención puede destacarse la medición/detección de la radiación gamma independientemente de relaciones temporales en la irradiación con neutrones.

35 Según el estado de la técnica se irradiaba de manera pulsada, siendo necesario hasta ahora un tiempo de espera tras un respectivo pulso de neutrones. La longitud del pulso se encontraba hasta ahora habitualmente en el intervalo de diez a varios cientos de microsegundos ( $\mu\text{s}$ ). Inmediatamente tras un respectivo pulso de neutrones la señal de fondo de los sistemas de medición utilizados hasta ahora era demasiado alta, de modo que la relación señal a ruido (*signal to noise ratio* SNR) directamente tras el pulso de neutrones era demasiado mala para poder evaluar la medición. Por tanto, no era posible detectar un espectro significativo de la radiación gamma. En los procedimientos hasta la fecha a los neutrones se les tenía que permitir un cierto intervalo de tiempo para poder realizar la medición, en particular después de que se emitieran los neutrones. Habitualmente este intervalo de tiempo asciende al menos a  $5 \mu\text{s}$ . En este intervalo de tiempo aumenta la probabilidad de interacciones en la muestra, de modo que tras un cierto tiempo de espera (o tiempo de moderación) tras un respectivo pulso de neutrones podía medirse con una relación señal a ruido SNR lo suficientemente buena. La adquisición de datos se producía de manera escalonada en función de los pulsos de neutrones.

40 Por el contrario, en el caso de la radiación gamma medida y evaluada según el presente procedimiento se trata por un lado de radiación gamma instantánea, que se emite inmediatamente tras una interacción de los neutrones con los núcleos atómicos de la muestra. El periodo de tiempo hasta la emisión asciende con la radiación gamma instantánea aproximadamente a  $10^{\text{exp}-16}$  a  $10^{\text{exp}-12}$  segundos, periodo de tiempo que es tan reducido que puede hablarse de emisión instantánea/inmediata. Con la radiación gamma instantánea no existe un retardo en el tiempo relevante con

respecto a la metrología entre la captura de neutrones y la emisión de la radiación gamma. Por otro lado, también se ve afectada la radiación gamma retardada, que se emite con un retardo en el tiempo según la vida media característica cuando se desintegran los núcleos atómicos activados. La radiación gamma retardada se emite con un retardo en el tiempo desde el núcleo atómico tras la captura de neutrones según la vida media característica del radionucleido formado. En el análisis clásico de activación de neutrones (NAA), la sección transversal para la captura de neutrones y la vida media del radionucleido activado influyen en la radiación emitida. Según la invención, pueden combinarse dos conceptos de medición: el análisis clásico de activación de neutrones (NAA) por un lado, y un NAA por rayos gamma instantáneos por otro lado (PGNAA). A este respecto, basándose en la energía de la radiación gamma (en particular la posición del máximo de un pico) y la resolución energética del detector, puede distinguirse entre la radiación gamma instantánea y la retardada.

Como era de esperar, la mayor ganancia en conocimientos puede lograrse mediante la evaluación de la radiación gamma instantánea. Sin embargo, hay una serie de elementos, como el plomo, que no proporcionan una buena señal instantánea. Por lo tanto, para muchas aplicaciones o muchos tipos de muestras de materiales, es útil evaluar tanto la radiación gamma instantánea como la retardada. Opcionalmente, la irradiación también puede realizarse de forma pulsada, al menos temporalmente, para medir solo la radiación gamma retardada. Opcionalmente, sólo puede medirse la radiación gamma retardada, independientemente del tipo y la forma de irradiación, en particular cuando se analiza el plomo.

La radiación gamma emitida desde la muestra se mide con resolución energética en uno o varios detectores. A partir de aquí se obtiene un espectro gamma medido, en particular según un registro del número de eventos verificados en un detector de rayos gamma en función de la energía. La energía de la radiación gamma se utiliza para identificar los elementos de la muestra. La intensidad de la radiación dependiente de la energía medida se utiliza para cuantificar la masa de un elemento. La fracción de masa de un elemento contenido en la muestra se evalúa después de restar la señal de fondo del área de los fotopicos que produce el elemento en el espectro gamma. Dado que los elementos irradiados en la muestra suelen emitir radiación gamma a diferentes energías, se consideran todas las energías gamma evaluables de un elemento en la evaluación analítica para la determinación de la masa, así como en el análisis de la incertidumbre para la determinación de la masa. Se ha demostrado que el análisis basado en todas las energías gamma evaluables de un elemento tiene la ventaja de que puede utilizarse una amplia base de datos y que pueden realizarse comprobaciones de plausibilidad. Además, puede reducirse la incertidumbre de la medición restante y aumentar la precisión del procedimiento de medición.

La evaluación analítica para la determinación de la masa en el análisis multielemento se basa, en particular, en el cálculo de las eficiencias de los fotopicos dependientes de la energía de las emisiones gamma de la muestra y de las particiones individuales de la muestra, así como en el cálculo del espectro de neutrones y del flujo de neutrones dentro de la muestra y dentro de las particiones de la muestra. Para estos cálculos pueden hacerse suposiciones iniciales sobre la composición elemental, que se derivan de la evaluación del espectro gamma. Se ha demostrado que los resultados del análisis multielemento pueden hacer más precisas las suposiciones iniciales hechas a priori para el cálculo de las eficiencias de los fotopicos, el espectro de neutrones y el flujo de neutrones, y también pueden aumentar la precisión del procedimiento de medición, de modo que el procedimiento se realice preferiblemente de manera iterativa con respecto a la composición de la muestra hasta que se establezca la composición calculada de la muestra. El procedimiento no destructivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones es posible mediante este tipo de procedimiento analítico de manera automática, en particular de manera iterativa, siendo necesaria como parámetro de entrada en particular sólo la forma de la muestra y la masa y la intensidad de la fuente de neutrones. La intensidad de la fuente de neutrones puede obtenerse del sistema o dispositivo de medición como una variable controlada.

Mediante este procedimiento para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones, así como un dispositivo para la realización del procedimiento es posible examinar fácilmente diversas muestras de manera no destructiva con respecto a la composición del material. Como muestras analizables pueden considerarse a modo de ejemplo: muestras de suelo, cenizas, muestras de agua, lodos residuales, chatarra electrónica, residuos quimiotóxicos o radiactivos. El análisis de muestras puede producirse por lotes o en línea en un flujo de masa. El análisis de las muestras puede realizarse con fines de garantía de calidad, clasificación específica, control de procesos y/o verificación.

En comparación con los procedimientos hasta la fecha el procedimiento según la invención se caracteriza en particular por las siguientes propiedades: emisión continua de neutrones rápidos; medición continua de los espectros gamma; medición colimada de toda la muestra o de volúmenes parciales individuales de la muestra (particiones); la muestra se irradia en particular con neutrones de 2,45 MeV (< 10 MeV, energía inicial comparativamente pequeña); la radiación gamma se evalúa mediante la evaluación de la señal de cada partición; la evaluación analítica para la determinación de las masas de los elementos se produce en particular basándose en la suposición simplificada de que la masa del elemento está distribuida de manera homogénea en una partición; y/o se produce una rotación y un desplazamiento axial de la muestra con respecto al detector. Después o durante la emisión de neutrones rápidos puede producirse una moderación de los neutrones rápidos en una cámara de moderación, en la cámara de muestras y/o en la propia muestra, hasta que se haya producido una termalización suficiente.

Por el contrario, hasta ahora el análisis se producía habitualmente mediante un procedimiento con las propiedades siguientes: irradiación pulsada con neutrones rápidos; medición de los espectros gamma en ventanas de tiempo o intervalos de tiempo definidos de antemano tras un respectivo pulso de neutrones o entre los pulsos de neutrones individuales; la muestra se mide de manera integral, sin que esté definido un colimador; la muestra se irradia en particular con neutrones de 14,1 MeV (>10 MeV); se produce una rotación de la muestra delante del detector, y la radiación gamma se mide en función de un ángulo de giro de la muestra irradiada; la evaluación analítica para la determinación de masas de los elementos distribuidas de manera no homogénea se produce basándose en la suposición simplificada de que la masa del elemento es puntiforme. El flujo de neutrones integral en la muestra puede determinarse mediante un revestimiento metálico de la muestra.

A continuación, se hará referencia brevemente a los términos utilizados en relación con la presente invención. Como protección se entenderá preferiblemente un material o una unidad que rodea el dispositivo o sistema de medición y que reduce la tasa de dosis local gamma y de neutrones fuera del sistema de medición. Como irradiación se entenderá preferiblemente la operación de un generador de neutrones y la generación y emisión de neutrones sobre al menos una muestra para producir la emisión de radiación gamma característica de la composición de los elementos desde la muestra. Como unidad de detección se entenderá preferiblemente una unidad o grupo constructivo del sistema de medición, que comprende uno o varios detectores, unidad de detección con la que es posible medir la radiación gamma emitida desde la muestra o desde particiones individuales de la muestra con una alta resolución. Un respectivo detector puede presentar una extensión de por ejemplo 5 a 10 cm en una dirección del espacio.

Como colimador se entenderá preferiblemente una unidad o grupo constructivo del sistema de medición, que limita el campo de visión de un detector a una región con una mayor probabilidad de verificación para radiación gamma. La colimación también puede producirse especialmente con respecto a segmentos/particiones individuales de la muestra. Como sistema de medición se entenderá preferiblemente un sistema metrológico para la generación de radiación ionizante para un análisis multielemento de muestras. El dispositivo aquí descrito puede denominarse en una forma de realización sistema de medición. Como cámara de moderación se entenderá preferiblemente un grupo constructivo del sistema de medición para la moderación de neutrones, en particular por medio de grafito o al menos en parte a partir de grafito. La moderación puede estar prevista según el modo deseado de una medición/evaluación opcionalmente en la cámara de muestras y/o producirse en una cámara de moderación separada. Como generador de neutrones se entenderá preferiblemente un grupo constructivo del sistema de medición que emite neutrones rápidos (en particular neutrones de 2,45 MeV o también en general neutrones con <10 MeV) y está dispuesto dentro de la protección. El generador de neutrones puede estar rodeado opcionalmente por una cámara de moderación proporcionada por separado de la cámara de muestras. Como flujo de neutrones se entenderá preferiblemente un producto a partir de la densidad de neutrones (neutrones libres por cm<sup>3</sup>) y la magnitud promedio de la velocidad de los neutrones (cm/s). Como espectro de neutrones se entenderá preferiblemente la distribución relativa de la energía de los neutrones por todo el intervalo de energía de los neutrones. Como partición se entenderá preferiblemente una región predefinible/predefinida dentro de la muestra, dando la suma de todas las particiones toda la muestra o definiendo toda la muestra. Una cantidad preferida de particiones puede seleccionarse en función del tamaño de la muestra y del planteamiento de medición, por ejemplo, entre 1 y 60 particiones. A este respecto, el volumen de una partición puede encontrarse en el intervalo de unos pocos centímetros cúbicos a litros. Con muestras particularmente pequeñas, por ejemplo, de unos pocos centímetros cúbicos, puede resultar ventajoso definir solamente una única partición. Como eficiencia de fotopico se entenderá preferiblemente una probabilidad de verificación para la deposición de energía completa de una emisión gamma en el detector. A este respecto, como emisión gamma puede entenderse radiación gamma independientemente de su nivel de energía. La radiación gamma específica presenta una energía específica. La emisión gamma como tal es la reacción tras una irradiación con neutrones. Por tanto, el análisis se realiza específicamente con respecto a tipos individuales de radiación gamma del espectro de una emisión gamma. Por el espectro de la emisión gamma se detectan señales de radiación gamma instantánea y retardada. Como muestra se entenderá preferiblemente una cantidad sólida o líquida de material, que se selecciona para su análisis y que representa el objeto a examen, que comprende por ejemplo muestras de suelo, cenizas, muestras de agua, lodos residuales, residuos quimiotóxicos o radiactivos. Como cámara de muestras se entenderá preferiblemente un grupo constructivo del sistema de medición, en el que se dispone la muestra durante la irradiación, y en el que la muestra también puede desplazarse opcionalmente, en particular durante la irradiación. Como portador de muestras se entenderá preferiblemente un grupo constructivo del sistema de medición que recibe la muestra y que se dispone en la cámara de muestras. Por medio del portador de muestras puede producirse un desplazamiento local de la muestra.

A continuación, en primer lugar, se describirá el procedimiento según la invención de manera general, haciendo referencia a continuación en detalle a aspectos individuales del procedimiento.

Mediante la operación de uno o varios generadores de neutrones se irradia una muestra dentro de un sistema de medición de manera continua con neutrones y simultáneamente con la irradiación se mide la radiación gamma inducida/emitada por las interacciones de los neutrones. Como ya se ha mencionado, en el caso de la radiación gamma se trata por un lado de radiación gamma instantánea, que se emite inmediatamente tras una interacción de los neutrones con los núcleos atómicos de la muestra, y, por otro lado, de radiación gamma retardada, que se emite con la desintegración de los núcleos atómicos activados según la vida media característica. La radiación gamma emitida desde la muestra puede medirse en uno o varios detectores con resolución energética. A partir de aquí se obtiene un espectro gamma medido, por detector. El espectro gamma es el registro del número de los eventos verificados en un

detector de rayos gamma en función de la energía. La energía de la radiación gamma se utiliza para identificar los elementos de la muestra. La intensidad de la radiación dependiente de la energía medida se utiliza para cuantificar la masa de un elemento.

5 Cálculo de las masas de los elementos con una medición dividida y con una no dividida

La fracción de masa de un elemento, contenido en la muestra, se calcula tras restar la señal de fondo del área de los fotopicos, que produce el elemento en el espectro gamma. La tasa neta de recuento de fotopicos registrada con el análisis multielemento depende de los siguientes parámetros de influencia, relación considerada en particular en la siguiente publicación: G. L. Molnar (Ed.), Handbook of Prompt Gamma Activation Analysis with Neutron Beams, Kluwer Academic Publishers, ISBN 1-4020-1304-3 (2004).

$$(1) \quad (P_R)_{E_\gamma} = \frac{N_A}{M} \cdot \int_V \int_0^\infty m(\underline{x}) \cdot \varepsilon_{E_\gamma}(\underline{x}) \cdot \sigma_\gamma(E_n) \cdot \Phi(\underline{x}, E_n) dE_n d\underline{x}$$

15 donde

-  $(P_R)_{E_\gamma}$  es la tasa neta de recuento del fotopico del elemento para la energía gamma  $E_\gamma$ ,

-  $M$  es la masa molar del elemento correspondiente,

20 -  $N_A = 6,0221408 \cdot 10^{23}$  es la constante de Avogadro,

-  $\underline{x}$  es la posición en el volumen de la muestra  $V$ ,

25 -  $E_n$  es la energía de los neutrones,

-  $m(\underline{x})$  es la función de distribución para la masa del elemento correspondiente en el volumen de la muestra,

30 -  $\varepsilon_{E_\gamma}(\underline{x})$  es la eficiencia de fotopico para rayos gamma del elemento con la energía correspondiente  $E_\gamma$  que se ha emitido en la posición  $\underline{x}$ ,

-  $\sigma_\gamma(E_n)$  es la sección transversal de la producción de gamma parcial, y

-  $\Phi(\underline{x}, E_n)$  es el flujo de neutrones en función de la posición y la energía en la muestra.

35 A este respecto, la sección transversal de la producción de gamma parcial depende del elemento considerado. Dado que los elementos irradiados en la muestra suelen emitir radiación gamma a diferentes energías, se consideran todas las energías gamma  $E_\gamma$  evaluables de un elemento en la evaluación analítica para la determinación de la masa, así como en el análisis de la incertidumbre para la determinación de la masa. El considerar varias energías gamma de un elemento reduce la incertidumbre del procedimiento de medición.

40 Preferiblemente se subdivide la muestra en particiones y se mide/analiza de manera segmentada. Para ello, en una medición de espectrometría gamma individual una o varias particiones de la muestra se encuentran en el campo de visión colimado del detector (figura 4). El campo de visión del detector es la región, que debido a la geometría del colimador presenta una probabilidad de verificación aumentada de radiación gamma. Para que las respectivas particiones puedan orientarse de manera óptima con respecto al campo de visión del detector, la muestra puede moverse delante del detector, en particular puede rotarse y desplazarse. Las probabilidades de verificación dependientes de la energía de la radiación gamma emitida de la muestra o de una respectiva partición se denominan eficiencias de fotopico. Dentro de las particiones de la muestra se atenúa la radiación gamma, de modo que las particiones, dirigidas hacia el detector y que se encuentran en el campo de visión del colimador, presentan eficiencias de fotopico mayores que las particiones fuera del campo de visión del detector. Así puede aumentarse la solidez de un resultado de medición con respecto a la composición de los elementos de una respectiva partición, en particular cuando se consideran varias mediciones de espectrometría gamma.

55 Mediante la colimación sobre una partición puede mejorarse en particular la SNR para la respectiva partición. Cuando se evalúan mediciones de espectrometría gamma de varias particiones de manera combinada puede reducirse una posible incertidumbre restante.

60 Se ha demostrado que se obtienen ventajas particulares a partir de una cantidad de cuatro particiones, en función del tamaño de la muestra. A este respecto, la geometría de la partición se define preferiblemente en función de la geometría de la muestra y del planteamiento de medición.

En el caso de muestras cilíndricas la muestra se divide en particular según capas (*layers*) y sectores en particiones (figura 4). En particular se generan particiones en forma de trozos de pastel, es decir, como segmentos cilíndricos

5 tridimensionales. Una partición horizontal (en particular según cortes ortogonales a un eje de simetría de una muestra cilíndrica) se denomina capa, y una partición en función del ángulo se denomina sector (angular). Con una división adicional de sectores angulares en función de la distancia con respecto al eje de simetría estas particiones se denominan específicamente sector radial. Una muestra cúbica o cuboide puede subdividirse en particular en vóxeles individuales. Cada vóxel representa una partición. El respectivo vóxel presenta igualmente una geometría cúbica o cuboide.

10 La determinación de las masas de los elementos en las particiones individuales se produce de la siguiente manera. A este respecto, en particular se supone que dentro de una partición la masa de un elemento  $m_k$  está distribuida de manera homogénea. Así, con  $N$  particiones se registran  $N$  espectros gamma y para cada energía gamma se obtienen  $N$  tasas netas de recuento de fotopicos. En función del tipo de las particiones pueden obtenerse variantes, en particular con sectores radiales. Entonces puedes sustituirse  $N$  por  $K$ , y por ejemplo se aplica que: con  $K$  particiones se registran  $N$  espectros gamma en  $N$  mediciones, siendo  $K$  mayor o igual a  $N$ , y para cada energía gamma  $N$  se obtienen  $N$  tasas netas de recuento de fotopicos. Ahora, la ecuación (1), para  $K$  o  $N$  particiones, puede reducirse para una energía gamma con una medición colimada de la partición  $i$  a la siguiente suma, pasando el índice  $K$  por las particiones, lo que promete un análisis sencillo y robusto:

$$(2) \quad (P_R)_{E_\gamma}^i = \frac{N_A}{M} \cdot \sum_{k=1}^N m_k \cdot \varepsilon_{E_\gamma}^{i \leftarrow k} \cdot \sigma_{E_\gamma}^{ik} \cdot \Phi_k^i$$

20 donde

-  $\varepsilon_{E_\gamma}^{i \leftarrow k}$  es la eficiencia de fotopico integral de la partición  $k$  en la medición  $i$ ,

25 -  $\sigma_{E_\gamma}^{ik}$  es la sección transversal integral  $(n, \gamma)$  para la energía gamma en la partición  $k$  con la medición  $i$ , formada por

$$\sigma_{E_\gamma}^{ik} = \frac{\int_0^\infty \sigma_\gamma(E_n) \cdot \Phi_k^i(E_n) dE_n}{\int_0^\infty \Phi_k^i(E_n) dE_n}$$

-  $\Phi_k^i$  es el flujo de neutrones integral en la partición  $k$  l

30 con la medición  $i$ , formado por

$$\Phi_k^i = \int_0^\infty \Phi_k^i(E_n) dE_n$$

35 Así, a partir de la ecuación (2) se obtiene un sistema lineal de ecuaciones de dimensión  $N \times N$  o  $N \times K$ , que puede resolverse según las masas de los elementos de las particiones individuales. Este sistema lineal de ecuaciones tiene la forma:

$$(3) \quad A \cdot m = b$$

40 donde  $A$  es una matriz de dimensión  $N \times N$  o  $N \times K$  y  $m, b$  son vectores de dimensión  $N \times 1$  o  $K \times 1$ . Las entradas de la matriz  $A$  vienen dadas por

$$A_{ik} = \frac{N_A}{M} \cdot \varepsilon_{E_\gamma}^{i \leftarrow k} \cdot \sigma_{E_\gamma}^{ik} \cdot \Phi_k^i$$

45 Las entradas de  $m$  vienen dadas por  $m_i$ , y las entradas de  $b$  vienen dadas por

$$b_i = (P_R)_{E_\gamma}^i$$

50 En particular, para obtener solamente resultados físicamente útiles, positivos y unívocos con la resolución del sistema de ecuaciones, con la resolución numérica del sistema de ecuaciones puede aplicarse un procedimiento denominado "mínimos cuadrados no negativos".

En caso de que puedan hacerse suposiciones simplificadas para un caso de aplicación en relación con la homogeneidad de la distribución de la masa, la distribución del flujo de neutrones y/o las eficiencias de fotopico en toda la muestra, basándose en particular en un parámetro para el tamaño y la composición de la muestra, no se requiere necesariamente una medición segmentada/dividida. Se ha demostrado que la muestra puede medirse en una sola medición, preferiblemente colimada, y que puede registrarse un solo espectro gamma. La ecuación (2) se reduce entonces a la siguiente relación lineal simple:

$$(4) \quad (P_R)_{E\gamma} = \frac{m \cdot \varepsilon_{E\gamma} \cdot N_A \cdot \sigma_{E\gamma} \cdot \Phi}{M}$$

donde

-  $\varepsilon_{E\gamma}$  es la eficiencia de fotopico integral de la muestra,

-  $\sigma_{E\gamma}$  es la sección transversal integral ( $n,\gamma$ ) para la energía gamma en la muestra,

-  $\Phi$  es el flujo de neutrones integral en la muestra.

Esta ecuación puede resolverse directamente según la masa del elemento  $m$ . Los parámetros correspondientes pueden calcularse para el caso segmentado/dividido, así como para el caso no segmentado del mismo modo.

Por energía gamma se calcula una masa  $m$  del elemento correspondiente, ya sea en una partición o en todo el volumen de la muestra. La incertidumbre de la medición  $u(m)$  con este valor se determina según la norma DIN ISO 11929, lo que también puede encontrarse en la siguiente publicación del Instituto Alemán de Normalización: Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Vertrauensbereiches) bei Messungen ionisierender Strahlung - Grundlagen und Anwendungen (ISO 11929:2010) (2011). Como un elemento emite radiación gamma con diferentes energías gamma, como resultado de medición se calcula la masa del elemento como valor medio ponderado de las masas individuales determinadas. La ponderación se produce mediante las incertidumbres calculadas.

Identificación automática de los elementos contenidos en la muestra

Los elementos contenidos en la muestra pueden identificarse automáticamente basándose en los espectros gamma registrados. Para cada elemento puede generarse una firma de emisión característica de las energías gamma con intensidades correspondientes a partir de una base de datos de física nuclear. Las señales en las energías gamma conocidas de los elementos en el espectro se comparan con esta firma por medio de un programa informático. Un análisis estadístico del grado de coincidencia proporciona una lista de los elementos contenidos con mayor probabilidad en la muestra. Para esta identificación no sólo se recurre a las energías gamma de la radiación gamma instantánea, sino también a la radiación gamma retardada. De este modo se obtiene en particular la ventaja de que el procedimiento es aplicable para una pluralidad de elementos.

Procedimiento para la determinación de las eficiencias de fotopico

La determinación de las eficiencias de fotopico dependientes de la energía de un elemento se produce por medio de la suposición de una distribución homogénea de elementos y masas en una partición de la muestra o de toda la muestra. La densidad media de una partición de la muestra puede determinarse mediante la masa de la muestra dividida entre el volumen de la muestra y/o mediante una medición de la transmisión con ayuda de un emisor de rayos gamma, como por ejemplo Co-60 o Eu-154. La medición de la transmisión puede servir de medición ampliada para caracterizar la muestra, por ejemplo, para poder determinar el nivel de llenado de un fluido a examinar o de una carga en un barril (muestra). Para el cálculo de las eficiencias de fotopico, por medio de un programa informático se generan aleatoriamente puntos en el volumen de la muestra y en la siguiente etapa se genera un gran número de trayectorias aleatorias desde este punto hacia el detector. A lo largo de una sola trayectoria se determinan entonces las longitudes de los trayectos en los diferentes materiales y a partir de los coeficientes de atenuación de los materiales se calculan las probabilidades dependientes de la energía de una absorción y dispersión a lo largo de la trayectoria. A partir de la longitud del trayecto en el detector y de las secciones transversales dependientes de la energía para la reacción fotoeléctrica, la formación de pares y la dispersión Compton, se calcula una probabilidad dependiente de la energía para la deposición completa de la energía gamma en el detector. Se combinan ambas probabilidades para obtener la probabilidad de detectar un fotón a lo largo de la trayectoria para cada posible energía gamma. Promediando todas las trayectorias con el mismo punto de partida se obtiene la eficiencia de fotopico dependiente de la energía para ese punto de partida. Se promedian los resultados de todas las eficiencias de fotopico dependientes de la energía de los puntos de partida en una partición para obtener la correspondiente eficiencia de fotopico integral de esa partición para cada energía gamma.

Procedimiento para la determinación del flujo y espectro de neutrones

Para la evaluación analítica para la determinación de las masas de los elementos de la muestra además de las eficiencias de fotopico dependientes de la energía de las emisiones gamma se determina el flujo de neutrones y el espectro de neutrones con resolución energética dentro de la muestra o las particiones individuales de la muestra mediante un procedimiento analítico. A este respecto, de manera numérica, se resuelve una aproximación de difusión de la ecuación lineal de Boltzmann. Los parámetros de entrada para este sistema de ecuaciones se calculan a partir de cálculos de simulación del flujo de neutrones y del espectro de neutrones en la cámara de muestras vacía.

Hasta ahora, el flujo de neutrones en la muestra se determinaba generalmente determinando integralmente factores de corrección dependientes de la energía para toda la muestra. Esta forma de cálculo fue especialmente considerada en la siguiente publicación: A. Trkov, G. Zerovnik, L. Snoj y M. Ravnik: On the self-shielding factors in neutron activation analysis, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 610, pp. 553 - 565 (2009). Para muestras de gran volumen, en la publicación de 1994 de R. Overwater, mencionada en detalle más adelante, se propuso un procedimiento aproximado para determinar el flujo de neutrones sin dependencia de la energía, en particular para geometrías especiales que permiten una reducción a dos dimensiones espaciales.

El flujo de neutrones y el espectro de neutrones dentro de la muestra o dentro de las particiones individuales de la muestra pueden determinarse de manera automatizada (mediante un programa informático) en el procedimiento aquí descrito, pudiendo resolverse numéricamente una aproximación de difusión de la ecuación lineal de Boltzmann con una resolución espacial y energética (considerando las tres dimensiones espaciales) y pudiendo calcularse los parámetros de entrada para este sistema de ecuaciones a partir de los cálculos de simulación del flujo de neutrones y del espectro de neutrones en la cámara de muestras vacía.

El flujo de neutrones con resolución espacial y energética en la muestra puede determinarse a partir de la resolución de la ecuación completa de transporte de Boltzmann para los neutrones:

$$(5) \quad \Phi(\underline{x}, E_n) = \int_{S^2} \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) d\Omega$$

designando  $\Omega$  la variable de dirección y satisfaciendo así  $\Psi$  la siguiente ecuación:

$$(6) \quad \Omega \cdot \nabla_x \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) + \Sigma_t(\underline{x}, E_n) \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) = \int_{S^2} \int_0^\infty \Sigma_s(\underline{x}, E'_n, E_n, \Omega', \Omega) \Psi(\underline{x}, E'_n, \Omega') dE'_n d\Omega'$$

A este respecto,  $\Sigma_t$  designa el total y  $\Sigma_s$  la sección transversal de dispersión para los neutrones del material de la muestra, que se componen de las secciones transversales individuales de los elementos contenidos en la muestra.

La ecuación (6) se aproxima mediante un sistema acoplado de ecuaciones de difusión, de manera correspondiente a la denominada aproximación SP3, cuya relación fue considerada en particular en la siguiente publicación: P. S. Brantley y E. W. Larsen, The simplified P3 approximation, Nuclear Science and Engineering, 134, págs. 1-21 (2000). Este sistema de ecuaciones se resuelve numéricamente en forma de múltiples grupos por un programa informático. Como resultado, puede obtenerse el flujo integral de neutrones y el espectro de neutrones en cada partición de la muestra, divididos en los grupos de energía correspondientes. Para determinar los parámetros de entrada, se calcula el flujo con resolución de energía a través de las superficies de los bordes de la muestra a partir de cálculos de simulación del flujo de neutrones en la cámara de medición vacía. Los parámetros del sistema de ecuaciones resultan de la composición elemental de la muestra, calculándose en la primera etapa los parámetros de entrada a partir del flujo de neutrones simulado y del espectro de neutrones en la cámara de muestras vacía, en particular bajo el supuesto de la homogeneidad de la muestra y de la composición elemental de la muestra o de las particiones. El cálculo y la evaluación del flujo y el espectro de neutrones pueden realizarse en cada caso individualmente para cada partición, en particular definiendo la respectiva partición basándose en una subdivisión virtual de la muestra en regiones.

Enfoque iterativo automatizado

El resultado de la evaluación analítica, o el resultado más importante, es la composición de los elementos de la muestra. La evaluación se basa preferiblemente en parámetros con respecto a la eficiencia de fotopico dependiente de la energía, del flujo de neutrones y del espectro de neutrones dentro de la muestra o dentro de las particiones de la muestra. Así, basándose en los tres parámetros de entrada de forma/geometría y masa de la muestra, así como la intensidad de la fuente de neutrones, considerando los tres parámetros calculados de eficiencias de fotopico dependientes de la energía, flujo de neutrones y espectro de neutrones dentro de la muestra y dentro de las particiones de la muestra puede producirse un análisis muy completo. Estos parámetros se ven influidos por la composición elemental de la muestra, de modo que el procedimiento se realiza preferiblemente de manera iterativa hasta que la composición de los elementos calculada ya no cambia o ya no cambia considerablemente. Con referencia a la figura 3 se describe en más detalle una posible manera de iteración. A partir de los parámetros de entrada se calcula un flujo de neutrones inicial y un espectro de neutrones inicial (etapa S1). Además, adicionalmente puede

considerarse/determinarse el modo exacto de colimación y opcionalmente la partición de la muestra, y adicionalmente considerarse también una traslación y/o rotación de la muestra ventajosas para el desarrollo de la medición (etapa S2). El modo de colimación, así como la partición de la muestra puede hacerse dependientes en particular del tamaño y la geometría de la muestra. Las muestras más grandes y las geometrías más complejas se subdividen en más particiones que las muestras pequeñas. La evaluación del espectro gamma registrado comprende la identificación de los elementos contenidos en la muestra mediante una asignación de los picos medidos en el espectro a elementos individuales, considerando interferencias entre picos gamma. Las tasas netas de recuento en las energías gamma individuales se calculan preferiblemente sólo una vez y se mantienen constantes dentro del procedimiento iterativo (etapa S3). A partir de aquí se calcula una composición elemental inicial de la muestra. Aplicando las etapas descritas a continuación para el cálculo de las eficiencias de fotopico (etapa S4), de las masas de los elementos en las particiones individuales de la muestra (etapa S5) y del flujo de neutrones y del espectro de neutrones (etapa S6) se determina la composición elemental de la muestra. Este proceso se realiza de manera iterativa hasta que ya no cambia la composición de los elementos en las particiones individuales. Mediante el procedimiento analítico iterativo se consigue una elevada precisión.

Las tasas netas de recuento en las energías gamma individuales se calculan en particular sólo una vez y se mantienen constantes durante el procedimiento iterativo. Al inicio se hace una suposición inicial sobre la composición elemental de la muestra. Aplicando los procedimientos descritos en los párrafos anteriores para el cálculo de las eficiencias de fotopico, del flujo de neutrones y del espectro de neutrones y de las masas de los elementos en las particiones individuales de la muestra se determina entonces una composición elemental nueva de la partición. Este proceso puede realizarse de manera iterativa hasta que ya no cambie la composición de los elementos en las particiones individuales.

El procedimiento no destructivo aquí descrito para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones es posible por primera vez de manera automática o completamente automática mediante este procedimiento analítico, en particular también por una duración prolongada, en particular con muestras de gran volumen, en particular ya a partir de aproximadamente 1 litro. Como parámetros de entrada sólo son necesarias la forma de la muestra y la masa, considerándose en el cálculo la intensidad de la fuente de neutrones. La intensidad de la fuente de neutrones se determina a este respecto a partir de los parámetros operativos del generador de neutrones o a partir de la actividad de la fuente de neutrones. También para un análisis de elementos de muestras de gran volumen se irradia la respectiva muestra de manera continua con neutrones, y se mide la radiación gamma proporcionada/emitada por la muestra, así como la cantidad de un elemento contenido en la muestra, y se evalúa tras restar la señal de fondo del área del fotopico, que produce el elemento, en particular en una representación de tasa de recuento-energía. A diferencia de los procedimientos hasta la fecha puede realizarse una irradiación continua y una medición simultánea, no siendo necesarias una irradiación pulsada ni interrupciones del tiempo de medición. Para la determinación del flujo de neutrones en la muestra ya tampoco es necesario conocer la composición de la muestra para al menos una zona parcial de la muestra. En particular para muestras de gran volumen también puede realizarse una medición de la transmisión para la caracterización de la muestra.

A este respecto, se entenderán como neutrones rápidos aquellos neutrones que son rápidos cuando se emiten desde la fuente, y que a continuación se ralentizan a través de una cámara de muestras y/o a través de una cámara de moderación, en particular para poder aumentar la probabilidad de una interacción con la muestra. Los neutrones ralentizados por materiales moderadores pueden denominarse neutrones termalizados. Los neutrones termalizados son neutrones libres lentos o ralentizados, en particular con una energía cinética de menos de 100 meV (millelectronvoltio). En una clasificación para los neutrones, los neutrones termalizados o térmicos se encuentran entre los neutrones fríos y los rápidos. El término "termalizado" indica que los neutrones se equilibran a través de la dispersión repetida en un medio con su movimiento térmico. Las velocidades de estos neutrones termalizados asumen una distribución de Maxwell correspondiente, que puede describirse por una temperatura.

Según una forma de realización la medición de la radiación emitida durante la irradiación como reacción a la irradiación se produce en un intervalo de tiempo de menos de 5 microsegundos ( $\mu$ s).

Según una forma de realización la irradiación se produce por un periodo de tiempo de al menos 10 min, o al menos 30 min, o al menos dos horas, sin interrupción. Una duración de irradiación óptima se definirá en función de la respectiva tarea de análisis específica. La irradiación continua por periodos de tiempo de este tipo permite una evaluación fiable de los datos de medición de manera flexible, en particular también de manera específica con respecto a aspectos parciales individuales. La duración de irradiación puede definirse en particular con respecto a una sensibilidad requerida de la tarea de análisis. Se ha demostrado que a medida que aumenta la duración de irradiación aumenta la probabilidad de detectar impurezas de trazas (impurezas en el rango de trazas). La sensibilidad del procedimiento de medición según la invención puede aumentarse a medida que aumenta el tiempo. A este respecto, la duración de irradiación y la iteración pueden definirse independientemente uno de otro.

Como duración de irradiación mínima puede definirse una duración de irradiación en el intervalo de segundos. Como duración de irradiación máxima puede definirse una duración de irradiación en el intervalo de segundos, minutos, horas o incluso días.

- Según una forma de realización se generan neutrones con un valor de energía de los neutrones de 2,45 MeV o con al menos un valor de energía de los neutrones del siguiente grupo: 2,45 MeV, 14,1 MeV. Se ha demostrado que con neutrones con 2,45 MeV puede obtenerse una señal particularmente buena, es decir, una señal con una SNR ventajosa. Según una forma de realización se generan neutrones con una energía de los neutrones con al menos un valor en el intervalo de energía de 10 keV a 20 MeV, en particular 10 keV a 10 MeV. Según una forma de realización se generan neutrones con una energía de los neutrones de como máximo 10 MeV. Esto proporciona en particular una elevada sensibilidad. Como ventaja de la irradiación continua con energías de los neutrones menores o iguales a 10 MeV, en particular energías de los neutrones de 2,45 MeV se ha demostrado que entonces no se producen muchas interacciones inelásticas como reacciones de valor umbral con energías de los neutrones necesarias de al menos 3 a 4 MeV. Este tipo de interacciones inelásticas empeoran la SNR. Al mantener ahora la energía de la fuente de neutrones lo más reducida posible, pueden evitarse este tipo de interacciones inelásticas por debajo de la energía de los neutrones seleccionada. Según una de las posibles variantes del procedimiento exclusivamente se utilizan las energías de los neutrones de 2,45 MeV.
- Según la invención para la determinación de al menos un elemento se mide y evalúa al menos radiación gamma instantánea o radiación gamma tanto instantánea como retardada a partir de una irradiación continua con neutrones. La evaluación de los dos tipos de radiación gamma amplía las posibilidades de análisis y aumenta la flexibilidad del procedimiento. Se ha demostrado que resulta apropiado evaluar la siguiente reacción de un núcleo atómico irradiado sin que tenga que considerarse una dependencia del tiempo de algún pulso de neutrones: una vez que un núcleo atómico capture un neutrón, automáticamente se emitirá la radiación gamma con diferentes energías. El núcleo atómico sufre una desexcitación por medio de la emisión de una cascada de emisiones gamma. La radiación gamma generada de este modo es característica de un respectivo elemento.
- Según una forma de realización para la determinación de al menos un elemento se mide y evalúa al menos temporalmente de manera exclusiva radiación gamma retardada como reacción a la irradiación continua con neutrones. Esto permite centrar el foco del examen en determinados aspectos, por ejemplo, en una muestra con un determinado material.
- Según la invención para la determinación de al menos un elemento se mide la radiación gamma emitida desde la muestra con resolución energética, en particular mediante la determinación de tasas de recuento de fotopicos, comprendiendo la determinación una evaluación con resolución energética de la radiación gamma medida según al menos un espectro gamma, en particular según un espectro gamma detectado con un respectivo detector. A este respecto puede utilizarse el mismo detector para radiación gamma tanto instantánea como retardada. El análisis con resolución energética permite flexibilidad y robustez. De este modo con una medición también se permite un análisis paralelo de casi todos los elementos.
- El espectro gamma medido es específico para un detector. El respectivo detector puede presentar una resolución específica en cada caso para un espectro gamma específico.
- Según una forma de realización la medición/evaluación comprende una medición/evaluación con resolución energética de la intensidad de la radiación gamma emitida desde la muestra. Esto proporciona en particular en relación con la evaluación de varios tipos de radiación gamma una elevada flexibilidad y robustez.
- Según una forma de realización la determinación comprende una evaluación de la radiación gamma medida, comprendiendo la evaluación: correlacionar al menos un fotopico de una representación de tasa de recuento-energía basándose en su energía con un elemento de la muestra. Esto proporciona un análisis completo en cuanto a una radiación tanto instantánea como retardada, en particular en cada caso para un espectro gamma medido con uno de varios detectores.
- A este respecto, en el caso del fotopico verificado puede tratarse de un fotopico característico de radiación gamma instantánea o retardada. Puede producirse una diferenciación entre radiación gamma instantánea y retardada en la evaluación basándose en las respectivas energías, en particular también con fotopicos, en los que interfieren dos energías gamma. A este respecto, la determinación de una respectiva eficiencia de fotopico puede producirse para los dos tipos de radiación gamma con resolución espacial y energética mediante un procedimiento numérico, en el que se representan las interacciones desde el lugar de la emisión en la muestra (punto de origen) hasta la absorción en el detector.
- Según una forma de realización la evaluación comprende: cuantificar la fracción de masa de al menos un elemento de la muestra, en particular evaluándose la fracción de al menos un elemento contenido en la muestra tras restar una señal de fondo del área neta de un/del fotopico, que produce el elemento en una representación de tasa de recuento-energía.
- Para ello puede ajustarse el fotopico en el espectro. El área bajo el fotopico puede definirse como fondo/señal de fondo, y el área neta de fotopico puede definirse como señal útil.

Según una forma de realización la muestra, en particular particiones individuales de la muestra, se mide/n de manera colimada, en particular por medio de al menos un detector o por medio de una pluralidad de detectores con un campo de visión colimado de manera específica con respecto a la geometría de la partición. Esto puede aumentar la precisión y también permite enfocarse en zonas parciales de la muestra, en particular con una buena SNR. Con dos o más detectores se producen ventajas en particular con respecto al tiempo de medición. Se ha demostrado que con el procedimiento aquí descrito el tiempo de medición puede seleccionarse menor cuantos más detectores estén previstos y/o que con el mismo tiempo de medición puede aumentarse la sensibilidad de la medición.

Según una forma de realización la muestra se subdivide en particiones y la radiación gamma emitida se mide y evalúa con respecto a una respectiva partición. Según una forma de realización la medición, determinación y/o evaluación se producen individualmente con respecto a particiones individuales de la muestra, particiones que están predefinidas o pueden fijarse manual o automáticamente, en particular mediante colimación. Esto permite enfocarse en zonas individuales de la muestra, o facilita la evaluación de muestras de gran volumen o de muestras con una composición no homogénea.

La partición simplifica el análisis, en particular con respecto a una exactitud deseada de la evaluación. La partición puede permitir como resultado una composición de los elementos con resolución espacial en las respectivas particiones. La partición proporciona también la ventaja de que las suposiciones pueden hacerse más fácilmente o con menos errores. Por ejemplo, con una muestra cilíndrica se forman ocho o más particiones, en particular 12 particiones, en cada caso como segmento cilíndrico (trozo de pastel). La unidad de detección comprende entonces por ejemplo dos detectores, que están dispuestos no uno enfrente de otro sino desplazados con un ángulo entre sí (ángulo circunferencial menor de  $180^\circ$ , por ejemplo, ángulo circunferencial de  $130^\circ$  a  $150^\circ$ ). Toda la muestra puede analizarse entonces en su totalidad mediante un giro gradual, en particular en etapas de  $60^\circ$ , por ejemplo, en seis etapas en el caso de utilizar dos detectores y definir 12 particiones.

A este respecto se ha demostrado que puede utilizarse una relación o una dependencia entre colimación y partición. La colimación puede producirse en particular en función de la partición seleccionada. Un módulo de control del dispositivo puede estar configurado para fijar la colimación en función de la partición seleccionada. Entonces, a este respecto, puede fijarse la siguiente relación entre colimación y partición: toda la partición se sitúa preferiblemente en el campo de visión colimado del detector. A este respecto sólo una cantidad mínima de espacio de otras particiones, es decir, de particiones diferentes de la partición objetivo, en la que se realiza la colimación, se sitúa en el campo de visión colimado del detector. Mediante la geometría opcionalmente ajustable del colimador es posible limitar el campo de visión principalmente a la partición objetivo.

Se ha demostrado que una colimación puede atenuar la señal de fondo de manera particularmente eficaz. Como medición colimada se entenderá a este respecto en particular una detección de la radiación gamma con al menos un detector con un campo de visión colimado. Se ha demostrado que el procedimiento aquí descrito, gracias a la colimación, también puede realizarse de manera continua por un periodo de tiempo prolongado con una SNR particularmente ventajosa.

Según una forma de realización la determinación comprende una evaluación de la radiación gamma medida, realizándose la evaluación basándose en la suposición de una distribución homogénea de masas y/o elementos en la muestra, en particular de una distribución homogénea de masas y/o elementos en al menos una de varias particiones de la muestra. Esto proporciona un procedimiento robusto, en particular con un procedimiento iterativo automatizado en gran medida.

Al menos en una respectiva partición la distribución de elementos y masas puede suponerse homogénea, de modo que la respectiva partición pueda calcularse/evaluarse de manera uniforme. A este respecto, la precisión de medición también puede aumentarse seleccionándose las particiones respecto a su geometría de tal modo que la suposición de una distribución de masas homogénea sea lo más correcta posible, es decir, por ejemplo, sin trozos de pastel en lugar de rodajas en la dirección en altura unas sobre otras.

Por el contrario, en los procedimientos hasta la fecha, a menudo el enfoque analítico era que en el caso de los elementos se trataba de fuentes puntiformes. Con respecto a la configuración de la distribución de elementos puede hacerse una de dos suposiciones iniciales: bien fuente puntiforme o bien distribución homogénea de elementos y masas en una partición. Se ha demostrado que la suposición de una distribución homogénea de elementos y masas en relación con el procedimiento aquí descrito puede llevar a una medición muy robusta con una incertidumbre minimizada.

Según una forma de realización la determinación comprende una evaluación de la radiación gamma medida, comprendiendo la evaluación: calcular el flujo de neutrones dentro de la muestra, en particular dentro de una respectiva partición de la muestra, basándose en una aproximación de difusión de la ecuación lineal de Boltzmann, en particular con resolución espacial y/o energética, en particular basándose en la siguiente relación:

$$\Phi(\underline{x}, E_n) = \int_{S^2} \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) d\Omega$$

Esto proporciona también un cálculo simple, lo que proporciona ventajas en particular con iteraciones, en relación con las ventajas mencionadas anteriormente.

5 Según una forma de realización la evaluación también comprende un cálculo del espectro de neutrones dentro de la muestra, en particular dentro de una respectiva partición de la muestra, en particular con resolución espacial y/o energética, en particular basándose en la siguiente relación:

$$\Phi(\underline{x}, E_n) = \int_{S^2} \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) d\Omega$$

Esto proporciona robustez en relación con las ventajas mencionadas anteriormente.

15 Según una forma de realización la determinación comprende una evaluación de la radiación gamma medida, comprendiendo la evaluación: calcular eficiencias de fotopico dependientes de la energía, así como el flujo de neutrones y espectro de neutrones dentro de la muestra o dentro de una partición individual de la muestra, en particular calcular el flujo de neutrones y espectro de neutrones mediante un procedimiento aproximado, basándose en cada caso en la siguiente relación:

$$\Phi(\underline{x}, E_n) = \int_{S^2} \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) d\Omega$$

20 Esto proporciona las ventajas mencionadas anteriormente. Se ha demostrado que las eficiencias de fotopico dependientes de la energía, el flujo de neutrones y el espectro de neutrones con resolución energética dentro de la muestra o dentro de las particiones individuales de la muestra proporcionan una base sólida para la evaluación. A este respecto, los parámetros de entrada pueden calcularse a partir del flujo de neutrones y el espectro de neutrones en la cámara de muestras vacía.

25 Se ha demostrado que la aproximación de difusión permite en particular un cálculo basándose en un número reducido de variables independientes. De este modo también puede reducirse la complejidad del análisis. Un procedimiento alternativo muy preciso sería una resolución numérica de toda la ecuación lineal de Boltzmann, bien de manera determinística o bien por medio de un procedimiento de Monte-Carlo. Sin embargo, en ambas variantes el esfuerzo de cálculo sería muy elevado, en particular en el caso de una iteración debería contarse con un tiempo de cálculo en el intervalo de horas o incluso días. La aproximación de difusión proporciona una estructura matemática sencilla, lo que permite la aplicación de métodos numéricos sencillos.

30 Según una forma de realización la determinación comprende una evaluación de la radiación gamma medida, realizándose la evaluación al menos en parte con respecto a las áreas de fotopico medidas, analizándose una pluralidad de áreas de fotopico, que se generan por una pluralidad de energías gamma en cada caso de al menos un elemento en una respectiva partición de la muestra, al cuantificar la fracción de masa de un respectivo elemento de la respectiva partición basándose en la siguiente relación (en cada caso para  $N$  o  $K$  particiones, pasando el índice  $K$  por las particiones):

$$(P_R)_{E_\gamma}^i = \frac{N_A}{M} \cdot \sum_{k=1}^N m_k \cdot \varepsilon_{E_\gamma}^{i-k} \cdot \sigma_{E_\gamma}^{ik} \cdot \Phi_k^i$$

45 Dicho de otro modo: en la evaluación pueden analizarse una pluralidad de energías gamma en cada caso de al menos un elemento en una respectiva partición de la muestra al cuantificar la fracción de masa de un respectivo elemento. Esto proporciona un procedimiento simple, robusto y flexible con una buena precisión. Puede garantizarse una elevada calidad de la medición/evaluación.

50 El flujo de neutrones en la muestra podía determinarse hasta ahora determinándose factores de corrección dependientes de la energía para toda la muestra. En particular para muestras de gran volumen se ha demostrado que también puede aplicarse un procedimiento aproximado para la determinación del flujo de neutrones sin dependencia de la energía y para geometrías especiales, que permiten una reducción a dos dimensiones espaciales. Un procedimiento de este tipo se basa en particular en una ecuación de difusión, que sólo se determina por dos parámetros. En particular pueden aplicarse aspectos de un procedimiento, cuyas relaciones ya se consideraron en detalle en la siguiente publicación: R. Overwater, The Physics of Big Sample Instrumental Neutron Activation Analysis, Dissertation, Delft University of Technology, Delft University Press, ISBN 90-407-1048-1 (1994).

Por el contrario, el flujo de neutrones y el espectro de neutrones dentro de la muestra o de las particiones individuales de la muestra según el presente procedimiento pueden determinarse mediante un programa informático, resolviéndose numéricamente una aproximación de difusión de la ecuación lineal de Boltzmann con resolución espacial y energética, en particular considerando las tres dimensiones espaciales. Las condiciones límite para este sistema de ecuaciones pueden calcularse a partir de cálculos de simulación del flujo de neutrones en la cámara de muestras vacía. No son necesarios factores de corrección dependientes de la energía, o no tienen que definirse.

El cálculo y la evaluación del flujo y espectro de neutrones pueden realizarse en cada caso individualmente para una respectiva partición, en particular definiéndose la respectiva partición basándose en una subdivisión virtual de la muestra en regiones.

Según una forma de realización el procedimiento se realiza basándose en los parámetros de entrada de intensidad de la fuente de neutrones, geometría de la muestra y masa de la muestra, en particular basándose exclusivamente en estos tres parámetros de entrada. De este modo puede automatizarse el procedimiento en gran medida. Entonces sólo tienen que fijarse tres parámetros de entrada. Pueden determinarse otros parámetros de manera numérica/automatizada. De este modo también puede minimizarse el esfuerzo por parte de un usuario. Pueden proporcionarse otros parámetros de entrada por ejemplo mediante datos de física nuclear o mediante el cálculo simulado de los parámetros de entrada para el cálculo del flujo de neutrones y espectro de neutrones.

Opcionalmente junto con la muestra puede analizarse un monitor, o un material de calibración de composición ya conocida. Esto puede aumentar la precisión de medición o la solidez de la medición, en particular con muestras cuya composición es desconocida, o con muestras, en las que se hacen suposiciones que más bien son poco seguras. Sin embargo, el uso de un monitor y la evaluación de la radiación gamma emitida por el monitor pueden realizarse opcionalmente, independientemente de los aspectos aquí descritos del procedimiento y del dispositivo. En particular puede utilizarse un material que con gran seguridad no esté presente en la muestra, por ejemplo, oro en forma de una lámina de oro muy delgada, que se coloca sobre la muestra.

Según una forma de realización el procedimiento se realiza de manera automatizada, en particular mediante la evaluación de la radiación gamma medida basándose exclusivamente en parámetros determinados numéricamente, independientemente de los tres parámetros de intensidad de la fuente de neutrones en la irradiación, geometría de la muestra y masa de la muestra. Esto proporciona autosuficiencia y la posibilidad de realizar iteraciones de manera sencilla. El procedimiento se vuelve más robusto.

También con respecto a los tres parámetros mencionados anteriormente, opcionalmente puede realizarse una automatización. La geometría de la muestra puede detectarse de manera autosuficiente mediante una unidad de cámara, y la masa de la muestra mediante una unidad de pesaje. Ambos componentes de unidad de cámara y unidad de pesaje están colocados preferiblemente no en el interior del dispositivo, es decir, no dentro del campo de neutrones, sino fuera de la cámara de muestras, en particular fuera de la protección. Para ello, el dispositivo puede presentar un lugar de medición para la especificación de las muestras, lugar de medición en el que puede caracterizarse la muestra de manera automatizada. La intensidad de la fuente de neutrones puede obtenerse directamente como variable controlada del generador de neutrones. La intensidad de la fuente de neutrones depende directamente de la alta tensión y de la corriente del generador de neutrones. Mediante esta ampliación de la automatización puede proporcionarse un dispositivo o sistema de medición muy autosuficiente y cómodo para el usuario.

Según una forma de realización para caracterizar la muestra se realiza al menos una medición del siguiente grupo: medición de la transmisión, pesaje de muestras, detección óptica de la geometría de la muestra. Esto facilita por un lado el manejo del procedimiento de medición para el usuario, y por otro lado también facilita la medición posterior, en particular también con respecto a una partición.

Según una forma de realización el procedimiento se realiza de manera iterativa, en particular en cada caso con respecto a elementos individuales o con respecto a la composición completa de la muestra o con respecto a particiones individuales de la muestra. Esto proporciona una buena precisión, en particular con un procedimiento de fácil manejo. Esto proporciona también un procedimiento con un alto grado de autosuficiencia.

Al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente también se alcanza mediante el uso de una unidad de detección según la reivindicación 11.

Al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente también se alcanza mediante el uso de al menos una fuente de neutrones con un procedimiento descrito anteriormente para el análisis multielemento de una muestra basado en la activación de neutrones para la generación de neutrones rápidos para la irradiación continua de la muestra con primeros neutrones con al menos un valor de energía de los neutrones del siguiente grupo: 2,45 MeV, 14,1 MeV; y/o con segundos neutrones con una energía de los neutrones con al menos un valor en el intervalo de energía de 10 keV a 20 MeV, en particular 10 keV a 10 MeV; y/o con terceros neutrones con una energía de los neutrones de como máximo 10 MeV. De este modo se obtienen las ventajas mencionadas anteriormente. Preferiblemente la radiación gamma emitida se detecta con un detector con un colimador de plomo o bismuto.

Al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente también se alcanza mediante un procedimiento descrito anteriormente, realizado por medio de un módulo de control configurado para controlar al menos un generador de neutrones de un dispositivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones, en particular de un dispositivo aquí descrito, estando configurado el generador de electrones para generar neutrones rápidos con energía en el intervalo de 10 keV a 20 MeV, en particular 10 keV a 10 MeV, estando configurado el módulo de control para controlar el generador de neutrones para generar los neutrones y para irradiar la muestra de manera continua y no pulsada, en particular durante al menos un primer intervalo de tiempo, y estando el módulo de control configurado además para controlar al menos un detector para la medición continua y/o temporal de radiación gamma emitida desde la muestra o una partición individual de la muestra simultáneamente con la irradiación, en particular durante al menos un segundo intervalo de tiempo independientemente del primer intervalo de tiempo, de manera continua simultáneamente con la irradiación continua y/o independientemente de la misma con respecto al tiempo. El primer y el segundo intervalo de tiempo pueden ser diferentes o ajustarse o estar predefinidos independientemente uno de otro. El módulo de control está configurado en particular para controlar un procedimiento descrito anteriormente. Este tipo de análisis proporciona las ventajas mencionadas anteriormente. A este respecto, el módulo de control puede sincronizar al menos la irradiación, medición y opcionalmente también el posicionamiento de la muestra (en particular mediante el control/regulación de un módulo de giro/elevación) y así controlar el verdadero procedimiento de medición del sistema de medición, en particular el modo y el periodo de tiempo de la recopilación de datos. Por medio de este módulo de control puede realizarse la irradiación y medición en particular por un periodo de tiempo de por ejemplo al menos 20 o 50 s, o también por varias horas o días. El módulo de control puede estar acoplado a un módulo de giro/elevación y además estar configurado para posicionar una muestra dispuesta sobre un portador de muestras por medio del módulo de giro/elevación, en particular según o en función de la geometría de las particiones de la muestra. Esto proporciona no menos que la posibilidad de controlar todo el dispositivo o permitir la ejecución de todo el procedimiento (módulo de control trifuncional) por medio de un único módulo de control, que comprende controlar el generador de neutrones, controlar el al menos un detector y posicionar la muestra. A este respecto, para el generador de neutrones pueden fijarse por ejemplo parámetros como la intensidad de la fuente de neutrones, y para el módulo de giro/elevación pueden fijarse datos de posición o trayectos de desplazamiento y velocidades de desplazamiento. El módulo de control puede estar configurado para controlar la operación de un generador de neutrones configurado para la fusión de deuterones para generar neutrones rápidos para el análisis multielemento de una muestra mediante la irradiación continua y no pulsada de la muestra.

El dispositivo o el módulo de control pueden presentar una máscara de entrada (interfaz de usuario) o unidad de entrada para la entrada manual de los tres parámetros siguientes: intensidad de la fuente de neutrones en la irradiación, geometría de la muestra y masa de la muestra. Estos parámetros también pueden depositarse en una memoria de datos y leerse por el módulo de control y transferirse a un producto de programa informático.

Al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente también se alcanza mediante un producto de programa informático según la reivindicación 12, en particular configurado para la evaluación con colimación de partición de la radiación gamma medida basándose en la siguiente relación:

$$(P_R)_{E_Y}^i = \frac{N_A}{M} \cdot \sum_{k=1}^N m_k \cdot \varepsilon_{E_Y}^{i-k} \cdot \sigma_{E_Y}^{ik} \cdot \Phi_k^i$$

A este respecto, esta fórmula se refiere a la determinación según la invención de masas de los elementos en una partición individual. Este producto de programa informático permite un elevado grado de automatización o autosuficiencia, en relación con una elevada precisión del análisis. El producto de programa informático está configurado en particular para la realización automatizada de un tipo de evaluación descrito anteriormente. A este respecto, como evaluación con colimación de partición se entenderá una evaluación individualmente con respecto a particiones individuales de la muestra, particiones que se definieron anteriormente con respecto a su geometría y se separaron entre sí. El producto de programa informático también puede estar configurado además para fijar una posición teórica de la muestra, en particular en función de una geometría detectada o introducida de la muestra, en particular basándose en posiciones teóricas depositadas en una base de datos de posiciones en función de la geometría de la muestra y/o del tamaño de la muestra, pudiendo realizarse el posicionamiento en particular mediante el control/regulación de un módulo de giro/elevación. El producto de programa informático puede estar configurado para calcular diferentes variantes de una partición para una respectiva geometría de la muestra y proponer una partición identificada como óptima o seleccionarla directamente de manera autónoma. Para ello, el producto de programa informático puede realizar un análisis de incertidumbre aproximado en función del número y la configuración de las particiones y en función de la precisión requerida por el usuario fijar o determinar la partición de manera autónoma. En este procedimiento es posible ajustar un colimador configurable de manera específica con respecto a las particiones seleccionadas.

Por consiguiente, al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente también se alcanza mediante un programa informático configurado para proporcionar la manera aquí descrita de evaluación o las etapas del procedimiento aquí descritas al respecto. Según un ejemplo de realización el producto de programa informático está

configurado para evaluar una medición integral, en particular con respecto a una muestra no dividida basándose en un único espectro gamma, en particular basándose en la siguiente relación:

$$(P_R)_{E_\gamma} = \frac{m \cdot \epsilon_{E_\gamma} \cdot N_A \cdot \sigma_{E_\gamma} \cdot \Phi}{M}$$

- 5 Esto proporciona una simplificación con respecto a la suposición de una distribución homogénea de las masas.
- 10 El procedimiento según la invención también puede describirse de la siguiente manera. En un procedimiento para el análisis no destructivo de elementos de muestras la respectiva muestra se irradia de manera continua con neutrones rápidos, midiéndose simultáneamente con la irradiación la radiación gamma proporcionada/emitada por la muestra, evaluándose la cantidad de un elemento contenido en la muestra tras restar la señal de fondo del área neta del fotopico, que produce el elemento en una representación de tasa de recuento-energía. A este respecto, la cuantificación de las masas de los elementos de una muestra puede desarrollarse de manera automatizada, y los parámetros necesarios para el análisis, menos la intensidad de la fuente de neutrones en la irradiación y la geometría y masa total de la muestra, pueden calcularse numéricamente. No son necesarios un monitor para el flujo de neutrones o una norma de calibración externa o interna a la muestra. A este respecto, la muestra puede descomponerse en regiones (particiones) y cada partición de la muestra puede medirse de manera colimada. A este respecto, la determinación de las masas de los elementos de la muestra puede basarse en que la distribución de elementos y masas en particiones individuales de la muestra supuestamente es homogénea. A este respecto, la densidad media de una partición puede obtenerse mediante una medición de la transmisión con un emisor de rayos gamma radiactivos. A este respecto, el flujo de neutrones dentro de las particiones de la muestra puede determinarse mediante un procedimiento analítico, que resuelve numéricamente una aproximación de difusión de la ecuación lineal de Boltzmann y calcula condiciones límite para este sistema de ecuaciones a partir de cálculos de simulación del flujo de neutrones en la cámara de muestras vacía. A este respecto, la determinación de las eficiencias de fotopico puede realizarse con resolución espacial y energética mediante un procedimiento numérico, en el que se representan las interacciones desde la emisión en la muestra (punto de origen) hasta la absorción en el detector. A este respecto, el procedimiento puede realizarse de manera iterativa con respecto a la composición de la muestra hasta que se estabiliza la composición calculada de la muestra. A este respecto, todas las áreas de fotopico detectadas, generadas por diferentes emisiones gamma de un elemento en la muestra, se consideran en la evaluación analítica. A este respecto, en la evaluación analítica pueden considerarse los resultados de la medición de cada partición, con lo que puede mejorarse la sensibilidad y la precisión del procedimiento de medición para toda la muestra. A este respecto, la fuente de los neutrones y la muestra pueden encontrarse en una cámara de muestras de grafito configurada como cámara de moderación. A este respecto, directamente alrededor de una/la cámara de moderación o alrededor de la cámara de muestras puede encontrarse una protección eficaz para la radiación de neutrones. A este respecto, el detector o la unidad de detección pueden encontrarse en un colimador de material protector frente a los rayos gamma. A este respecto, la geometría de la cámara de muestras y moderación y/o del portador de muestras puede reducir el gradiente de flujo de neutrones dentro de la muestra, algo que puede conseguirse en particular por medio de longitudes de moderación variables (trayecto entre fuente de neutrones/punto de origen de neutrones y muestra), con el efecto de que se reduce o cambia el gradiente de flujo de neutrones.
- 40 Al menos uno de los objetivos mencionados anteriormente también se alcanza mediante un dispositivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones según la reivindicación 13.
- 45 De este modo se obtienen las ventajas mencionadas anteriormente, en particular en relación con una señal de fondo reducida o minimizada mediante el dispositivo y/o el procedimiento.
- 50 Como detector individual (de una unidad de detección) se utiliza preferiblemente un detector de semiconductor o de centelleo, es decir, un detector con alta resolución energética, configurado para la medición de la radiación gamma instantánea y retardada. El procedimiento se varía por medio de una cámara de moderación prevista independientemente de la cámara de muestras. La cámara de moderación puede estar prevista/instalada por defecto de manera estacionaria en el dispositivo. El proceso de una moderación puede realizarse de manera deseada en la cámara de muestras, en la cámara de moderación y/o en la propia muestra.
- 55 Los respectivos detectores del dispositivo pueden enfocarse a través de al menos un colimador. Un colimador configurado para fijar o limitar o ajustar el campo de visión del detector proporciona en particular la ventaja de una SNR mejorada especialmente también en relación con una irradiación continua. La muestra puede medirse además con colimación de partición.
- 60 Preferiblemente varios detectores están dispuestos al mismo nivel de altura, en particular al nivel de altura de la fuente de neutrones o del punto de origen de neutrones. Preferiblemente el o los detectores están dispuestos lo más cerca posible del punto de origen de neutrones. Esto proporciona buenos resultados de medición o permite la minimización de señales de fondo. En una vista en planta en una disposición al mismo nivel de altura los detectores están desplazados preferiblemente por menos de 90° en la dirección circunferencial con respecto al punto de origen de neutrones, por ejemplo, por 60 o 75°.

A este respecto, como punto de origen de neutrones se entenderá preferiblemente el lugar o la posición donde se emiten los neutrones, en particular donde se irradian a la cámara de muestras sobre la muestra. El generador de neutrones puede estar dispuesto independientemente de la posición del punto de origen de neutrones, o bien fijar la posición del punto de origen de neutrones.

El colimador, al igual que una/la cámara de moderación, puede estar instalado de manera fija, con un único ajuste o una única configuración predefinidos. Opcionalmente el colimador también puede presentar varios ajustes, en cada caso para un campo de visión predefinible, por ejemplo, un primer ajuste con un campo de visión relativamente amplio/ancho, un segundo ajuste con un campo de visión medio y un tercer ajuste con un campo de visión relativamente estrecho/delgado/enfocado, pudiendo cambiarse el colimador entre los ajustes.

Según un ejemplo de realización el dispositivo comprende al menos un componente que atenúa una señal de fondo del dispositivo del siguiente grupo: al menos un colimador que limita el campo de visión del (respectivo) detector a la muestra, en particular a una partición de la muestra, preferiblemente un colimador de plomo o bismuto, y/o una cámara de moderación de grafito, y/o una protección de polietileno borado, y/o una cámara de muestras y/o un portador de muestras en cada caso al menos en parte de grafito o plásticos totalmente fluorados o berilio. De este modo puede conseguirse en particular una SNR mejorada. El colimador presenta preferiblemente un grosor de pared de al menos 5 cm. El dispositivo puede analizar la muestra de manera no destructiva y a este respecto evaluar la radiación gamma emitida con respecto a numerosos aspectos. El dispositivo no se limita a la evaluación de un determinado tipo de radiación gamma o a un determinado intervalo de tiempo.

Se ha demostrado que un ángulo ventajoso entre el generador de neutrones y el detector se sitúa entre 50 y 90°, en particular porque de este modo puede evitarse que el detector se exponga a un flujo de neutrones demasiado alto. Además, en este intervalo angular, el detector puede enfocarse en una región en la que el flujo de neutrones en la muestra es lo más alto posible.

Hasta ahora la radiación gamma a partir de las interacciones inelásticas (procesos de dispersión), en los sistemas utilizados hasta el momento generaba una señal de fondo tan fuerte que sólo después de un determinado tiempo de espera (intervalo de tiempo) tras un pulso de neutrones era posible la detección de la radiación gamma. Los detectores utilizados hasta el momento o los detectores en los sistemas utilizados hasta el momento eran hasta el momento poco después de un respectivo pulso de neutrones casi "ciegos". La tasa de la señal demasiado elevada llevaba a una paralización del detector. Entonces, el detector necesitaba en cada caso un determinado tiempo de espera hasta que pudiera volver a realizarse una detección, es decir, hasta una nueva reducción de la tasa de la señal.

Según un ejemplo de realización el dispositivo comprende además un producto de programa informático o una memoria de datos, estando configurado el producto de programa informático para la determinación de al menos un elemento de la muestra mediante la evaluación de la radiación gamma medida basándose en eficiencias de fotopico dependientes de la energía así como el flujo de neutrones y espectro de neutrones dentro de la muestra o dentro de una partición individual de la muestra mediante un procedimiento analítico, en particular basándose en al menos una de las relaciones ya descritas anteriormente con respecto al producto de programa informático. Estas fórmulas o relaciones pueden estar depositadas en cada caso como una de varias bases de cálculo en una memoria de datos, por medio de la cual interactúa el producto de programa informático o accede a las mismas. Esto proporciona además de una elevada flexibilidad en la determinación/evaluación también la opción de un análisis multielemento completamente automático e iterativo, en particular en relación con un módulo de control para controlar/regular la emisión de neutrones, detectores y/o un módulo de giro/elevación.

Según un ejemplo de realización el dispositivo presenta además un módulo de giro y/o elevación configurado para el desplazamiento de traslación y/o rotación del portador de muestras o de la muestra, preferiblemente un módulo de giro y/o elevación desacoplado de una/la cámara de muestras del dispositivo, estando dispuesto al menos un accionamiento eléctrico del módulo de giro/elevación fuera de una protección (en particular fuera de una protección de polietileno borado) del dispositivo. Esto proporciona también una buena SNR.

Según un ejemplo de realización el dispositivo presenta además una unidad para la medición de la transmisión, configurada para la determinación de la densidad media de la muestra o de la respectiva partición. La unidad de transmisión comprende un emisor de rayos gamma radiactivos, en particular Eu-154 o Co-60, y un detector para la medición de la atenuación de la radiación gamma tras penetrar en la muestra. A este respecto, el detector para la medición de la atenuación de la radiación gamma puede ser uno de los detectores para la radiación gamma instantánea y retardada, o también puede ser un detector proporcionado específicamente para esta medición de la transmisión. Durante la medición de la transmisión la muestra no se irradia con neutrones. Esto permite la diferenciación del tipo de radiación gamma.

Según un ejemplo de realización el dispositivo comprende al menos dos detectores, en particular en una disposición simétrica con respecto al generador de neutrones y/o con respecto a al menos una fuente de neutrones o a al menos un punto de origen de neutrones del dispositivo. De este modo la respectiva partición puede posicionarse u orientarse de manera óptima delante de un respectivo detector. Las particiones también pueden definirse según su geometría en

función de la geometría de la muestra, y la muestra puede orientarse de manera correspondiente, por ejemplo, girarse completamente una vez en seis etapas de giro.

5 La traslación y/o rotación pueden realizarse de tal modo que el centro de una respectiva partición se encuentre a la altura del detector o en el eje visual del detector, o de tal modo que la muestra o partición se encuentre en un campo de visión colimado del detector.

10 Según un ejemplo de realización el dispositivo comprende además un/el módulo de control configurado para la irradiación automatizada continua y/o configurado para controlar/regular una medición automatizada con una irradiación con neutrones aplicada de manera continua independientemente del tiempo de la irradiación con neutrones simultáneamente con la irradiación continua, en particular configurado para la evaluación iterativa automatizada de la radiación gamma emitida y medida con respecto a elementos individuales o con respecto a la composición completa de la muestra o con respecto a particiones individuales de la muestra independientemente del tiempo de la irradiación con neutrones y basándose exclusivamente en parámetros determinados numéricamente o leídos por el módulo de control, independientemente de los tres parámetros de intensidad de la fuente de neutrones en la irradiación, geometría de la muestra y masa de la muestra, que pueden fijarse manual o automáticamente. Esto proporciona la posibilidad de que las etapas individuales o también todo el procedimiento puedan transcurrir de manera automatizada.

20 Según un ejemplo de realización el generador de neutrones comprende al menos una fuente de neutrones o un punto de origen de neutrones configurado para la fusión de deuterones (núcleos de deuterio), en particular con gas deuterio como blanco gaseoso o sustancia operativa gaseosa. Se ha demostrado que también mediante la fusión de deuterones puede garantizarse una intensidad lo suficientemente alta de la fuente. El uso de este intervalo de energía proporciona ventajas en la irradiación continua y también en la medición y evaluación, por un lado, debido a una baja energía de los neutrones, por otro lado, con respecto a una larga duración de irradiación. La sustancia operativa puede ser gaseosa (en lugar de sólida), de modo que ya no sea necesario un intercambio de un blanco sólido (sólido) consumido después de una determinada duración. Esto simplifica en particular el análisis por un periodo de tiempo prolongado, y puede garantizar una elevada reproducibilidad o elevada seguridad de los resultados de medición.

30 Según un ejemplo de realización el generador de neutrones es un generador de neutrones de funcionamiento eléctrico o presenta al menos una fuente de neutrones radionucleidos como, por ejemplo, una fuente de AmBe. Se prefiere un generador de neutrones que fusione deuterones y que por medio de esta reacción de fusión emita neutrones con una energía inicial de 2,45 MeV. A este respecto, opcionalmente también puede producirse una irradiación pulsada especialmente a 2,45 MeV. Por el contrario, en la irradiación pulsada hasta el momento a menudo se utilizaba un generador de neutrones para la fusión de tritio-deuterio (14,1 MeV), para neutrones con exactamente este valor de energía. Según un ejemplo de realización el al menos un detector es un detector de semiconductor o de centelleo. Esto permite una evaluación exacta de la radiación gamma tanto instantánea como retardada en un amplio intervalo de energía.

40 En particular también mediante el uso de un generador de neutrones configurado para la fusión de deuterones, en particular con gas deuterio como blanco gaseoso o sustancia operativa gaseosa, para la generación de neutrones rápidos para el análisis multielemento de una muestra basado en la activación de neutrones, en particular para la irradiación continua, no pulsada de la muestra, pueden implementarse las ventajas mencionadas anteriormente con un procedimiento descrito anteriormente.

45 Breve descripción de las figuras

En las siguientes figuras del dibujo se describirá la invención en más detalle, remitiéndose para los números de referencia, que no se describen explícitamente en una respectiva figura del dibujo, a las demás figuras del dibujo. Muestran:

50 la figura 1, en una vista en perspectiva y en una representación esquemática, un dispositivo para el análisis multielemento no destructivo según un ejemplo de realización;

55 las figuras 2A, 2B, 2C en cada caso, en una vista en sección, una cámara de muestras con uno o dos detectores y en una vista en detalle un detector en cada caso de un dispositivo para el análisis multielemento no destructivo según un ejemplo de realización;

60 la figura 3, en una representación esquemática y en un diagrama de flujo, las etapas individuales de un procedimiento según una forma de realización;

la figura 4, una muestra cilíndrica con una partición en forma de segmentos en rodajas, como ejemplo de una partición en un procedimiento según una forma de realización; y

65 la figura 5, en una vista en sección, una cámara de muestras con un módulo de giro y elevación dispuesto fuera de una protección, de un dispositivo según un ejemplo de realización.

## Descripción detallada de las figuras

En la figura 1 se muestra un grupo constructivo de un dispositivo 10 para el análisis multielemento no destructivo, concretamente a modo de sistema de medición para la realización del procedimiento aquí descrito para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones.

Mediante la operación de uno o varios generadores de neutrones 11 se irradia una muestra 1 de manera continua con neutrones y simultáneamente con la irradiación se mide la radiación gamma inducida/emitada de este modo. El dispositivo/sistema de medición 10 junto con la muestra 1 está compuesto en particular por los siguientes grupos constructivos: el generador de neutrones 11 comprende al menos una fuente de neutrones de funcionamiento eléctrico, en particular una fuente de neutrones, que fusiona al menos deuterio y deuterio (o deuterones), y opcionalmente permite otro tipo de fusión, en particular tritio y deuterio. En la reacción de fusión de deuterones se emiten neutrones rápidos con una energía de 2,45 MeV. A este respecto, preferiblemente se utiliza gas deuterio como blanco (no radiactivo). Opcionalmente también puede proporcionarse al menos otro valor de energía, en particular 14,1 MeV por medio del generador de neutrones. El generador de neutrones 11 se encuentra dentro de una cámara de moderación 12 y está rodeado por una protección 19. La cámara de moderación 12 está compuesta por un material, que modera los neutrones rápidos de la manera más eficaz posible y que en un proceso de moderación emite la menor cantidad de radiación gamma posible, preferiblemente grafito. La radiación gamma, que no se emite desde la muestra y que aun así se registra por el detector, se define como señal de fondo activa. El dispositivo 10 aquí descrito proporciona ventajosamente una señal de fondo minimizada, muy débil, de modo que puede medirse la radiación gamma de manera muy flexible.

Durante la irradiación la muestra 1 se encuentra sobre un portador de muestras 14 en el interior de una cámara de muestras 15. En el caso del portador de muestras puede tratarse por ejemplo de una mesa giratoria, una caja, un bote o una botella. Preferiblemente, como material para el portador de muestras 14 se emplea grafito, así como plástico totalmente fluorado.

El portador de muestras 14 y la cámara de muestras 15 están diseñados de tal modo que los neutrones irradian la muestra de la manera más homogénea posible (es decir, con un gradiente de flujo de neutrones local reducido) y que los neutrones, que salen de la muestra, se reflejen de nuevo de manera eficaz a la muestra. Con las interacciones entre los neutrones y el portador de muestras 14 así como la cámara de muestras 15 debería producirse una señal de fondo activa a ser posible sólo débil. Esto puede garantizarse en particular empleando como material para el portador de muestras 14 y la cámara de muestras 15 preferiblemente grafito, berilio, así como plásticos totalmente fluorados o reforzados con fibra de carbono.

El espectro gamma medido simultáneamente con la irradiación se registra mediante una unidad de detección 16 o mediante uno o varios detectores 16A, 16B. Como unidad de detección 16 pueden entenderse tanto uno como varios detectores. Mediante varios detectores puede reducirse el tiempo de medición de una muestra o con el mismo tiempo de medición puede aumentarse la sensibilidad y precisión del procedimiento de análisis multielemento. La unidad de detección 16 registra la energía de la radiación gamma, que se emite desde la muestra, y cuenta las deposiciones de energía en el detector. Alrededor de un respectivo detector 16 se encuentra un colimador 17. Por medio del respectivo colimador puede limitarse el "campo de visión" de los detectores utilizados de tal modo que principalmente se verifique radiación gamma, que se emite desde la muestra. La región con alta probabilidad de verificación para radiación gamma presenta, partiendo del detector, en particular la forma de un cono o de una pirámide. El colimador 17 está fabricado de un material, que protege de la manera más eficaz posible frente a la radiación gamma, preferiblemente plomo. El colimador, gracias al campo de visión limitado del detector, permite minimizar o atenuar la señal de fondo activa.

La muestra puede medirse segmentada/dividida. Para ello, en una medición espectrométrica gamma individual no toda la muestra, sino sólo segmentos individuales, las denominadas particiones, se encuentran en el campo de visión colimado del detector. Para posicionar las particiones individuales en el campo de visión del detector, para la rotación y/o traslación de la muestra y el portador de muestras está previsto un dispositivo de giro y elevación 18. El dispositivo de giro y elevación y el portador de muestras están unidos entre sí en particular por arrastre de fuerza y/o forma. Como los componentes del dispositivo de giro y elevación podrían aumentar la señal de fondo activa, estos grupos constructivos se colocan preferiblemente fuera de la cámara de muestras y moderación 15, 12 y fuera de la protección 19 (figura 5). Para la transmisión de fuerzas entre el dispositivo de giro y elevación y el portador de muestras 14 puede utilizarse en particular un árbol, una cadena o una correa dentada.

La protección 19 está dispuesta alrededor de la cámara de moderación y de muestras 12, 15 así como alrededor de la unidad de detección 16 y alrededor del colimador 17. La protección 19 rodea el sistema de medición y reduce la tasa de dosis local gamma y de neutrones fuera del sistema de medición. Preferiblemente como material para la parte de la protección, que principalmente protege frente a la radiación de neutrones, se emplea polietileno borado. Como materiales para la parte de la protección, que reduce o atenúa principalmente la radiación gamma, pueden emplearse hormigón, así como elementos con alto número atómico y alta densidad, como por ejemplo acero o plomo. Se ha demostrado que mediante polietileno borado en la zona de la cámara de moderación y de muestras 12, 15 o alrededor, así como alrededor de la unidad de detección 16 y alrededor del colimador 17 puede mejorarse significativamente la SNR.

5 En la figura 1 se indica además que en la máscara de entrada 23 puede introducirse o consultarse al menos una de al menos tres variables/parámetros  $v_1$ ,  $v_2$ ,  $v_3$ , en particular la intensidad de la fuente de neutrones, la geometría de la muestra y/o la masa de la muestra. Estos tres parámetros pueden determinarse según una variante también de manera completamente automática por el dispositivo 10.

10 En la disposición mostrada en la figura 1 puede realizarse una moderación en la cámara de moderación 12 separada fuera de la cámara de muestras 15. Opcionalmente también dentro de la cámara de muestras 15 puede realizarse una moderación. Una moderación puede realizarse en general en la cámara de moderación 12, en la cámara de muestras 15 y/o en la propia muestra 1.

15 En la figura 1 se muestra además una unidad de medición de transmisión 24, por medio de la cual opcionalmente puede realizarse una caracterización adicional de una muestra, en particular basándose en una irradiación con rayos gamma.

20 En la figura 1 se indican además componentes para automatizar la medición o evaluación, en particular un módulo de control 20, que está acoplado a una memoria de datos 21, a una base de datos de física nuclear 22, a una unidad/máscara de entrada 23, a una unidad de medición de transmisión 24, a una unidad de cámara 25, a una unidad de pesaje 27 y/o a un producto de programa informático 30, pudiendo estar depositado este último también en el módulo de control 20.

25 Las figuras 2A, 2B, 2C muestran un dispositivo para el análisis multielemento no destructivo, por medio del cual se realiza una medición colimada de particiones de una muestra. En la variante mostrada en la figura 2A los dos detectores 16A, 16B están dispuestos de manera simétrica con respecto a una fuente de neutrones o a un punto de origen de neutrones 11.1 del generador de neutrones 11.

30 Las figuras 2A, 2B, 2C muestran en detalle también los materiales que pueden utilizarse preferiblemente, en particular materiales para garantizar una señal de fondo débil, en particular polietileno borado M1 (en particular 5 o 10%) para la protección 19 frente a la radiación de neutrones (por segmentos también hormigón para la protección 19 frente a radiación gamma), plomo o bismuto M2 para el colimador 17 o para la protección frente a radiación gamma, grafito M3 para la cámara de moderación 12 o el portador de muestras 14 o la cámara de muestras 15, litio-6-polietileno o litio-6-silicona M6 para una protección del detector, germanio M10 para el cristal 16.1. Una zona entre componentes individuales del detector 16, en particular entre una tapa de extremo de detector 16.2 y el cristal 16.1, está llena de aire M4, en particular en el interior del colimador. En función del tipo de generador de neutrones o detector, para componentes individuales adicionales pueden seleccionarse materiales M7, M8 adecuados, en particular de la lista que comprende cobre, aluminio, plástico.

40 La figura 2A muestra a modo de ejemplo dos particiones P1, P2 de n particiones Pn en forma de segmentos cilíndricos (trozos de pastel), en una muestra cilíndrica 1. A este respecto, la muestra 1 también puede proporcionarse por ejemplo mediante un barril, con un determinado nivel de llenado de una carga o de un fluido. El barril puede presentar un volumen muy grande, por ejemplo 200 litros.

45 En la figura 2A puede reconocerse además la orientación de los componentes individuales según el eje longitudinal x, el eje transversal y el eje vertical o eje de altura z. La muestra está configurada al menos por segmentos de manera cilíndrica o por ejemplo como barril y se extiende a lo largo del eje de altura z, en particular con simetría de rotación con respecto al eje z. Por medio del módulo de elevación 18 mencionado anteriormente es posible el posicionamiento en diferentes posiciones en el eje de altura z.

50 La figura 2B muestra una variante con sólo un detector 16, que está colimado a un segmento cilíndrico. Esta disposición puede proporcionarse en particular también con un coste optimizado.

En la disposición mostrada en cada caso en las figuras 2A, 2B una moderación también puede realizarse exclusivamente dentro de la cámara de muestras 15.

55 La figura 2C muestra además una tapa de extremo de detector 16.2 y un soporte para cristal 16.3, elementos por medio de los cuales puede posicionarse y orientarse el cristal 16.1.

60 La figura 3 muestra un procedimiento en seis etapas S1 a S6, etapas que en cada caso comprenden subetapas. Entre las etapas individuales pueden estar previstos puntos de regulación R1 a R5, ya sea para una consulta por parte del usuario o para una consulta automática, por ordenador.

65 En una primera etapa S1 se produce una generación de neutrones y una irradiación de una muestra con neutrones, pudiendo comprender la primera etapa al menos una de las siguientes subetapas: ajustar (controlar o regular) la intensidad de la fuente de neutrones (S1.1), moderación (S1.2), cálculo simulado del espectro de neutrones (S1.3), cálculo simulado del flujo de neutrones (S1.4). En un primer punto de regulación R1 puede producirse en particular

una consulta opcionalmente repetida con respecto a la intensidad de la fuente de neutrones, ya sea una consulta de datos automatizada, ya sea en el contexto de una entrada del usuario/orientación al usuario.

5 En una segunda etapa S2 se produce una especificación de muestras y una medición, pudiendo comprender la segunda etapa al menos una de las siguientes subetapas: registrar la masa de la muestra y opcionalmente también la geometría de la muestra (S2.1), colimación (S2.2), registrar o ajustar la partición de la muestra (S2.3), desplazar/posicionar la muestra, en particular mediante traslación y/o rotación (S2.4). La etapa S2.1 puede realizarse en relación con una medición de la transmisión, en particular emitiéndose radiación gamma radiactiva sobre la muestra, por ejemplo, para registrar un nivel de llenado en un barril (muestra), o para determinar una densidad de matriz. La medición de la transmisión puede registrarse entonces como medición ampliada para caracterizar la muestra, y puede proporcionar datos adicionales, en particular también con respecto a la partición más apropiada posible. En un segundo punto de regulación R2 puede realizarse en particular una consulta opcionalmente repetida con respecto a la masa de la muestra, geometría de la muestra y partición, ya sea una consulta de datos automatizada en comunicación con una unidad de cámara y/o una unidad de pesaje, ya sea en el contexto de una entrada del usuario/orientación al usuario. En el segundo punto de regulación R2 puede realizarse en particular también un posicionamiento u orientación de la muestra.

20 En una tercera etapa S3 se produce una detección o una medición de la radiación gamma emitida, pudiendo comprender la tercera etapa al menos una de las siguientes subetapas: detección/medición de radiación gamma y evaluación del espectro gamma (S3.1), identificación de elementos/picos (S3.2), análisis de interferencias (S3.3), evaluación de picos, en particular evaluación con respecto a área y fondo (S3.4). En un tercer punto de regulación R3 en particular puede realizarse una transferencia y comprobación de resultados intermedios. A este respecto, el punto de regulación R3 puede comprender una comprobación de plausibilidad, en particular en el contexto de información sobre la distribución homogénea de elementos y masas en la muestra o en una respectiva partición, pudiendo producirse opcionalmente (por ejemplo, en caso de una desviación mayor de un valor umbral máximo) una iteración de vuelta a la etapa S2, en particular para una medición basándose en un nuevo enfoque colimado.

30 En una cuarta etapa S4 se produce una evaluación de la radiación gamma medida, en particular para el cálculo de la eficiencia de fotopico dependiente de la energía, pudiendo comprender la cuarta etapa al menos una de las siguientes subetapas: evaluación de interacciones dentro de la muestra (S4.1) para el cálculo de las eficiencias de fotopico dependientes de la energía, evaluación de interacciones en un respectivo detector (S4.2), determinación del ángulo sólido entre muestra y detector (S4.3), determinación de eficiencias de fotopico, en particular eficiencias de fotopico (iniciales) (S4.4). En un cuarto punto de regulación R4, en particular puede realizarse una transferencia y comprobación de resultados intermedios.

35 En una quinta etapa S5 se produce la determinación de la masa de al menos un elemento, pudiendo comprender la quinta etapa al menos una de las siguientes subetapas: determinación de al menos una masa del elemento o determinación de relaciones de masas de elementos (S5.1), determinación de al menos una sección transversal (S5.2), en particular en cada caso de la etapa S1 o la etapa S4. En un quinto punto de regulación R5 en particular puede realizarse una transferencia y comprobación de resultados intermedios. A este respecto, el punto de regulación R5 puede comprender una comprobación de plausibilidad, en particular una comparación de masas de elementos cuantificadas y la masa total de la muestra.

45 En una sexta etapa S6 se produce el cálculo de los neutrones, pudiendo comprender la sexta etapa al menos una de las siguientes subetapas: evaluación de interacciones, en particular interacciones de los neutrones dentro de la muestra (S6.1), en particular mediante aproximación de difusión, evaluación de un espectro de neutrones (S6.2), evaluación de un flujo de neutrones (S6.3), en particular mediante aproximación de difusión.

50 Los puntos de regulación R1 a R5 pueden comprender en cada caso una retroalimentación opcional (bucle de control) a la etapa anterior, en particular en el contexto de una comprobación de una entrada de usuario o de un resultado intermedio. Las etapas S4 a S6 pueden realizarse de manera iterativa independientemente de los puntos de regulación individuales, en particular de manera continua durante la evaluación de radiación gamma desde muestras irradiadas de manera continua. La iteración se interrumpe cuando ya no cambia la masa del elemento a determinar o al menos ya no cambia de manera considerable, por ejemplo, a partir de un valor umbral predefinible para una diferencia.

55 La figura 4 muestra el campo de visión de un respectivo detector 16A, 16B en el ejemplo de una muestra 1 cilíndrica dividida en rodajas y segmentos de círculo P1, P2, Pn. A este respecto, el campo de visión del respectivo detector 16A, 16B no tiene que coincidir o estar alineado necesariamente con una respectiva partición. En la evaluación puede considerarse en qué medida una partición adyacente se sitúa en el campo de visión del respectivo detector y se evalúa simultáneamente o debe excluirse. En cualquier posición de altura hay 12 particiones. Entonces puede analizarse toda la muestra mediante seis giros y mediante el número correspondiente de etapas de desplazamiento en altura por traslación (en este caso cinco niveles, es decir, cuatro etapas de desplazamiento en la dirección z). Cada partición se irradia y mide por ejemplo por un periodo de tiempo de desde unos pocos segundos a minutos.

65 En la figura 5 se muestra un dispositivo 10 en el que es posible desplazar el portador de muestras 14 en altura por un trayecto considerable (flecha con línea de puntos) hacia arriba. La cámara de muestras 15 está delimitada por material

5 M3, material M3 que junto con la muestra 1 puede desplazarse a una cavidad llena de aire por encima de la muestra 1. El módulo de giro y de elevación 18 está unido con el portador de muestras 14 por medio de un acoplamiento que comprende un árbol 18.1, aunque independientemente de esto se dispone fuera de la protección frente a los neutrones y se aísla de la cámara de muestras. De este modo puede garantizarse que los neutrones no lleguen al módulo de giro y de elevación. Se evita un desplazamiento de los neutrones al módulo de giro y de elevación. El material, en el que se guía el árbol 18.1, es preferiblemente grafito. Como se indica en la figura 5, en un bloque de grafito puede estar previsto un paso para el árbol 18.1. El módulo de giro y de elevación 18 está unido con el portador de muestras 14 preferiblemente de manera exclusiva por medio del árbol 18.1. La protección frente a los neutrones se interrumpe entonces exclusivamente por el árbol. El módulo de giro y de elevación está dispuesto de manera aislada detrás de la protección eficaz frente a los neutrones.

Lista de números de referencia

15	1	muestra
	10	dispositivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones
	11	generador de neutrones
20	11.1	fuelle de neutrones o punto de origen de neutrones
	12	cámara de moderación
25	14	portador de muestras
	15	cámara de muestras
	16	unidad de detección
30	16A, 16B	detector individual
	16.1	cristal de un detector individual
35	16.2	tapa de extremo de detector
	16.3	soporte para cristal
	17	colimador
40	18	módulo de giro y de elevación
	18.1	acoplamiento, en particular árbol
45	19	protección
	20	módulo de control
	21	memoria de datos
50	22	base de datos de física nuclear
	23	unidad/máscara de entrada
55	24	unidad de medición de transmisión
	25	unidad de cámara
	27	unidad de pesaje
60	30	producto de programa informático
	A16	eje visual del detector
65	M1	material 1, en particular polietileno borado y/u hormigón
	M2	material 2, en particular plomo y/o bismuto

## ES 2 831 850 T3

	M3	material 3, en particular grafito
5	M4	material o medio 4, en particular aire
	M6	material 6, en particular litio-polietileno y/o litio-silicona
	M7	material 7, en particular aluminio plástico reforzado con fibra de carbono
10	M8	material 8, en particular cobre o plástico
	M10	material 10, en particular germanio
15	P1, P2, Pn	particiones de la muestra
	R1	primer punto de regulación
	R2	segundo punto de regulación
20	R3	tercer punto de regulación
	R4	cuarto punto de regulación
	R5	quinto punto de regulación
25	S1	primera etapa, en particular generación de neutrones e irradiación con neutrones
	S1.1	ajustar (controlar o regular) la intensidad de la fuente de neutrones
30	S1.2	moderación
	S1.3	cálculo simulado del espectro de neutrones
	S1.4	cálculo simulado del flujo de neutrones
35	S2	segunda etapa, en particular especificación de muestras y medición
	S2.1	registrar la masa de la muestra y/o geometría de la muestra y/o medición de la transmisión
40	S2.2	colimación
	S2.3	registrar o ajustar la partición de la muestra
	S2.4	desplazar/posicionar la muestra, en particular mediante traslación y/o rotación
45	S3	tercera etapa, en particular detección/medición de la radiación gamma emitida y evaluación de la radiación gamma medida
	S3.1	detección/medición de la radiación gamma o evaluación del espectro gamma
50	S3.2	identificación de elementos/picos
	S3.3	análisis de interferencias
55	S3.4	evaluación de picos, en particular con respecto al área de pico y fondo
	S4	cuarta etapa, en particular evaluación de la radiación gamma medida
	S4.1	evaluación de interacciones dentro de la muestra
60	S4.2	evaluación de interacciones en el detector
	S4.3	determinación del ángulo sólido entre muestra y detector
65	S4.4	determinación de eficiencias de fotopico, en particular eficiencias de fotopico iniciales

## ES 2 831 850 T3

	S5	quinta etapa, en particular determinación de al menos un elemento, en particular de la masa
	S5.1	determinación de al menos una masa del elemento o de relaciones de masas de elementos
5	S5.2	determinación de al menos una sección transversal
	S6	sexta etapa, en particular cálculo de los neutrones
	S6.1	evaluación de interacciones dentro de la muestra
10	S6.2	evaluación de un espectro de neutrones
	S6.3	evaluación de un flujo de neutrones
15	v1	primera variable/primer parámetro, en particular de entrada manual, en particular intensidad de la fuente de neutrones
	v2	segunda variable/segundo parámetro, en particular de entrada manual, en particular geometría de la muestra
20	v3	tercera variable/tercer parámetro, en particular de entrada manual, en particular masa de la muestra
	x	eje longitudinal
	y	eje transversal
25	z	eje vertical o eje de altura

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones, con las etapas de:

5 generar neutrones rápidos con energía en el intervalo de 10 keV a 20 MeV;

irradiar una muestra (1) con los neutrones, comprendiendo el procedimiento una moderación de los neutrones rápidos;

10 medir la radiación gamma emitida desde la muestra irradiada para la determinación de al menos un elemento de la muestra;

15 produciéndose la irradiación de la muestra de manera no pulsada de forma continua, produciéndose la medición durante la irradiación, midiéndose y evaluándose para la determinación del al menos un elemento al menos radiación gamma instantánea o tanto instantánea como retardada a partir de la irradiación continua con neutrones, caracterizado por que la determinación comprende: la determinación con resolución energética del flujo de neutrones dentro de la muestra o de las particiones individuales de la muestra mediante un procedimiento analítico y la determinación de eficiencias de fotopico dependientes de la energía de la radiación gamma emitida.

20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, generándose neutrones con un valor de energía de los neutrones de 2,45 MeV o con al menos un valor de energía de los neutrones del siguiente grupo: 2,45 MeV, 14,1 MeV; o generándose neutrones con una energía de los neutrones de como máximo 10 MeV.

25 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, midiéndose y evaluándose para la determinación adicional de al menos un elemento al menos temporalmente de manera exclusiva radiación gamma retardada a partir de una irradiación continua con neutrones; o midiéndose la muestra (1), en particular particiones individuales (P1, P2, Pn) de la muestra, de manera colimada, en particular por medio de al menos un detector (16A) o por medio de una pluralidad de detectores (16A, 16B) con un campo de visión colimado de manera específica con respecto a la geometría de la partición; o produciéndose la medición, determinación y/o evaluación individualmente con respecto a particiones individuales (P1, P2, Pn) de la muestra, particiones que están predefinidas o pueden fijarse manual o automáticamente, en particular mediante colimación.

35 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, midiéndose para la determinación de al menos un elemento la radiación gamma emitida desde la muestra (1) con resolución energética, concretamente mediante la determinación de tasas de recuento de fotopicos, comprendiendo la determinación una evaluación con resolución energética de la radiación gamma medida según al menos un espectro gamma, concretamente según un espectro gamma detectado con un respectivo detector (16A, 16B); o comprendiendo la medición/evaluación una medición/evaluación con resolución energética de la intensidad de la radiación gamma emitida desde la muestra (1).

40 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la determinación una evaluación de la radiación gamma medida, comprendiendo la evaluación: correlacionar al menos un fotopico de una representación de tasa de recuento-energía basándose en su energía con un elemento de la muestra (1); o comprendiendo además la evaluación: cuantificar la fracción de masa de al menos un elemento de la muestra, en particular evaluándose la cantidad de al menos un elemento contenido en la muestra tras restar una señal de fondo del área neta de un/del fotopico, que produce el elemento en una representación de tasa de recuento-energía; o subdividiéndose la muestra (1) en particiones (P1, P2, Pn) y midiéndose y evaluándose la radiación gamma emitida con respecto a una respectiva partición.

50 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la determinación una evaluación de la radiación gamma medida, produciéndose la evaluación basándose en la suposición de una distribución homogénea de masas y/o elementos en la muestra (1), en particular de una distribución homogénea de masas y/o elementos en al menos una de varias particiones (P1, P2, Pn) de la muestra; o comprendiendo la determinación una evaluación de la radiación gamma medida, comprendiendo la evaluación: calcular el flujo de neutrones dentro de la muestra (1), en particular dentro de una respectiva partición (P1, P2, Pn) de la muestra, basándose en una aproximación de difusión de la ecuación lineal de Boltzmann, en particular con resolución espacial y/o energética, en particular basándose en la siguiente relación:

$$\Phi(\underline{x}, E_n) = \int_{S^2} \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) d\Omega ;$$

60 o calcular el espectro de neutrones dentro de la muestra (1), en particular dentro de una respectiva partición (P1, Pn, Pn) de la muestra, en particular con resolución espacial y/o energética, en particular basándose en la siguiente relación:

$$\Phi(\underline{x}, E_n) = \int_{S^2} \Psi(\underline{x}, E_n, \Omega) d\Omega .$$

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, comprendiendo la determinación una evaluación de la radiación gamma medida, comprendiendo la evaluación: calcular eficiencias de fotopico dependientes de la energía así como el flujo de neutrones y espectro de neutrones dentro de la muestra (1) o dentro de una partición individual (P1, P2, Pn) de la muestra, en particular calcular el flujo de neutrones y espectro de neutrones mediante un procedimiento aproximado, basándose en cada caso en la siguiente relación:

$$\Phi(x, E_n) = \int_{S^2} \Psi(x, E_n, \Omega) d\Omega ;$$

10 o comprendiendo la determinación una evaluación de la radiación gamma medida, analizándose en la evaluación una pluralidad de energías gamma en cada caso de al menos un elemento en una respectiva partición (P1, P2, Pn) de la muestra (1) al cuantificar la fracción de masa de un respectivo elemento de la respectiva partición basándose en la siguiente relación:

$$(P_R)_{E_Y}^i = \frac{N_A}{M} \cdot \sum_{k=1}^N m_k \cdot \epsilon_{E_Y}^{i \leftarrow k} \cdot \sigma_{E_Y}^{ik} \cdot \Phi_k^i$$

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, realizándose el procedimiento basándose en las variables de entrada de intensidad de la fuente de neutrones, geometría de la muestra y masa de la muestra, en particular basándose exclusivamente en estas tres variables de entrada; o realizándose el procedimiento de manera automatizada, en particular mediante la evaluación de la radiación gamma medida basándose exclusivamente en parámetros determinados numéricamente, independientemente de los tres parámetros de intensidad de la fuente de neutrones en la irradiación, geometría de la muestra y masa de la muestra; o realizándose para caracterizar la muestra al menos una medición del siguiente grupo: medición de la transmisión, pesaje de muestras, detección óptica de la geometría de la muestra; o realizándose el procedimiento de manera iterativa con respecto a elementos individuales o con respecto a la composición completa de la muestra o con respecto a particiones individuales de la muestra.

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, realizándose el procedimiento utilizando un generador de neutrones (11) configurado para la fusión de deuterones, en particular con gas deuterio como sustancia operativa, para la generación de neutrones rápidos para el análisis multielemento de una muestra basado en la activación de neutrones, en particular para la irradiación continua, no pulsada de la muestra.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, realizándose el procedimiento por medio de un módulo de control (20) configurado para controlar al menos un generador de neutrones (11) del dispositivo para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones, estando configurado el generador de neutrones (11) para la generación de neutrones rápidos con energía en el intervalo de 10 keV a 20 MeV, estando configurado el módulo de control (20) para controlar el generador de neutrones para generar los neutrones y para irradiar una muestra (1) de manera continua y no pulsada, y estando configurado además el módulo de control para controlar al menos un detector (16, 16A, 16B) para la medición continua y/o temporal de la radiación gamma emitida desde la muestra o una partición individual (P1, P2, Pn) de la muestra simultáneamente con la irradiación.

11. Uso de una unidad de detección (16) con al menos un detector (16A, 16B) en un procedimiento para el análisis multielemento de una muestra (1) según una de las reivindicaciones anteriores basado en la activación de neutrones configurado para la medición continua de la radiación gamma tanto instantánea como retardada emitida por la irradiación continua de la muestra con neutrones, midiéndose la radiación gamma al menos en parte también de manera continua y simultáneamente con la irradiación continua, produciéndose el uso de la unidad de detección (16) con una pluralidad de detectores (16A, 16B) en cada caso de manera colimada o con colimación de partición o de manera que puede colimarse de forma ajustable con respecto a al menos una partición (P1, P2, Pn) o con respecto a al menos una geometría predefinible de una partición.

12. Producto de programa informático (30) para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones según un procedimiento según una de las reivindicaciones del procedimiento anteriores, y configurado para la determinación de al menos un elemento de una muestra (1) irradiada de manera no pulsada y continua con neutrones mediante la evaluación de la radiación gamma emitida desde la muestra, concretamente de la radiación gamma instantánea y/o retardada, basándose en eficiencias de fotopico dependientes de la energía así como el flujo de neutrones y espectro de neutrones dentro de la muestra o dentro de una partición individual (P1, P2, Pn) de la muestra, y configurado para evaluar al menos radiación gamma instantánea o tanto instantánea como retardada a partir de una irradiación continua con neutrones, caracterizado por que la determinación comprende: la determinación con resolución energética del flujo de neutrones dentro de la muestra o de las particiones individuales de la muestra mediante un procedimiento analítico y la determinación de eficiencias de fotopico dependientes de la energía de la radiación gamma emitida, en particular configurado para evaluar la radiación gamma medida con colimación de partición basándose en la siguiente relación:

$$(P_R)_{E_Y}^i = \frac{N_A}{M} \cdot \sum_{k=1}^n m_k \cdot \varepsilon_{E_Y}^{i+k} \cdot \sigma_{E_Y}^{ik} \cdot \Phi_k^i$$

5 13. Dispositivo (10) para el análisis multielemento basado en la activación de neutrones, con: un generador de neutrones (11) configurado para generar neutrones rápidos con energía en el intervalo de 10 keV a 20 MeV; una cámara de muestras y moderación (15, 12) y un portador de muestras (14) dispuesto en la misma; una unidad de detección (16) con al menos un detector (16A, 16B) configurado para la medición de la radiación gamma emitida desde una muestra irradiada para la determinación de al menos un elemento de la muestra; estando configurado el dispositivo (10) para la irradiación no pulsada y continua de la muestra (1) y estando configurado para la medición de la radiación gamma al menos instantánea o tanto instantánea como retardada, emitida desde la muestra irradiada de manera  
10 continua durante la irradiación, además con un módulo de control (20) configurado para la irradiación automatizada continua y configurado para controlar/regular una medición automatizada de la irradiación con neutrones aplicada de manera continua durante la irradiación, caracterizado por que el dispositivo está configurado para la determinación de al menos un elemento, determinándose el flujo de neutrones dentro de la muestra o de las particiones individuales de la muestra mediante un procedimiento analítico con resolución energética y determinándose eficiencias de fotopico  
15 dependientes de la energía de la radiación gamma emitida, en particular configurado para realizar un procedimiento según una de las reivindicaciones del procedimiento anteriores.

20 14. Dispositivo según la reivindicación del dispositivo anterior, comprendiendo el generador de neutrones (11) una fuente de neutrones (11.1) configurada para la fusión de deuterones, en particular con gas deuterio como sustancia operativa; o comprendiendo el dispositivo al menos un componente que atenúa una señal de fondo del dispositivo del siguiente grupo: al menos un colimador (17) que limita el campo de visión del detector a la muestra, en particular a una partición de la muestra, preferiblemente un colimador de plomo o bismuto, y/o estando compuesta la cámara de moderación (12) de grafito, y/o una protección (19) de polietileno borado, y/o una cámara de muestras (15) y/o un portador de muestras (14) en cada caso al menos en parte de grafito o plásticos totalmente fluorados o berilio.

25 15. Dispositivo según una de las reivindicaciones del dispositivo anteriores, que comprende además un producto de programa informático (30) o una memoria de datos (21), estando configurado el producto de programa informático para la determinación de al menos un elemento de la muestra (1) mediante la evaluación de la radiación gamma medida basándose en eficiencias de fotopico dependientes de la energía así como el flujo de neutrones y espectro de  
30 neutrones dentro de la muestra o dentro de una partición individual (P1, P2, Pn) de la muestra mediante un procedimiento analítico; además con un módulo de giro y/o elevación (18) configurado para el desplazamiento de traslación y/o rotación de un/del portador de muestras (14) o de la muestra, preferiblemente de un módulo de giro y/o elevación desacoplado de una/de la cámara de muestras (15) del dispositivo; y además con el módulo de control (20) configurado para la irradiación automatizada continua y/o configurado para controlar/regular una medición  
35 automatizada de la irradiación con neutrones aplicada de manera continua durante la irradiación, en particular configurado para la evaluación iterativa automatizada de la radiación gamma emitida y medida con respecto a elementos individuales o con respecto a la composición completa de la muestra o con respecto a particiones individuales de la muestra basándose exclusivamente en parámetros determinados numéricamente o leídos por el módulo de control, independientemente de los tres parámetros de intensidad de la fuente de neutrones en la  
40 irradiación, geometría de la muestra y masa de la muestra.

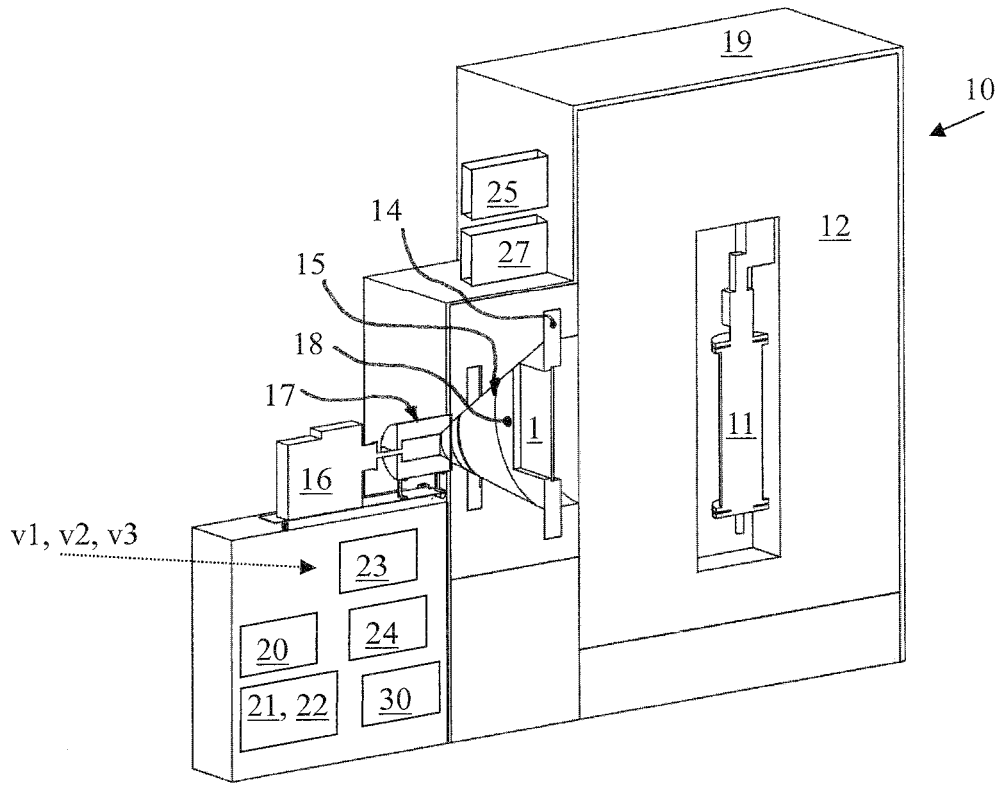


Fig. 1

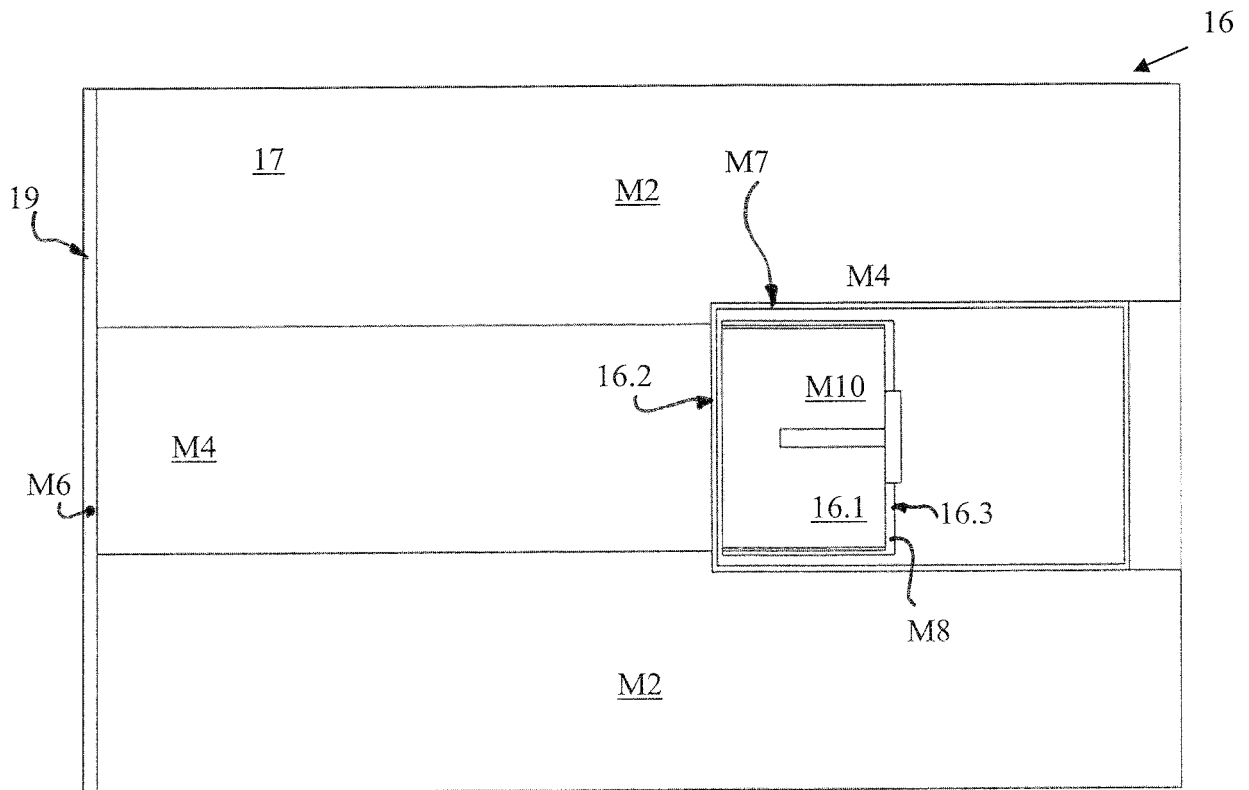


Fig. 2C

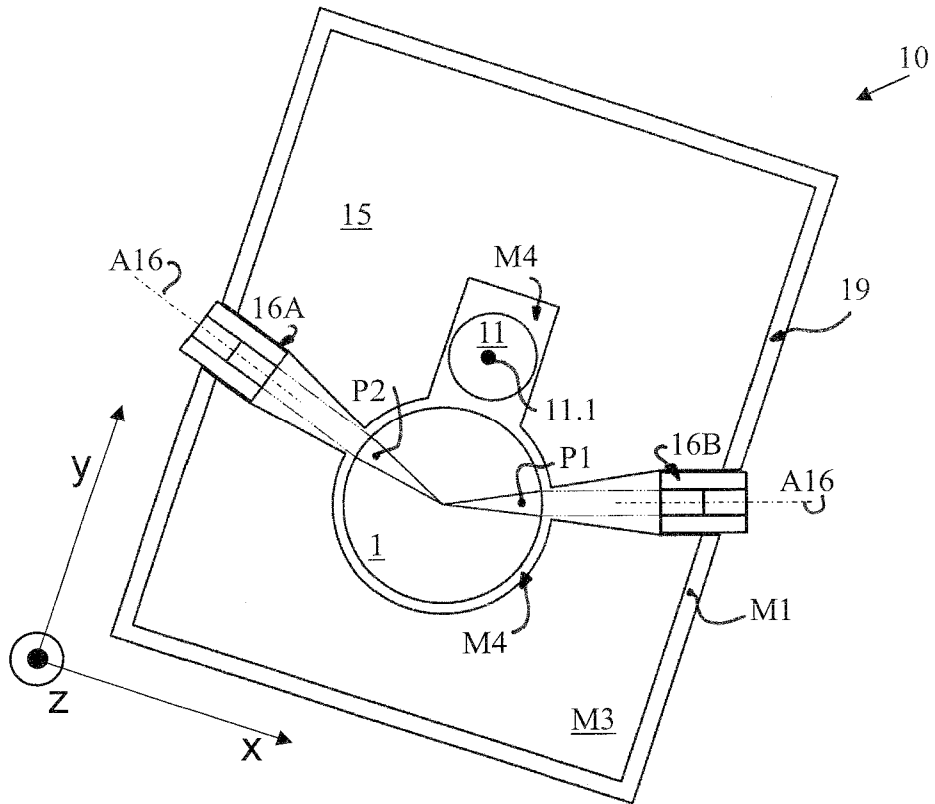


Fig. 2A

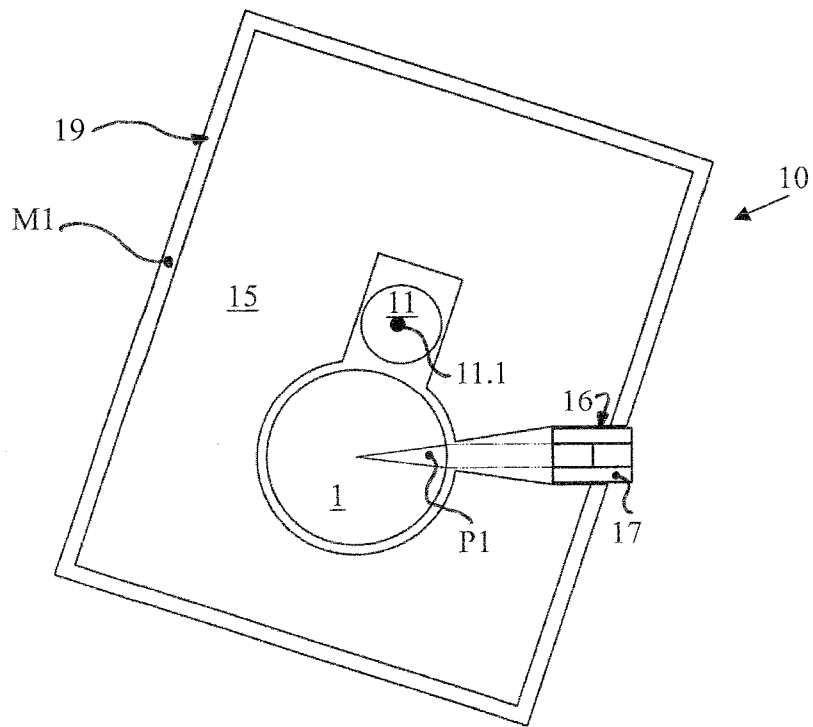
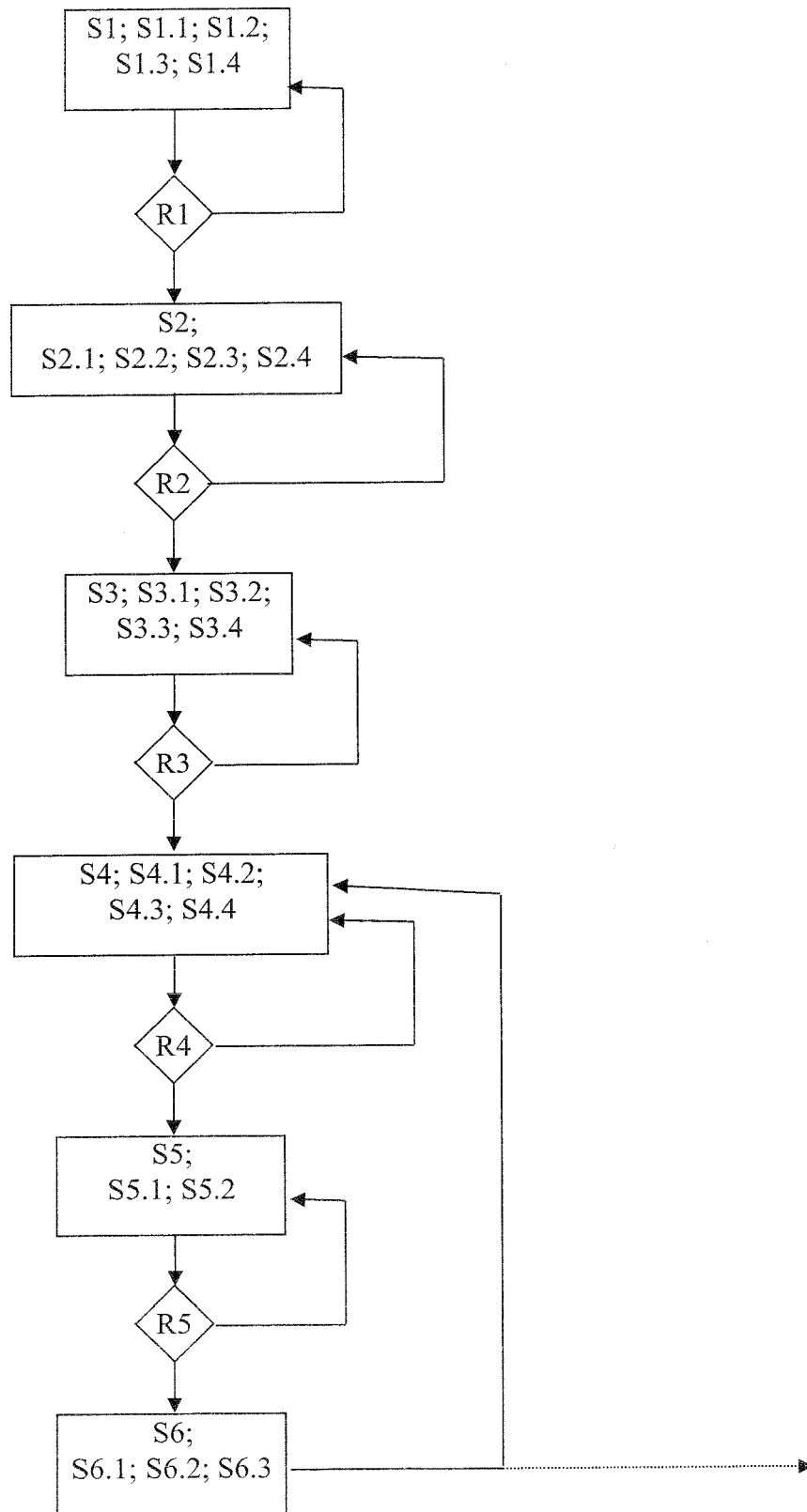


Fig. 2B

Fig. 3



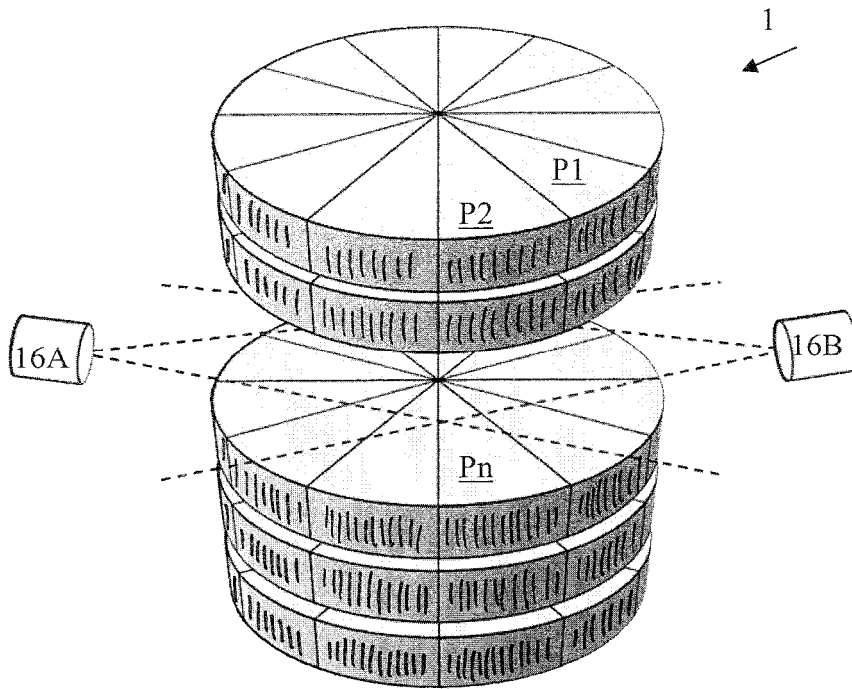


Fig. 4

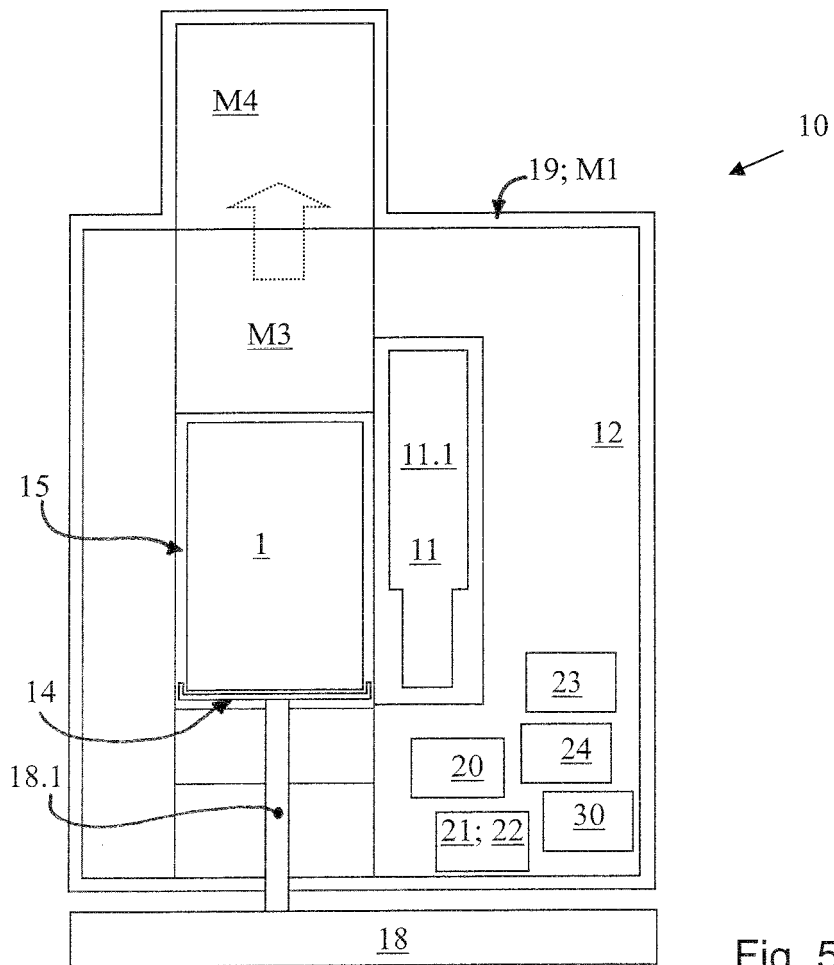


Fig. 5