Anyagvizsgálat neutronbesugárzással – új lehetőségek

Rosta László[1], Kis Zoltán[2], Mezei Ferenc[1,3], Szentmiklósi László[2]
[1]Budapesti Neutron Centrum - MTA Wigner Fizikai Kutatóközpont
[2]Budapesti Neutron Centrum - MTA Energiatudományi Kutatóközpont
[3]MIRROTRON Kft.
1121 Budapest, Konkoly-Thege Miklós út 29-33.

Összefoglaló: A neutronokkal történő besugárzás nemcsak az anyagok módosítására (pl. radioizotópok előállítása), hanem az anyagi tulajdonságok felderítésére is használható. Az elektromosan semleges részecskék mélyen behatolnak a vizsgálandó anyagmintákba, és útjuk során különböző magreakciókban vesznek részt. A neutronok szerepe a roncsolásmentes anyagvizsgálatban alapvetően háromféle lehet. i) Sugárzásos neutronbefogás: a besugárzás során végzett gamma-spektroszkópiával az elemösszetétel meghatározása. ii) Neutronszórás/diffrakció: mikroszerkezet meghatározása, azaz kristályos és amorf anyagok, folyadékok, gélek stb. atomi, molekuláris, ill. nano-struktúráinak méréssel és modellezéssel történő meghatározása. iii) Képalkotás: heterogén tárgyak átvilágítása (tömbi anyagok belső topológiájának feltérképezése). A neutronnyalábokkal való vizsgálati eljárások eddig is lényeges szerepet játszottak számos ipari alkalmazásban, de a neutronforrások költségei, helyileg korlátozott hozzáférhetősége miatt a neutronos módszerek rutin felhasználása kevéssé terjedt el. Napjainkban viszont új korszak nyílhat és ebben nemzetközi szinten is úttörő szerep juthat Magyarországnak. Egyfelől, az MTA csillebérci kampuszán 60 éve megbízhatóan működik a Budapesti Kutatóreaktor (BKR), amely a kutatási és mérnöki feladatok széles körét szolgálja ki 15 mérőberendezésével, a fent felsorolt technikák alkalmazásával. Az elmúlt pár évben a BKR-nál nemzetközileg is egyedülálló műszeregyüttest és szakmai kompetenciát fejlesztettünk ki anyagvizsgálati feladatok sokrétű megoldására. Másfelől, hamarosan megvalósulnak az alacsony költségű és helyigényű, úgynevezett kompakt neutronforrások (vagyis nem atomreaktorok), amelyek a neutronos anyagvizsgálati eljárásokat sokkal hozzáférhetőbbé teszik ipari és egyetemi környezetben. Európában elsőként épül fel 2021-re egy ilyen kompakt neutronforrás prototípusa Martonvásáron, a MIRROTRON Kft. és az MTA EK közös, zöldmezős beruházásában. Alább az elmúlt közel egy évtizedben a BKR-nél elvégzett számos anyagvizsgálati feladatból mutatunk be példákat. Többek között robbanómotorok dugattyúinak, helikopter forgószárny-lapátjainak anyaghibáit, vagy csapágyak átvilágításával a Röntgen-technikák lehetőségeit messze meghaladó képalkotási eljárásokkal az alkatrészek belső hibáit derítettük fel. Ugyanezekkel a módszerekkel bepillantást nyerhetünk nemcsak napjaink, hanem a régmúlt tárgyaiba is. Régészeti leletek, műalkotások roncsolásmentes vizsgálati eredményei segítenek a tárgyak eredetének, korabeli gyártási technológiáinak felderítésében, állaguk megóvásában.

Bevezetés

A neutront, mint elemi részecskét James Chadwick cambridge-i fizikus fedezte fel 1932-ben. Azóta a neutronok kutatása, illetve a neutronokkal történő vizsgálódás jelentős, önálló tudományterületté fejlődött. A világban nagyszámú neutronforrást létesítettek, ill. ma is építenek, mivel a neutronok egyedülálló tulajdonságai egyre több új lehetőséget kínálnak a kutatók számára az anyag- és az élettudományok, az energetika, a környezettechnológia és természetesen a fizika területén. Napjainkban a neutronkutatási tudományos eredmények egyre gyorsabban fordulnak társadalmi hasznosulásba, ill. egyre szélesebb körben terjednek a közvetlen ipari alkalmazások. A magyarországi a neutronkutatásnak komoly hagyományai vannak, ill. számos úttörő kezdeményezés és eredmény fűződik magyar kutatók nevéhez.

Az 1959 óta működő, és többször felújított Budapesti Kutatóreaktor tette lehetővé a hazai nukleáris kultúra kialakulását, amely elengedhetetlen tudományos háttere a villamos energia termelés 40%-át adó atomerőművi reaktoroknak biztonságos üzemeltetésének, valamint a lakosság mintegy 5%-át érintő egészségügyi radioizotóp felhasználást. A BKR fő profilját ma azonban a kutatási és mérnöki feladatok széles körének ellátása jelenti, ez a tevékenység a reaktorból kivezetett neutronnyalábokon üzemelő 15 kísérleti állomás felhasználásával zajlik.

1992-ben a reaktort és a hozzátartozó berendezés együttest Budapesti Neutron Centrum (BNC) néven műszerközponttá [1] szerveztük a hatékony és sokoldalú nemzetközi hasznosítás érdekében – ma

1. ábra. A legfontosabb hazai neutronos bázis, a csillebérci kutatóreaktor (BKR) 1959 óta működik. A BKR-t 1986 és 1992 között felújították, egy 2016-os tanulmány szerint pedig a műszaki állapota valószínűleg lehetővé teszi a reaktor üzemidejének tíz évvel való meghosszabbítását a jelenlegi, 2024-ig szóló engedély után is.

ez az ország legnagyobb, működő, nemzetközileg elismert és világszínvonalú műszerezettséggel rendelkező kutatási infrastruktúrája. A neutronok néhány fontos unikális tulajdonsággal rendelkeznek: nagy áthatolóképesség, nincs elektromos töltésük, érzékenyek az elemek különböző izotópjaira, van mágneses momentumuk, jellemző hullámhosszuk és sebességük az anyagszerkezeti tulajdonságok skálájával összevág. Ezt kihasználva járul hozzá a BNC anyagtudományi, mérnöki, biotechnológiai, fiziko-kémiai, szilárdtestfizikai, archeometriai problémák széles körének megoldásához, így a modern (vagy régi) anyagok egyre jobb megismeréséhez. A BNC évente több tucat hazai és nemzetközi együttműködésben megvalósuló kutatási projektet futtat, az alap- és az alkalmazott kutatási területeken egyaránt. Az elmúlt 25 évben a BNC berendezésein mintegy 3500 kísérletet végeztünk, 2500 publikáció és kb. 1000 kutatási jelentés született (projekt vagy szerződéses munkáról). A hazai neutronkutatói/felhasználói közösség 60-ról mintegy 200 főre nőtt.

Neutronforrások

Intenzív neutronnyalábok előállítására a leginkább elterjedt eljárás az atomreaktorokban lezajló láncreakció során indukált maghasadás, illetve a részecskegyorsító alapú neutronforrásoknál alkalmazott spalláció (nehéz elemek „aprítása") révén keletkezett neutronok lelassítása (moderálása) és sugárnyalábba formálása. Európában jelenleg nyolc olyan neutronforrás centrum üzemel, ahol kb. 150 különlöböző

2. ábra. A spallációs források egyik jellemző példája az ISIS (https://www.isis.stfc.ac.uk). Az Oxford melletti létesítmény lineáris gyorsítóban előállított és szinkrotron gyűrűben tárolt nagyenergiás proton nyaláb kelt neutron impulzusokat két wolfram target állomásban, melyek egy-egy 50, ill. 10 Hz-es impulzusú target-állomással üzemelő neutronforrásként mintegy 25 spektrométert szolgálnak ki.

spektrométer érhető el anyagtudományi vizsgálatokra. Ezen műszerközpontok egyike a Budapesti Neutron Centrum is. Alább egy spallációs forrást is bemutatunk [2].

Napjainkban jól megfigyelhető a neutronkutatások mega-centrumokba való koncentrálódása, így Japánban és az USA-ban már működik egy-egy megawatt osztályú spallációs forrás, és 2023-ra várható a svédországi Lund-ban épülő ESS (European Spallation Source) üzembe helyezése. Ezek mellett 3-4 nagyfluxusú reaktor (ILL-Grenoble, FRM-II München, PIK Szentpétervár) üzemelése lesz fenntartható a következő évtizedekben.

Ugyanakkor egy új trend is kibontakozóban van. A laboratóriumi méretű, vagy összehasonlításként, a klinikai MRI vagy PET berendezéseket említhetnénk ezekkel összemérhető, részecske-gyorsítókra alapozott neutronforrások fejlesztése az elmúlt 3-4 évben vett lendületet [3]. A kisenergiás proton-nyalábbal magreakció révén keltett neutrontermelés régóta ismert technika. Azonban két friss fejlesztés most ugrásszerű előrelépést hozott. Egyfelől, a *kompakt gyorsítók* – a gyógyászati alkalmazásoknak köszön-

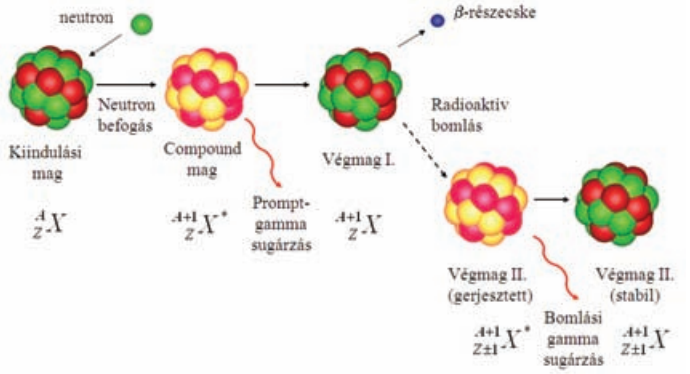
hetően – kiváló megbízhatóságú és elérhető árú ipari termékké váltak. Másfelől, a magyar fejlesztésű új *neutron moderátor koncepciónak* köszönhetően az erre alapozott kompakt neutronforrások paraméterei akár 1000-szeresen is meghaladják a korábban ismert hasonló berendezésekét.

A legkisebb hely- és költségigényt a tipikusan 2 MeV-nél alig nagyobb energiára felgyorsított protonok előállítása jelenti. Egy ehhez szűkséges gyorsító kb. 3 m hosszúságú. A neutronnyalábokat előállító target/moderátor egység szintén hasonló méretű és költségű. Tehát ma már a gyorsítóra épülő neutronforrások lényegesen gazdaságosabb megoldást jelentenek szinte minden teljesítményszinten. Vagyis a kompakt neutronforrások az anyagvizsgálatok számára az eddigieknél nagyságrenddel kisebb költséggel tudnak rendelkezésre bocsájtani neutronnyalábokat sok olyan vizsgálatokhoz, amihez eddig jóval nagyobb és drágább berendezések kellettek. Emellett helyigényük kicsi és a biztonsági előírások gyakorlati követelményei nem haladják meg a röntgen berendezések orvosi alkalmazásánál megszokottakat. Igy ezek akár egyetemeken, vagy ipari intézményekben is elhelyezhetők.

Neutronok kölcsönhatása az anyagokkal

Három fő módon lehet neutronokkal ismeretet nyerni az anyagi tulajdonságokról és tárgyak belső topológiájáról:

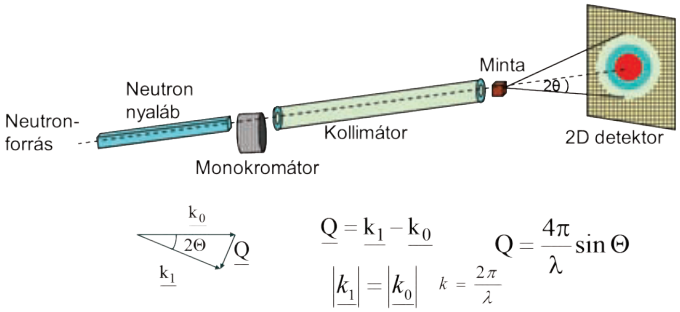
i) Neutronok elnyelődése és gamma sugarak kibocsátása a vizsgált tárgy atommagjaival való magreakció során – így a neutronokkal kétféle módon végezhetünk elemanalízist: a neutronbefogás során gerjesztett állapotba kerülő atommag azonnali (prompt) gamma-foton kibocsátásán alapuló eljárás a prompt-gamma-aktivációs analízis (PGAA). Ha a besugárzás során létrehozott atommag egy további, radioaktív bomlási lépésben az izotópra jellemző felezési idővel kibocsátott bomlási gamma sugárzát mérjük, műszeres neutron aktivációs analízisről beszélünk (NAA). A 3. ábra vázlatosan mutatja ennek a magreakciónak a sémáját. Minden elem/izotóp saját jellegzetes gamma kibocsátási spektrummal jellemezhető, amely analíziséből az anyagok elemi összetétele határozható meg.



3. ábra. A sugárzásos neutronbefogás és az azt követő radioaktív bomlás sémája

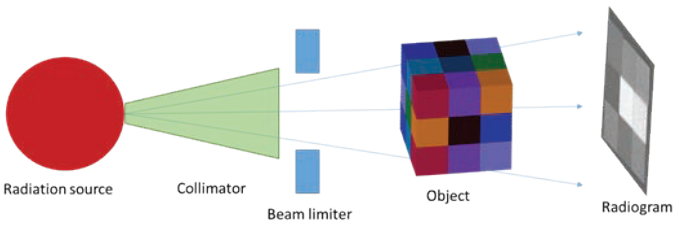
(https://www.bnc.hu/?q=radiative_neutron_capture)

ii) A neutronok gyenge kölcsönhatása az atomokkal – a neutronok iránya és sebessége megváltozik az anyagokon való áthaladás közben. Tehát az atomi közegekben szóródott neutronok intenzitás eloszlásának mérése és matematikai modellben való konverziója az anyagokról mikroszerkezeti információval szolgál. Ezt nevezik neutronszórásnak, mely lehet rugalmas – ilyen a legelterjedtebben használt diffrakció, vagy rugalmatlan, amikor a neutron energiát ad le vagy vesz fel a kondenzált közegben és ez a neutronenergia-változás az atomi, molekuláris kölcsönhatásokat jellemzi.



4. ábra. A neutronszórás sematikus ábrázolása és a szórásvektorok feltüntetése a neutron hullámhossz, ill. a szórási szög összefüggésével, mint a mérésben szereplő paraméterek.

iii) Képalkotás: miközben a neutronok áthatolnak egy tárgyon, egy részük elnyelődik vagy szóródik, vagyis nem jutnak el az érzékelőernyőre. Ezáltal abszorpciós kontraszt keletkezik, mely a tárgy belső inhomogenitásait képezi le. Ez a neutronradiográfia és -tomográfia. Az utóbbi a 3D mintavétel és matematikai rekonstrukciós algoritmusok segítségével valósul meg. A Röntgen- és a neutronradiográfia kiegészítik egymás, mivel az egyes anyagokra más-más a hatáskeresztmetszetük, vagyis más-más anyagokban képesek nagyobb anyagvastagságokat is



5. ábra. Transzmissziós képalkotás röntgen vagy neutron nyaláb segítségével.

6. ábra. A neutronok a röntgensugárzással ellentétben képesek a fémes és a könnyű elemek (pl. hidrogén tartalmú folyadékok) egyidejű leképezésére.
(https://www.bnc.hu/?q=neutron_radiography)

átvilágítani. A neutronok használata különösen akkor előnyös, ha szerves anyag, víz és fémes anyag egyszerre van jelen.

Anyagtudomány a mindennapi életben - esettanulmányok

Az elmúlt pár évben a Budapesti Neutron Centrum a fenti i)-iii) pontokban ismertetett módszerekre alapozva nemzetközileg is egyedülálló műszeregyüttest és eljárásokat fejlesztett ki roncsolásmentes anyagvizsgálati feladatok igen sokrétű és komplex megoldására – természetesen más, nem neutronos módszerekkel kiegészítve. A fent leírt neutronos technikákat a legkülönbözőbb ipari és régészeti vizsgálati/kutatási feladatok megoldására alkalmaztuk. Ezek közül mutatunk be példákat, sorrendben az elemanalízis, szerkezetvizsgálat, képalkotás alkalmazásának témakörében, ill. ezek együttes/kombinált használatából.

1. Roncsolásmentes elemösszetétel-mérés

A neutronos elemanalitikai módszerek roncsolásmentesen képesek pontos és precíz tömbi-összetétel mérésre, akár felszíni bevonat vagy korróziós réteg jelenlétében is. Kiválóan alkalmasak referencia módszernek az ipari anyagvizsgáló laborok mérési protokolljainak validálására, illetve olyan minták mérésére, ahol nem áll rendelkezésre az adott mátrixra vonatkozó, az elterjedtebb műszeres analitikai módszerek (pl. XRF, ICP-OES) által megkívánt hitelesített anyagminta (*certified reference material*, CRM).

A neutronos mérés nem igényel mintaelőkészítést, a minta eredeti állapotában mérhető, majd igény szerint a tulajdonos számára, vagy további vizsgálatok céljára visszaadható. A PGAA és az NAA módszer kiegészíti egymást a mérhető elemek és a kimutatási határok tekintetében egyaránt. A két módszer kombinációjával a periódusos rendszer csaknem egésze lefedhető.

Az egyik legkedvezőbb mátrix az elemösszetétel mérésére a félvezetőipar és a fotovoltaikus alkalmazások szempontjából fontos szilícium. A gyártási folyamatba bevitt nyersanyagok tisztaság-ellenőrzését a gyárban rutinszerűen végzik, azonban az ottani protokollt validálni kell számos elemre, kiemelten a bór analízisére. PGAA-val a Si, Fe, Mg főelemek mellett Ca, Mn, La, Ce, Cr, Ni, Cu, Ti, Sb, Zn mellékalkotókat és H, B, Cl, Nd, V és Gd nyom-szennyezőket lehetett kimutatni, míg az NAA módszer az As, Ba, Ce, Co, Cr, Cu, Eu, Fe, Ir, La, Lu, Mn, Mo, Nd, Sc, Sm, Tb, Th, U, W, Yb, Zn és Zr elemeket képes tipikusan már ppm mennyiségben is kimutatni. Az egyik vizsgálatunkban tapasztalt eltérések nyomán a USA mérésügyi intézete (NIST) – többek között a BNC-ben mért adatokra támaszkodva – felülvizsgálta a SRM 57B anyagminta (kémiai analízis-módszerek kalibrációs anyaga) bórtartalmát [4].

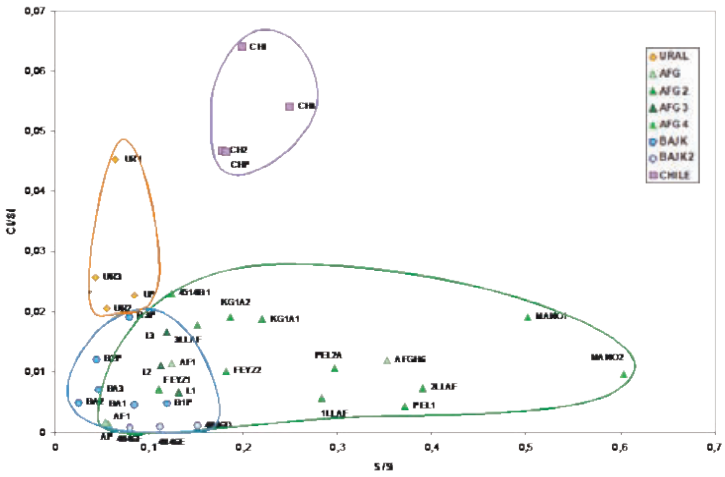
A roncsolásmentes és mintavétel nélküli elemösszetétel vizsgálatoknak különösen nagy a jelentősége a kultúrális örökség tárgyainak tanulmányozásában. Példaként a lápisz lazuli esetét mutatjuk be, többek között azért is, mert a BNC közel két évtizedre visszatekintő ilyen irányú kutatásainak köszönhetően itt halmozódott fel a világon legjelentősebb lápisz lazuli tárgykörhöz tartozó adatbázis. A lápisz lazuli az ókori Keleten már a Kr.e. IV. évezredtől kezdve ismert, és nagy becsben tartott, gyönyörű égszínkék drágakő. Nagy értéke miatt már az ókorban megpróbálták a lápisz lazulit mesterségesen előállítani, és természetesen a hamisítási próbálkozások a modern korban sem hagytak alább [5].

Régészeti szempontból fontos ismerni, hogyan lehet az egyes geológiai lelőhelyekről származó lápisz lazulikat egymástól roncsolásmentes módszerekkel

7. ábra. Lápisz lazuli kővel díszített ékszer.

megkülönböztetni. Szerencsés körülmény, hogy a világon csak kevés előfordulása, azaz kitermelésre alkalmas lelőhelye ismert. A legfontosabbak Afganisztán, az Urál hegység, Szibériában a Bajkál-tó környéke, valamint Chile. A lápisz lazuli fő alkotórésze a lazurit ásvány, a szodalitcsoport tagja, képlete $(Na,Ca)_4(Cl,SO_4,S)(AlSiO_4)_3$. A lazurit mellett kísérő ásványokként pirit (FeS_2) és kalcit ($CaCO_3$), valamint kis mennyiségben piroxének, amfibolok és csillámok fordulhatnak benne elő. Azt vizsgáltuk, hogy a tömbi elemi összetétel alapján tudunk-e különbséget kimutatni az egyes földrajzi lelőhelyek között [5].

A BNC hidegneutron sugárzásos prompt-gamma aktivációs analízis berendezésén a besugárzással egyidőben Compton-elnyomásos HPGe detektorrendszerrel vettük fel a spektrumokat, melyeket a Hypermet-PC programmal illesztjük, az elemazonosítás és a koncentrációk számítása saját PGAA-könyvtárunk segítségével történik.



8. ábra. Lápisz lazuli nyersanyagok származási helyei PGAA mérések alapján.

A kutatás során számos geológiai lelőhelyről származó lápisz lazuli mintákat mértünk, majd a kapott koncentráció adatokból kétváltozós diagramokat, ill. statisztikai elemzéseket készítettünk. Már a kezdeti mintasorozat PGAA mérési eredményei azt mutatták, hogy a chilei és uráli lápisz lazuli nyersanyagok jól elkülönülnek egymástól, valamint a bajkáli és afgán lápiszoktól.

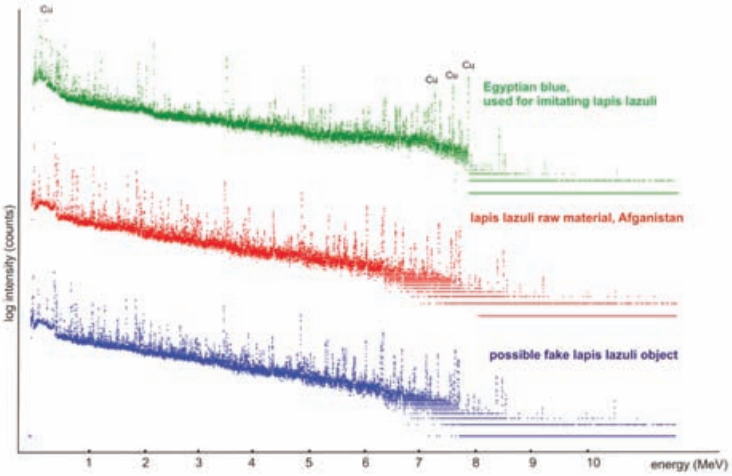
Mind az elemi, mind az ásványos összetétel meghatározása alkalmas lehet a „hamis" lápisz lazulik megtalálására, jelentse a „hamisítás" akár azt, hogy eredeti összetevőkből mesterségesen állították elő a lápisz lazulit, akár azt, hogy más anyagokkal (pld. „egyiptomi kék"-kel, azaz $CaCuSi_4O_{10}$-val) helyettesítik. Az egyiptomi kék eltérő elemösszetétele – elsősorban a magas réztartalom miatt – jól látszik a prompt-gamma spektrumokból.

A kétezres évek elején Szíriában egy ókori királysírt találtak német kutatók és igen nagy jelentőségű eredmény volt, hogy a BNC-ben elvégzett PGAA kísérletek alapján sikerült azonosítani a nagyszámú ékszer lápisz lazuli komponenseinek származási helyét (Afganisztán), ill. elkülöníteni az ókori 'hamisítvány' *egyiptomi kék*-ket.

2. Anyagfáradási – élettartam hosszabbítási probléma megoldása F-1 versenyautó motornál

Közismert, hogy a gépjárműipar új technológiai alkalmazásainak legnagyobb része a versenyautók fejlesztéséből származik. Az alábbiakban röviden egy példát mutatunk be egy Formula-1-es autón elvégzett neutronszórás-vizsgálatra. A tanulmány célja az volt, hogy a versenyszabályok megváltoztatása miatt a motor élettartamát meg kellett növelni, ugyanis előírták, hogy a versenyautóknak motorcsere nélkül legalább két versenyhétvégét (pl. időmérő edzés és a verseny) le kell tudniuk futni. A motor élettartamát a rendkívüli igénybevételnek (17000 rpm, 900 LE) kitett, minimális tömegűre munkált dugattyúk határozták meg, amelyeknél feltételezhetően a felső peremen keletkezett repedések okozták végül is a dugattyú rövid használat utáni beszorulását. A feladat tehát a repedések kialakulásának felderítése, a probléma esetleges kezelésére irányuló javaslat megtétele volt.

A kísérletekben kisszögű neutronszórással (SANS) tanulmányoztuk a széleskörűen használt AlSi2CuNiMg ötvözetből készült igazi dugattyúkban elő-

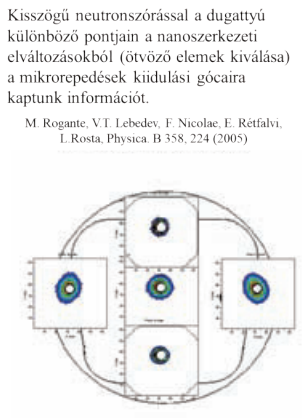


9. ábra. „Egyiptomi kék", lápisz lazuli és „hamis" lápisz lazuli PGAA spektrumai

forduló fémszerkezeti kiválások mikro-strukturális kialakulását. A vizsgálatot a világbajnok Ferrari csapat 3000 cm^3-es, hathengeres motorjainak új és használt dugattyúkoronáin végeztük. A SANS görbéket mindkét dugattyú 5-5 különböző pontján mértük meg (a lehetséges repedési gócpontokon). Az új minta központi részein izotróp szórás volt megfigyelhető, a dugattyú oldalsó részein azonban a szórás anizotroppá vált, jelezve, a gyártás által előidézett textúra jelenlétét. Továbbá, az Al-Mg-Si ötvözetek olyan mechanikai jellemzőkkel bírnak, amelyek igen érzékenyek a hőkezelésekre. A működési hőmérséklet általában nagyon közel van az elöregedési hőmérséklethez, és a korona egyes részein meg is haladja azt. Az öregedés gyakorlatilag azt jelenti, hogy a többkomponensű ötvözetben egyes alkotóelemek elkülönülnek („kiválnak") ezáltal gyengítve az eredetileg homogén ötvözet megfelelő mechanikai tulajdonságait. Tipikusan a réz az, amely ilyen precipitációs gócképzőként szerepel az anyagokban. Összehasonlítottuk a mechanikai tulajdonságok öregítési kezeléssel előidézett változásait a kiválások szerkezetében bekövetkezett változásokkal és megállapítottuk, hogy 4-20 nanométeres kiterjedésű, Cu-ban feldúsult precipitátumok keletkeznek. Kimutatható volt, hogy a használat korai stádiumban keletkezett kiválások képezik a mikro-repedések gócait és ezek terjeszkedése változó a kiválás méretétől függően; leggyorsabban a 10 nm körüli kiválások/repedések terjednek. Javasoltuk a dugattyúk gyártásközi hőkezelését, ami a kiválások homogenizálásához vezethet, így a mikro-repedések terjedése is lelassul. Így a SANS eredmények elősegítették a gyártási technológia optimalizálását, és hozzájárultak a motor élettartamának jelentős növeléséhez, sőt a teljesítmény csekély növelését is lehetővé tették, ami viszont döntően hozzájárult a Ferrari csapat akkori kiemelkedő győzelmi sorozatához.

3. Meghibásodott autóalkatrész-csapágy roncsolásmentes neutrontomográfiás vizsgálata

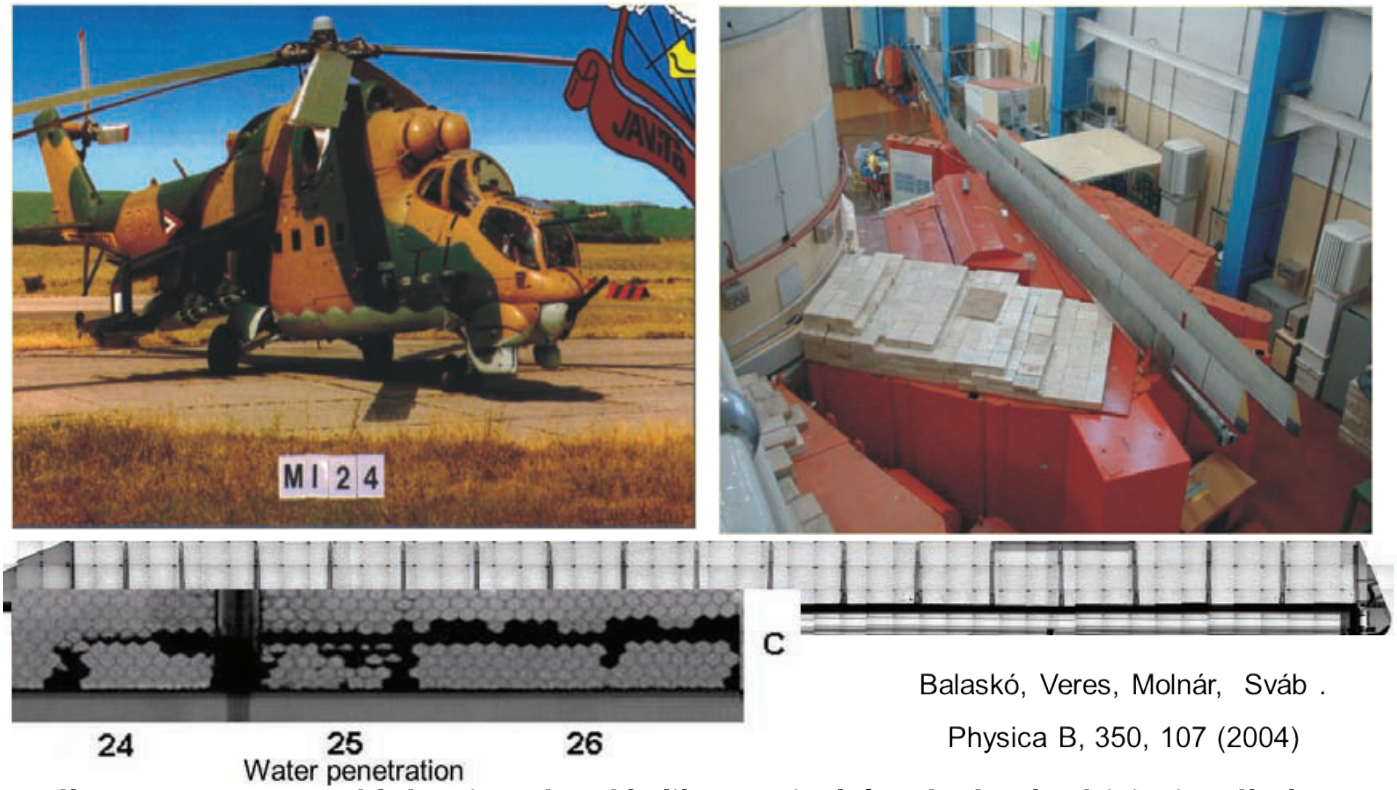
A leginkább elterjedt neutronbesugárzásos méréstechnika az ipari alkalmazásokban a radiográfia, ilyen vizsgálatokból többféle példát is bemutatunk. A BNC RAD mérőhelyén tárgyak statikus vagy dinamikus leképezése végezhető neutronokkal (ugyanott akár röntgensugárzással is kiegészítve), max. 20 cm-es látómező és számítógép-vezérelt minta-manipulátor segítségével [6]. Első példánkban egy csapágy vizsgálatot tárgyalunk. A kétsoros golyóscsapágyakat megnövelt merevséget és terhelést igénylő környezetben alkalmazzák, hogy hosszú



10. ábra. Alumínium ötvözetű dugattyúk nanoszerkezeti elváltozásainak vizsgálata kisszögű neutronszórással a használat különböző stációiban. A jobboldali ábrán a dugattyú felülnézeti képe látható és a képbe beleszerkesztettük az adott helyen felvett 2D SANS intenzitás eloszlás spektrumot, melyből megállapítottuk a precipitátumok méretét és eloszlását. Anizotrop eloszlást és a kiválások előfordulásának erőteljes geometriai függőségét mutattuk ki.

11. ábra. (bal) A vizsgált alkatrész méretei (mm): D = 42; d = 20; c = 29; C = 30. A csapágyak mérési pozícióban a jobboldali képen: új: felül, használt: alul.

12. ábra. (jobb) A neutrontomográfiás adatok függőleges és vízszintes metszetei, valamint 3D ábrázolása. Figyeljük meg az alsó alkatrészt átszövő repedéshálózatot és a golyók körüli kenőanyag hiányát: a világos részek a kenőanyagban való erősebb elnyelődést mutatják. (Kis Zoltán – BNC RAD mérőhely).



13. ábra. A Magyar Honvédség Mi-24 típusú helikoptereinek forgószárnylapátjait vizsgáltuk a BNC RAD mérőhelyén (jobboldali kép) kialakított nagyméretű mozgatószerkezet segítségével, 10x10 cm²-es látómezővel történő neutron radiográfiás átvilágítással.

időn át ellenálljon a nagy sebességű forgásnak, szélsőséges vibrációnak. Ezeket a csapágyakat a gépjárműgyártás, a nagysebességű szerszámgépek és elektromos gépek, élelmiszerfeldolgozó gépek és kriogéntechnika területén nagy volumenben építik be, pl. nedves, poros és maró hatású környezetben és éghajlaton való működésre. Gyártásuk során jellemzően forróhengerléssel, magas hőmérsékleten keményített varrat nélküli csőből állítják elő, majd hőkezelik, hogy nagy szilárdságot, alacsony kopást és meg-növelt korrózió-tűrést, alaktartást és mágneses tulajdonságokat érjenek el. A csapágyaknak az alapanyaga általában UNI 100Cr6 (AISI 52100) magas széntartalmú krómacél, amely a hordozó gyűrűk és gördülő elemek számára általánosan elfogadott alapanyag.

A vizsgálataink során egy új és egy kb. 3000 üzemórán át használt csapágyat hasonlítottunk össze neutronos képalkotás segítségével. A használt csapágy jelentős mechanikai károsodást mutatott, láthatóan a kenés elégtelensége miatt. A neutronos képalkotással, a roncsolásmentes ipari anyagvizsgálatban elterjedt röntgentomográfiával ellentétben, a fémek mellett a szerves anyagok is kiválóan megjeleníthetők. A csapágy több darabból áll, némelyike repedt és töredezett, így egy szétszedés után az eredeti állapot már nem állítható helyre. A neutronos képalkotás, a diffrakciós szerkezetvizsgálatot megelőzően, kiválóan alkalmas a megrongálódott alkatrészek 3D megjelenítésére, valamint a további vizsgálatok pozícióinak kijelölésére. Az eredményeink segítségével a gyártási-hőkezelési folyamat javítható és a termék élettartalma jelentősen megnövelhető. A vizsgálatok 2018-ban a Rogante Engineering Office (Olaszország) közreműködésével történtek.

4. Repüléstechnikai ipari probléma megoldása

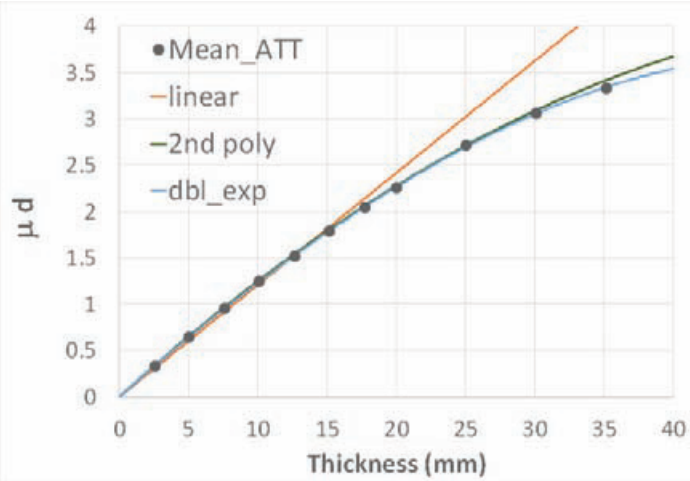
A 2000-es évek elején érkezett egy felkérés a Magyar Honvédség Repülő Műszaki Szolgálat Főnökségtől és a Honvédelmi Minisztérium Technológiai Hivatalától (HM TH) Mi-8, Mi-17 és Mi-24 típusú helikopterek forgószárny lapátjainak vizsgálatára. A vizsgálatok célja a forgószárny lapátok állapotának felmérése volt, az élettartamuk esetleges kiterjesztésének érdekében. A BNC RAD mérőhelyét alkalmassá tettük a ~10 m hosszú, ~70 cm széles és ~140 kg súlyú lapátok, képmezőnkénti (146×140 mm), neutron- és röntgensugarakkal való átvilágítására. A neutronradiográfiai ellenőrzések során feltárhatók a kompozit szerkezeti anyagok kötési- és ragasztási sajátosságai, pl. gyanta-dús és gyantahiányos területek, folytonossági hiányok, rétegelválás, szekciók közötti tömítések épsége, és a lapátok belsejében lévő víz jelenléte, valamint annak eloszlása. A röntgensugarakkal való átvilágítás esetében megfigyelhetők a

rejtett fém alkatrészek elhelyezkedése és a jégtelenítő rendszer meghajtó vezetékeinek bekötése, de érzékelhetővé válnak a jelentős vízbeszivárgások is.

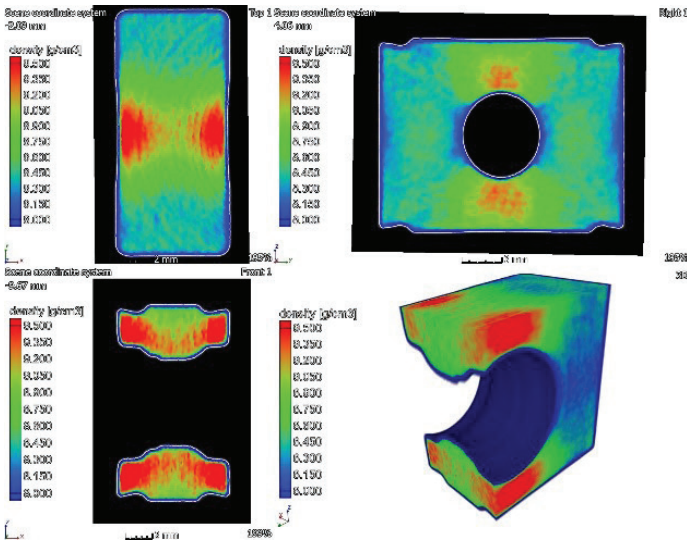
5. Anyagsűrűség-térképezés három dimenzióban neutrontomográfiával

A világhírű svéd Sandvik Coromant szerszámgépgyártó céggel együttműködésben porkohászati úton előállított wolfram-karbid vágóélek térbeli homogenitását vizsgáltuk [7]. A vizsgálat célja a gyártástechnológia fejlesztése, a gyártási lépések végeselem-szimulációinak kísérleti validálása, végső soron a mintadarabok tökéletesebb homogenitásának biztosítása, amely hatással van az élettartamára. A mintadarabok akár 4 cm-es méretük és a nagy-rendszámú összetevőik (W, Co) miatt sem röntgensugárzással, sem hideg neutronokkal nem voltak átvilágíthatók. A RAD mérőhelyen a neutronok energiaeloszlása a meV-tól a MeV-ig terjed, amely nyalábszűrők alkalmazásával széles körű optimalizációt tesz lehetővé a behatolási mélység, az időbeli és a térbeli felbontás paraméterterében, minden egyes mérendő minta esetén. Egy adott alapanyag esetén, kalibrációs görbe segítségével az anyagon átbocsátott neutronsugárzás gyengülését közvetlenül összefüggésbe hozhatjuk a lokális sűrűséggel. A neutronnyaláb energiaeloszlása az egymást követő anyagrétegeken megváltozik, így a kalibrációs összefüggés nagy vastagságok esetén jelentősen eltér az egyenestől; ezt nevezzük nyalábkeményedésnek (*beam hardening)*.

A mért és a végeselem-szimulációival számolt sűrűség-eloszlás igen jó egyezést mutatott.



14. ábra. Polikromatikus neutronnyaláb gyengülése különböző vastagságú anyagrétegeken történő áthaladás során.



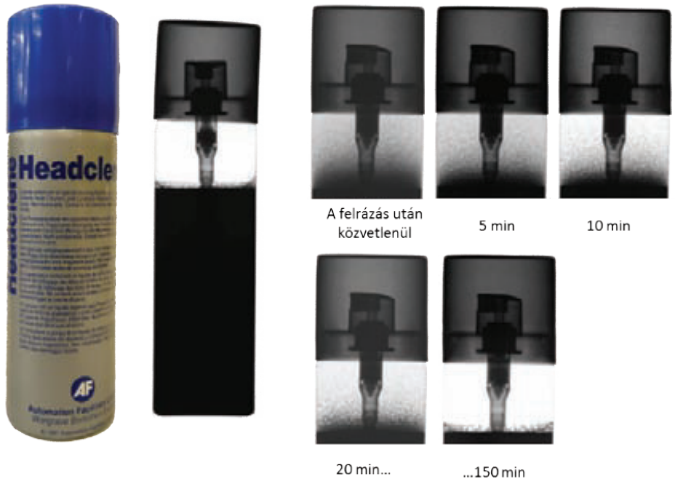
15. ábra. Egy vágószerszám mért sűrűségeloszlása. Piros színnel jelöltük a nagyobb, kékkel a kisebb sűrűségű területeket.

6. Visszamodellezés (Reverse-engineering) és 3D nyomtatás

A *Reverse Engineering* (visszamodellezés) eljárással lehetőség nyílik régi alkatrészek, elhasználódott szerszámok újra gyártására vagy módosítására olyan esetekben is, ha nem, vagy csak részben áll rendelkezésre műszaki dokumentáció. Az ipari gyakorlatban erre a célra bevált 3D optikai szkenneléssel ellentétben a neutron- és röntgensugárzás nemcsak a tárgy felszínét, hanem belső szerkezetét, üregeit, a benne lévő alkatrészek összességét is képes láttatni. A voxel adatokból ún. szegmentációt is végezhetünk, azaz digitálisan szétválaszthatjuk a tárgy alkotórészeit a gyengítési együtthatóik alapján, és végül

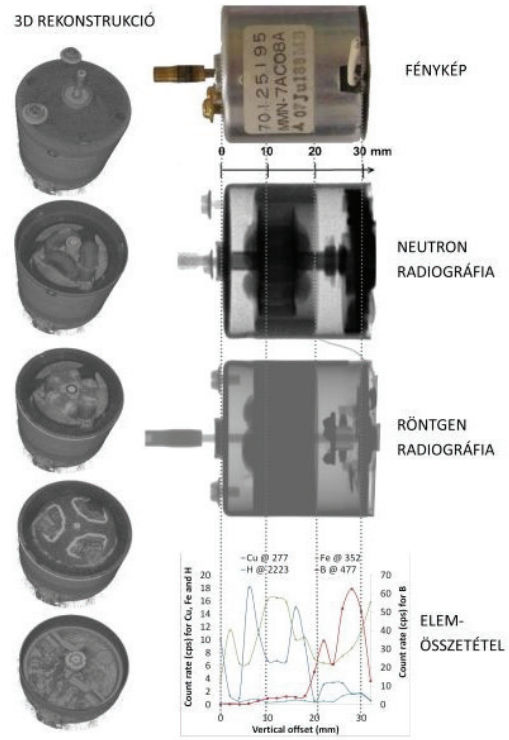
16. ábra. Egy bronz lámpakar és a visszamodellezett digitális kép (AutoCad dokumentum) alapján 3D nyomtatással készült másolat.

STL formátumba konvertálhatjuk a geometriát (pl. VGStudio MAX Advanced Surface Determination), amely így CAD programokban már közvetlenül felhasználható.
Amennyiben az elkülönített részek anyagi minősége sem ismert, a NIPS-NORMA berendezés [8] kínál megoldást, melyben egy neutronos képalkotási és egy sugárzásos neutronbefogáson alapuló elemanalitikai berendezés egy készülékbe van integrálva, és a kiválasztott pontokban meghatározható a lokális elemösszetétel.
A kapott geometriai és összetételi adatokból immár CNC-vel vagy 3D nyomtatással előállíthatjuk a mintadarab pontos másolatát. A modell digitális „negatívját" felhasználva kapható meg az öntőforma. Neutronos méréseink beállításához ezzel a technológiával létrehozhatjuk a vizsgálandó tárgy 1:1 méretarányú másolatát, illetve egyedi mintatartókat, amelyek biztosítják a szabálytalan alakú tárgyak biztos rögzítését a mintamozgatóhoz [9].
7. Dinamikus folyamatok vizsgálata
A mérendő mérnöki tárgyak egy része időben változik. Ilyenkor hasznát vehetjük a dinamikus radiográfiának, amely leginkább a pár másodpercestől a pár napos folyamatok vizsgálatára alkalmas. Áramló közegek, fluidumok felszívódása pórusos anyagokon [10], fázisátalakulás [11], kondenzáció, mozgó gépelemek vizualizációja, lezárt tartályban történő szintmérés a legjellemzőbb alkalmazások.



17. ábra. Egy felrázott tisztító sprayben kialakult hab ülepedése az idő függvényében.

8. Neutrontomográfia és elemanalízis együttes alkalmazása
A BNC egyik neutronvezetőjén kialakított NIPS-NORMA mérőberendezés világviszonylatban is unikális.



18. ábra. Neutronos és röntgenes képalkotás, valamint lokális elemanalízis együttes alkalmazásával komplex tárgyak is roncsolás mentesen vizsgálhatók, pl. a fenti léptető motor belső szerkezete látható, a baloldali képen a motor egyes „szeletei" jelennek meg a fentről lefelé haladva a tomográfiai ábrázolással, a lenti diagram pedig az elemösszetételt mutatja az egyes szeleteknek megfelelő

A mintakamrát úgy alakították ki, hogy kb. 10x10x10 cm^3 méretű tárgyakon ún. neutrontomográfiával kapcsolt PGAI (Prompt-Gamma Activation Imaging) méréseket is meg lehessen valósítani. Ez a kombináció lehetővé teszi, hogy a tomográfiával a tárgy belsejében érdekesnek talált helyeken lokális elemanalízist lehessen végezni. A nyaláb, elhagyva a mintakamrát vagy a tomográfon, vagy egy repülési csövön át a nyalábcsapdába jut. A tomográf tartozéka egy xyzω mintamozgató asztal, amellyel a tárgyat olyan pozícióba juttathatjuk, amelyet radiográfiai vagy tomográfiai képek alapján érdekesnek vélünk. Leszűkítve a neutronnyalábot és a gamma-detektor kollimátor nyílását a tárgy egy kis térfogatának (ún. izotérfogat) elemi összetételét határozhatjuk meg, azaz PGAI mérést végezhetünk [12]. A 18. ábra egy ilyen kombinált mérést mutat.
9. Régészeti leletvizsgálat
Többféle neutronos technika együttes alkalmazása – más módszerekkel kiegészítve – különösen jól ér-

19. ábra. Az egyiptomi el-Gerzeh piramis egyik sírkamrájából származó rekonstruált nyaklánc és ennek egy eredeti darabja, az egyik „vasgyöngy" (bal alsó kép).

vényesülhet a kulturális örökség tárgyainak roncsolásmentes vizsgálatában, ami iránt az elmúlt másfél évtizedben egyre nagyobb az érdeklődés. A fentebb már bemutatott geográfiai helymeghatározás mellett, a régészeti leletek, műalkotások komplex anyagvizsgálati eredményei nyújtanak segítséget a tárgyak eredetének felderítésében, ősi technológiák megállapításában vagy a műtárgyak restaurálásában, ill. állaguk megóvásában. Pl. egy londoni múzeum gyűjteményében lévő, az emberiség legrégibb vas tárgyainak tartott „egyiptomi vasgyöngyök" meteorit eredetének megállapítása a BNC-s vizsgálatok elmúlt évekbeli egyik kiemelkedő eredménye volt.

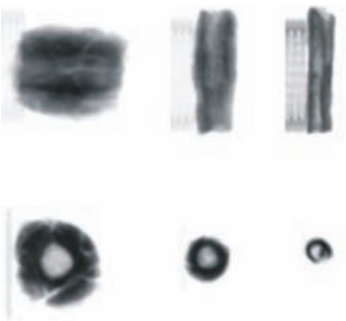
Mintegy száz évvel ezelőtt az egyiptomi el-Gerzeh piramis egyik sírkamrájában brit régészek kilenc vasgyöngyöt találtak. A régészeti vizsgálatok szerint az említett ékszereket 3200 évvel időszámításunk előtt készíthették, és a feltételezések szerint ezek az emberiség legrégebbi vastárgyai. Először 1928-ban, később az 1980-as években alapos vizsgálatokat végeztek rajtuk, de mindvégig csak a felszínen lévő vasoxid-réteget tudták tanulmányozni, mivel mintavétellel, szétbontással vagy egyéb roncsolással járó vizsgálat szóba sem jöhetett ezeknek a felbecsülhetetlen értékű leleteknek az esetében. Egy EU projekt keretében Thilo Rehnen brit régész a vasgyöngyök közül hármat a BNC-be hozott, hogy neutronos módszerekkel, mintavétel nélküli, roncsolásmentes méréseket végezzen a leletek felületi és tömbi összetételének, szerkezetének megismerése céljából.

Három db vasgyöngyöt vizsgáltunk roncsolásmentes technikákkal: neutronradiográfiával, neutrondiffrakcióval, PGAA -val, és PIXE-val (ez utóbbi is a BNC campuson belül működő eljárás, részecske indukált Röntgen-emissziós spektroszkópia).

A vizsgálatok alapján bizonyítottnak tekinthetjük a vasgyöngyök fémes anyagának meteorit eredetét, ami az elemösszetétel komplex analíziséből következik. A gyöngyök formáját kalapálás, esetleg hengerlés révén hozták létre – például a lapítás ciklikus kalapálás-hőkezeléssel történt, majd a lemezt hengerré formálták. A roncsolásmentes diffrakciós vizsgálat fontos megállapítása, hogy fémes szerkezet (állapot) nem mutatható ki a mintákban az idők folyamán bekövetkezett teljes korrózió miatt. Továbbá azt a következtetést is levontuk, hogy a meteorvasakra jellemző eredeti fémes textúrák (mintázatok) a kalapálásos-hőkezeléses megmunkálás során, vagyis már a teljes korróziót megelőzően eltűntek.

Az elemösszetétel és a készítési technika alapján kizárhatjuk ezeknek a gyöngyöknek a késői származását, tehát valóban az el-gerzeh-i lelet ékszerdarabjait tekinthetjük az eddig ismert legősibb, ember által készített vastárgyaknak [14].

A BNC által kínált széleskörű anyagvizsgálati módszerekkel a legkülönfélébb ipari vagy régészeti kérdésekre lehet választ találni. Nemzetközi összehasonlításban a miéinknél jobb spektrométerek is léteznek, de a berendezéseink együttese és komplexitása egyedülálló. Ezért ha minden kérdésre nem



20. ábra. Az egyik vasgyöngy neutronradiográfiás felvétele.

is tud választ adni a neutronvizsgálat, nagyon sok esetben olyankor is találunk megoldást, amikor más módszerek már tehetetlenek. Az itt végzett vizsgálatok általában eltérnek a gyártásban megszokott minőségellenőrzéstől. Az idehozott speciális ipari problémák elsősorban a gyártástechnológia fejlesztését vagy pl. más anyagvizsgálati eljárások eredményinek megerősítését (validálását), esetleg más mérési eszközök kalibrálását szolgálják. Az eredményeket, az azonosított hiba okát szakértői esettanulmány formájában kapja meg a megrendelő. Fontos, hogy ezek az esetleírások mindig a nyers adatokon túlmutató, komplex analízisek, amelyekkel az anyagtudományi munkatársak a gyártástechnológia javításának irányába mutató megoldásokat javasolnak.

Korszakváltás a neutronkutatásban – új lehetőségek a közeli jövőben

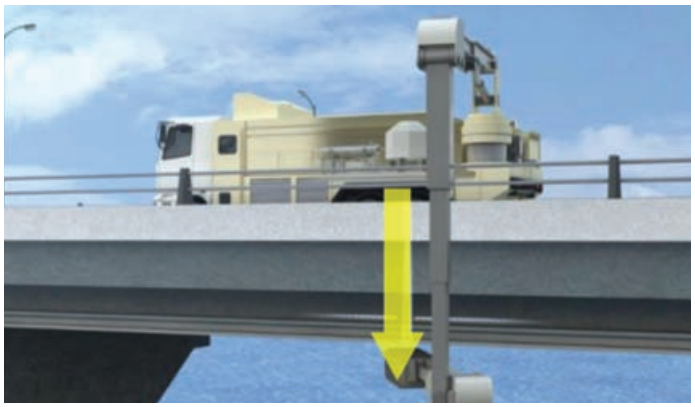
A hazai neutronkutatási, anyagvizsgálati perspektívák szempontjából a következő évtized jelentős változásokat hozhat. A számottevő alapkutatási tevékenység mellett, a neutronnyalábokkal való átvilágítás és megfigyelés eddig is lényeges szerepet játszott számos ipari, archeometriai alkalmazásban. A Budapesti Kutatóreaktor a következő öt évben (jelenleg engedélyezett ciklusának végéig, azaz 2024-ig) továbbra is biztosítani fogja 14-16 mérőállomásával az anyagvizsgálati lehetőségeket, sőt egy felújítással vagy átalakítással, azaz egy újabb 10 éves élettartam-hosszabbítással ez a periódus ki is tolódhat. Az Európai Unióhoz való csatlakozás óta megnyílt (könnyebbé és elérhetőbbé vált) az út számos európai neutronforráshoz, ill. ezeknél működő csúcsberendezésekhez. Magyarország csatlakozott az ESS-hez is, tehát 2023 után hozzáférhetők lesznek a hazai neutronfelhasználók számára is a világ legjobb neutron spektrométerei.

Másfelől, Európában ma a legtöbb fejlesztés arra irányul, hogy gyorsító-alapú neutronforrásokkal hogyan lehetne kiváltani a tervezett működési idejüket elérő kutatóreaktorok kieső mérési kapacitásait. Ehhez nagyobb, 30 – 100 MeV proton energiájú gyorsítókra van szükség, és 30 – 60 milliárd Ft költségű beredezésekre gondolnak, amelyek továbbra is a nagy kutatási infrastruktúrák világába tartoznak. Ettől eltérő irányban Európában csak Martonvásáron folyik a kompakt neutronforrás fejlesztése, aminek célja egy mindennapi alkalmazások számára hozzáférhető berendezés létrehozása. Ebben a szegmensben eddig Japán jár az élen.

21. ábra. A Tokiói Egyetemen működő kompakt neutronforrás részei: a nyaláb mentén jobbról balra kaladva: 1. ionforrás, 2. protongyorsító, 3. Be-célállomás, 4. neutronnyaláb vezető, 5. minta és detektor egység.

A modernebb hazai fejlesztésnek az is célja, hogy a gazdaságos kompakt neutron-források hatékonyabb, optimalizált, új generációjának prototípusát hozza létre. Ez, mint innovatív, világviszonylatban versenyképes új termék, a hazai neutron műszerexportot is kiterjesztheti.

A fejlesztés a Mirrotron Kft, a MTA Energiatudományi Kutatóközpont és a Varius Kft. által alkotott konzorcium, EU strukturális alapokból jelentősen támogatott vállalkozása [15]. A zöldmezős beruházás 2017 novemberében indult. A normál üzemben két szakember végzi majd az üzemeltetést, és idővel egyszerre akár 8-10 mérőhelyen is dolgozhatnak a felhasználók. 2018 végére elkészült a protongyorsítónak helyet adó épület. Közbeszerzési eljárás keretében történik a gyorsító beszerzése, 2020-21-ben kerülhet sor az első üzemi próbákra. A tervek szerint a gyorsítónak helyet adó épület mellé egy másik is épülhet, ahol onkoterápiás célra használhatják a ne-



22. ábra. Kompakt neutronforrás nagyfontosságú fejlesztése Japánban - mobil alkalmazásként - hidak, felüljárók vasbeton szerkezeteinek átvilágítására.

utronokat.

A csillebérci kutatóreaktorral összehasonlítva az új kompakt neutronforrás az országon belül nem fog konkurenciát teremteni a nagyberendezés használatban. A kutatóreaktor lényegesen nagyobb teljesítményű, mintegy ötezerszer nagyobb intenzitású neutronnyalábjai sokkal szélesebb területen és sokrétűbben használhatók. A daganatos betegségek (agydaganat, melanóma, mellrák) kezelése, az ú.n. bór-befogásos neutronterápia (BNCT) az egyetlen lehetséges alkalmazási terület, ahol a martonvásári forrás paraméterei a kedvezőbbek. De ez csak esetleges hosszú távú perspektíva, Japánon kívül ma még igen kevesen foglalkoznak BNCT-vel. Ugyanakkor a martonvásári neutronforrás a rugalmas és könnyen hozzáférhető alkalmazásával, lényegesen alacsonyabb működési költségeivel a BNC mellett is igen vonzó vizsgálati laboratórium lehet számos alkalmazás tekintetében. A martonvásári projekt egyik konzorciumi tagja éppen a csillebérci kutatóreaktort működtető MTA Energiatudományi Kutatóközpont hosszú távú szakmai érdekeinek megfelelően, ha nem is a következő pár évben, de belátható időn belül elkerülhetetlen az 1959 óta a hazai tudományt és gazdaságot kiválóan szolgáló csillebérci kutatóreaktor leállítása. A folytatásra időben gondolni kell. Az egyértelmű, hogy Magyarországnak szüksége van tudományos célokat szolgáló korszerű neutronkutatóra, a csillebérci reaktor utódjára. A martonvásári beruházással éppen az ennek gazdaságos megvalósítására alkalmas korszerű kompakt neutronforrás know-how-ja jelenik meg hazánkban. Ezért fontos az akadémiai intézetnek az új beruházás, hiszen itt hozzák létre azt a technológiát, amely megalapozhat egy később megépülő hazai kutatóbázist.

Köszönetnyilvánítás

A bemutatott módszerek és eredmények a Budapesti Neutron Centrum több mint negyedszázados innovációs tevékenységét tükrözik – ezért a munkáért nagyon sok korábban, ill. jelenleg is itt dolgozó kollégát, a Reaktor-üzemben valamint a kísérleti állomásokat üzemeltető laboratóriumokban dolgozó mintegy 100 fős kollektív tagjait illeti köszönet. Az eredmények számos hazai és nemzetközi projekthez is köthetők, melyek a finanszírozáshoz jelentősen hozzájárultak, itt a jelenleg is futó SINE 2020 (EU H2020 Grant No. 654000), a V4-Korea RADCON (NKFIH NN17 127102), az NKFIH K17 124068 és a CAK (NVKP_16-1-2016-0014), BrightnESS-2 (EU H2020 Grant No. 823867) projekteknek nyilvánítunk köszönetet.

Irodalomjegyzék

[1] Budapesti Neutron Centrum, (n.d.), www.bnc.hu.

[2] ISIS Neutron and Muon Source near Oxford, www.isis.stfc.ac.uk

[3] J. M. Carpenter, "Development of Compact Neutron Sources." Nature Reviews Physics1, published online 28 January 2019, pp.177-179. Issue date March 2019.

[4] NIST SRM 57b - Silicon Metal, (n.d.). www-s.nist.gov/srmors/view_detail.cfm?srm=57B.

[5] Kasztovszky Zsolt, Magyar Tudomány, 10, 1238 (2011), Zöldföldi Judit, Kasztovszky Zsolt, Mihály Judith & Sophie Richter: Archeometriai Műhely (http://www.ace.hu/am/) 2004 I/1, 16-22.o.

[6] Z. Kis, L. Szentmiklósi, T. Belgya, M. Balaskó, L.Z. Horváth, B. Maróti, Neutron Based Imaging and Element-mapping at the Budapest Neutron Centre, Phys. Procedia. 69 (2015) 40–47. doi:10.1016/j.phpro.2015.07.005.

[7] H. Staf, Z. Kis, L. Szentmiklósi, B. Kaplan, E. Olsson, P.-L. Larsson, Determining the density distribution in cemented carbide powder compacts using 3D neutron imaging, Powder Technol. (n.d.).

[8] Z. Kis, L. Szentmiklósi, T. Belgya, NIPS–NORMA station—A combined facility for neutron-based nondestructive element analysis and imaging at the Budapest Neutron Centre, Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 779 (2015) 116–123. doi:10.1016/j.nima.2015.01.047.

[9] L. Szentmiklósi, B. Maróti, Z. Kis, J. Janik, L. Zoltán, Use of 3D mesh geometries and additive manufacturing in neutron beam experiments, J. Radioanal. Nucl. Chem. (2019) 1–7. doi:10.1007/s10967-019-06482-0.

[10] V. Crupi, B. Fazio, A. Gessini, Z. Kis, M.F. La Russa, D. Majolino, C. Masciovecchio, M. Ricca, B. Rossi, S.A. Ruffolo, V. Venuti, TiO2–SiO2–PDMS nanocomposite coating with self-cleaning effect for stone material: Finding the optimal amount of TiO2, Constr. Build. Mater. 166 (2018) 464. doi:10.1016/j.conbuildmat.2018.01.172.

[11] A. Kiss, M. Balaskó, L. Horváth, Z. Kis, A. Aszódi, Experimental investigation of the thermal hydraulics of supercritical water under natural circulation in a closed loop, Ann. Nucl. Energy. 100 (2017) 178–203. doi:10.1016/j.anucene.2016.09.020.

[12] Belgya T, Kasztovszky Zs, Kis Z, Szentmiklósi L; Nukleon, 121, 1-6 (2012).

[13] Szentmiklósi L, Kis Z, Belgya T, Maróti B, Horváth L.Z., Papp M, Fizikai Szemle 2017 (7-8) 240-244

[14] Rosta L, Belgya T, Káli Gy, Kasztovszky Zs, Kis Z, Kovács I, Maróti B, Szentmiklósi L, Szőkefalvi-Nagy Z, Jambon A, Rehren Th; Hungarian archaeology e-journal • 2013 WINTER, http://www.magyarregeszet.hu/wp-content/uploads

[15] „Moderált neutronok" http://www.innoteka.hu/cikk/moderalt_neutronok.1689.html