

РАДИО / МЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЕСТЕСТВЕННЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

РАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЕСТЕСТВЕННЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Практическое руководство



ИЗДАТЕЛЬСТВО «Н В Д Р А» МОСКВА 1988

аннотация

Руководство содержит теоретические основы и описание лабораторных радиометрических, раднохимических и микрораднографических методов анализа проб по естественной радиоактивности.

Книга предназначена для работников лабораторий геологической службы, научно-исследовательских институтов и предприятий.

введение

Радиометрические методы анализа проб на содержание естественных радиоактивных элементов широко применяются при поисках, разведке, добыче и переработке радиоактивных руд, а также других полезных ископаемых, ассоциирующихся с радиоактивными элементами. Интенсивное внедрение этих методов в практику геологоразведочных работ объясняется их существенными преимуществами по сравнению с химическими.

Радиометрическим методам анализа свойственны высокие производительность, оперативность, чувствительность и точность, низкая по сравнению с химическими методами стоимость, меньшее влияние вещественного состава пород, возможность одновременного определения нескольких радиоактивных элементов без предварительной химической подготовки проб и т. д. При ответственных анализах, требующих высокой точности, сравнение данных радиометрии н химии позволяет наиболее надежно установить достоверность результатов, так как они получаются двумя принципиально различными методами.

В то же время многие важные вопросы, касающиеся существа раднометрических методов анализа и особенностей их применения, освещены в различных изданиях, не всегда доступных производственникам, и достаточно полно не систематизированы. Отдельные монографии и сводные работы (В. И. Баранов, 1956; «Радиометрические методы поисков и разведки урановых руд» под ред. В. В. Алексеева, 1957; Х. Б. Межиборская и др., 1960; В. Л. Шашкин, 1961 и некоторые другие) лишь частично восполняют существующий пробел. В связи с этим авторы настоящего руководства ставили целью по возможности полно изложить в одной книге основные результаты многолетних исследований в области раднометрических и радиохимических анализов и описать не только принципы этих методов, но и практические приемы выполнения анализов с учетом особенностей, связанных с массовым характером аналитических работ. В настоящем руководстве обобщены и систематизированы как опубликованные материалы, так и личный опыт авторов. Основное внимание уделено раднометрическим методам анализа, выполняемым без предварительной химической подготовки проб. Вместе с тем, при описании методов раднохимического анализа наряду со сравнительно малоизвестными методиками определения изотопного состава урана и тория авторы сочли целесообразным осветить общепринятые методики химической подготовки проб для определения изотопов радия.

Большинство методик, описанных в книге, проверено и широко применяется в производстве. Некоторые из них требуют более широкой проверки в производственных условиях. К их числу относятся, в частности, методики четырехкомпонентного анализа пород, а также определения изотопного состава урана, тория и радия.

Настоящее руководство состонт из семи частей и приложений. В части 1 кратко изложены общие сведения о радиоактивности и способах ее измерения, в части 2 — основные метрологические параметры, применяемые для анализов радиометрических измерительных установок, часть 3 посвящена описанию радиометрических методов анализа, выполняемых без химической подготовки проб, в части 4 рассматриваются радиохимические методы анализов, в части 5 — методика и техника радиографического метода, в части 6 даны рекомендации по планированию радиометрических апализов, часть 7 освещает методы оценки качества радиометрических анализов.

Общая работа по составлению руководства выполнена Е. И. Железновой, И. П. Шумилиным и Б. Я. Юфа. Части 1 и 3 написаны И. П. Шумилиным, части 2, 6, 7 — Б. Я. Юфа, части 4, 5 — Е. И. Железиовой. В написании отдельных параграфов и разделов работы приняли участие Н. И. Калякни, В. И. Малышев, Е. И. Зайцев, З. А. Соколова, Е. В. Копченова, К. В. Скворцова и А. А. Попова; их участие указано в соответствующих местах книги. Свой труд авторы посвящают пятидесятилетию Великой Октябрьской социалистической революции.

Авторы выражают благодарность К. Е. Иванову за ценные замечания, сделанные им при ознакомлении с рукописью, а также А. И. Смирновой, Н. Ф. Козловой и М. Д. Михайловскому за помощь в оформлении работы. Отдавая себе отчет в том, что настоящая работа не свободна от недостатков, авторы с благодарностью примут все критические замечания и пожелания как по существу, так и по форме изложения материалов.

ЧАСТЬ І

ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ЕСТЕСТВЕННОЙ РАДИОАКТИВНОСТИ

ГЛАВА І

ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ. РАДИОАКТИВНОЕ РАВНОВЕСИЕ. Единицы радиоактивности

Радноактивность элемента характеризуется числом атомов, распадающихся в единицу времени. Эта величина пропорциональна числу атомов радиоактивного элемента. находящегося в образце. Поэтому число атомов радиоактивного вещества уменьшается со временем по экспоненциальному закону

$$N_t = N_0 \mathrm{e}^{-\lambda t}, \qquad (1.1)$$

где N_0 — число атомов в образие в начальный момент времени; N_i — число атомов, оставшихся в результате распада, спустя время t; λ — постоянная распада.

Постоянная распада λ характеризует, какая часть атомов радиоактивного элемента от их первоначального количества N распадается в единицу времени:

$$\frac{dN}{dt} = -\lambda N. \tag{1.2}$$

і іериод полураспада радиоактивного элемента T характеризует время, в течение которого количество его атомов уменьшается в два раза. Между T и λ существует следующая зависимость:

$$T = \frac{0,693}{\lambda}.\tag{1.3}$$

По истечении *n* периодов полураспада количество радноактивных атомов элемента уменьшается в \hat{z}^n раз. Например, по прошествии 1; 6 и 10 периодов полураспада количество радиоактивных атомов составит соответственно 50; 1,5 и 0,1% от первоначального их количества. Для перехода от количества атомов N к весовым единицам P употребляется формула

$$P = \frac{NW}{6,02 \cdot 10^{23}}, \qquad (1.4);$$

где 6,02 · 10²³ — число Авогадро; *W* — атомный вес элемента. Количество распадов за единицу времени в граммах радиоактивного элемента может быть рассчитано по выражению

$$a = \lambda N = \frac{0.693N}{T} = \frac{4.17 \cdot 10^{23}P}{WT}.$$
 (1.5)

Естественные радиоактивные элементы образуют три основных ряда: урана, актиноурана и тория.

В каждом ряду ядра радиоактивных элементов претерпевают последовательные радиоактивные распады, испуская альфа- или бета-частицу с сопровождающим ее гамма-излучением или без него. Альфа-лучи представляют собой ядра гелия, бета-лучи электроны, а гамма-лучи являются электромагнитным излучением.

При испускании альфа-частицы заряд ядра атома уменьшается на две единицы; в результате образуется атом другого элемента, атомный номер которого на две единицы меньше. Испускание бетачастицы происходит в результате превращения нейтрона в протон и электрон; при этом заряд ядра возрастает на единицу и образуется атом нового элемента, порядковый номер которого на единицу больше порядкового номера элемента, претерпевшего распад.

Схемы распада радиоактивных элементов в рядах урана, актииоурана и тория имеют много общего. Родоначальником каждого ряда является элемент с большим периодом полураспада. В результате последовательных распадов в каждом ряду образуются газообразные продукты распада (радон, актинон, торон), называемые эманациями, за ними — короткоживущие твердые продукты A, B, C, C', C"; конечными элементами в каждом ряду являются стабильные изотопы свинца Pb²⁰⁸, Pb²⁰⁷, Pb²⁰⁸.

Радноактивные эманации могут частично выделяться во внешнюю среду — происходит эманирование. Для количественной характеристики этого процесса служит коэффициент эманирования отношение количества эманации, выделяющейся во внешнюю среду, ко всей эманации, образовавшейся в веществе за один и тот же промежуток времени.

Радноактивные элементы, входящие в ряды, связаны между собой, так как каждый последующий (дочерний) элемент возникает в результате распада атомов предыдущего элемента.

Поскольку элементы — родоначальники каждого радноактивного ряда — имеют большие периоды полураспада, у них распадается относительно незначительная часть атомов; количество их атомов со временем практически не уменьшается, и они являются стабильными излучателями. В результате последовательных распадов атомов родоначального элемента образуются все элементы радиоактивного ряда. С течением времени их накапливается столько, что число распадающихся атомов каждого элемента становится равным числу вновь образующихся атомов; при этом условии между радиоактивными элементами наступает радиоактивное равновесие.

Отношения между количествами радиоактивных элементов при равновесии строго постоянны и пропорциональны периодам их полураспада:

$$\frac{N_1}{N_2} = \frac{T_1}{T_2}.$$
 (1.6)

При равновесии всегда соблюдается зависимость

$$N_1\lambda_1 = N_2\lambda_2 = \cdots = N_\kappa\lambda_\kappa. \tag{1.7}$$

Радиоактивное равновесие достигается по истечении промежутка времени, пропорционального периоду полураспада образующегося элемента. Накопление радиоактивного элемента, как и его распад, происходит по экспоненциальному закону. Например, за 1, 6 и 10 периодов полураспада образующегося элемента он накапливается соответственно в количествах 50; 98,5 и 99,9% от равновесного.

Если период полураспада исходного радиоактивного элемента сравнительно невелик, но больше, чем у дочернего элемента, количество атомов исходного и дочернего элемента с течением времени уменьшается по закону распада исходного элемента; однако между ними сохраняется радиоактивное равновесие. Если же период полураспада исходного элемента меньше, чем у дочернего, радиоактивное равновесие между ними не устанавливается. Соотношение между элементами в данном случае изменяется до тех пор, пока все атомы исходного элемента не превратятся в атомы дочернего элемента.

Происходящие в природе процессы эманирования, растворения, выщелачивания и переотложения радиоактивных элементов приводят к нарушениям радиоактивного равновесия. Для количественной оценки этого процесса служит коэффициент радиоактивного равновесия K_p .

Коэффициент радиоактивного равновесия между элементами ряда урана или тория характеризует отношение количеств этих элементов, выраженных соответственно в единицах равновесного им урана или тория. Например, при равновесии радия и урана между весовыми их количествами существует зависимость

$$Q_{\rm U} = \frac{Q_{\rm Ra}}{3.4 \cdot 10^{-7}} = 0.294 \cdot 10^7 Q_{\rm Ra} \cdot$$
(1.8)

7

На основании этой зависимости коэффициент радиоактивного равновесия между радием и ураном рассчитывают по формуле

$$K_{\rm p} = \frac{0.294 \cdot 10^7 Q_{\rm Ra}}{Q_{\rm U}}.$$
 (1.9)

Если содержание урана выражено в процентах, а содержание радия в граммах на 1 a породы, то число 0,294 в формуле (1. 9) следует умножить не на 10⁷, а на 10⁹.

При $K_p = 1$ равновесие не нарушено, при $K_p > 1$ оно сдвинуто в сторону избытка радия, а при $K_p < 1 - в$ сторону его иедостатка.

Для наглядности, а также для упрощения расчетов содержание радиоактивных элементов, представляющих собой продукты распада урана или тория, выражают обычно в единицах равновесного им урана или тория. Благодаря этому K_p определяют испосредственно из отношения содержаний соответствующих элементов, причем часто его выражают не в относительных единицах, а в процентах.

Таким образом, в практике радиометрических анализов содержание радиоактивных элементов выражают в единицах веса и в единицах радиоактивности. Долгоживущие радиоактивные элементы — уран, торий и в некоторых случаях радий — измеряют в обычных единицах (проценты, граммы, миллиграммы), а продукты распада этих элементов — в единицах равновесного им урана или тория.

В некоторых случаях (например, при дозиметрических измерениях) применяется единица активности кюри (1 кюри соответствует активности изотопа, равной 3,7 · 10¹⁰ распадов в секунду; 1-г радия эквивалентен по числу распадов 0,994 кюри).

Для определения концентрации эманации применяется единица, называемая эман и равная 10⁻¹⁰ кюри/л. В настоящее время концентрацию эманации рекомендуется выражать в долях единиц кюри (милликюри, микрокюри). В ядерной физике за единицу активности принимают распад в секунду (pacn/cek).

ГЛАВА 2

ГРУППЫ ЕСТЕСТВЕННЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Естественные радноактивные элементы, входящие в ряды, разделяются на несколько групп. Элементы каждой группы практически всегда находятся в равновесни, а между группами могут быть различные соотношения, так как в принципе каждая из них может существовать независимо от других; последнее объясняется сравнительно большими периодами полураспада первых (исходных) элементов групп. Исключение составляют группы, объединяющие эманации с короткоживущими продуктами распада: они не могут существовать самостоятельно продолжительное время, однако равновесие этих групп с предыдущими и последующими элементами ряда может быть нарушено вследствие эманирования.

Наличие радиоактивного равновесия внутри каждой группы объясняется сравнительно небольшими периодами полураспада входящих в нее элементов. Благодаря этому накопление дочерних продуктов до равновесного состояния с первым элементом группы происходит быстрее, чем изменение равновесного соотношения под влиянием геохимических процессов.

На основании изложенного каждую группу можно рассматривать как один элемент, эквивалентный по активности элементам всей группы.

Характеристика радиоактивных элементов рядов урана, актиноурана и тория приведена в табл. 1. 1—1. 6 (Б. С. Джелепов, А. К. Пеккер, 1963; И. П. Гусев, 1958; В. И. Баранов, 1958 и др.), где указаны входящие в каждую группу элементы, периоды их полураспада, энергии частиц и квантов, их выход на распад одного атома и доля в процентах от общего количества частиц и квантов ряда, а также урановые эквиваленты для актиноуранового и ториевого рядов.

Урановым эквивалентом любого радиоактивного элемента по данному виду излучения называется отношение его удельной активности к удельной активности урана в равновесии с продуктами распада.

Расчет уранового эквивалента тория Сть выполняется по формуле

$$C_{\rm Th} = \frac{n_{\rm Th} T_{\rm U} M_{\rm U}}{n_{\rm U} T_{\rm Th} M_{\rm Th}}, \qquad (1. 10)$$

где $n_{\rm Th}$, $n_{\rm U}$ — количество гамма-квантов, бета- или альфа-частиц на распад в ряду тория и урана; $M_{\rm U}$, $M_{\rm Th}$ — массовые числа урана и тория; $T_{\rm U}$, $T_{\rm Th}$ — периоды полураспада урана и тория.

При расчете урановых эквивалентов для элементов, не входящих в ряды, а также для актиноуранового ряда в формулу (1. 10) вводят множитель q_3 , учитывающий содержание радиоактивного элемента в смеси изотопов; тогда она для данного элемента приобретает вид:

$$C_{\mathfrak{s}} = \frac{n_{\mathfrak{s}} T_{U} M_{U}}{n_{U} T_{\mathfrak{s}} M_{\mathfrak{s}}} q_{\mathfrak{s}} \cdot 10^{-2}, \qquad (1. 11)$$

где q_3 — содержание радиактивного элемента в смеси изотопов в %.

Практически урановые эквиваленты меняются в зависимости от условий измерений, так как эффективность регистрации частиц и гамма-квантов зависит от их энергии и типа приемника излучения, что формулами (1..10) и (1..11) не учитывается.

Таблица 1.1

Группы элементоз и альфа-излучение ряда урана

	ويستعد المركبة ويشترون والمتحصين					
Группа	Элемент	Период полураспада	Альфа-излу- чатель	Энергия альфа-час- тиц, М <i>эв</i>	К.оличество альџра-частиц на раслад одного атома	Диля от об- шего числа альфа-частиц ряда, %
Урановая	UI UX1 UX2	4,5 · 10 ⁹ лет 24,1 суток 1,18 мин	UI	4,19	1,00	12,5
Урановая IJ	UII	2,5·10 ⁵ лет	[^] UII	4,717 4,768 Σ	0,28 0,72 1,00	3,5 9,0 12,5
Ионневая	10	8,3·10 ¹ лет	10	4.61 4,68 Σ	0,28 0,72 1,00	3,5 9,0 12,5
Радневая	Ra	1620 лет	Ra	4,59 4,78 Σ	0,06 0,94 1,00	0,8 11,7 12,5
Радоновая	Rn RaA RaB RaC RaC'	3,825 суток 3,05 <i>мин</i> 26,8 » 19,9 » 1,6 · 10 ⁻⁴ сек	Rn RaA RaC'	5,48 6,00 7,68 Σ	1,00 1,00 1,00 3,00	12,5 12,5 12,5 37,5
Группа радия D	RaD RaE Po	22 года 5 суток 138,4 суток	Ро	5, 3	1,00	12,5
·····		Сумма альфа	частиц р	яда	8,00	100

Примечание. Элементы UZ, At и RaC^{*}, образующиеся соответственно из 0,15% втомов UX₁, 0,04% атомов RaA и 0,04% атомов RaC, не включелы. Гамма- и бета-излучение ряда урана

Группа	Гамма-взиучатель	Энергия квантов, Мэв	Количество квая- тов на распад од- ного атома	Доля от общего чи- сла квантов ряда, %	Бега-взяучатель	Энергия бета-ча- сгыц, <i>М 36</i>	Количество бега- частиц на распад одного атома	Доля ог обизего чис- ла бега-частиц ряда,
Урано-	UX1	{ 0,029 0,063 0,093	0,130 0,150	5,3 6,1	UX1	$\left\{ egin{array}{c} 0,112 \\ 0,205 \end{array} ight.$	0,20 0,80	4,00 16,00
вая	UX <u>°</u>	{ 0,250 { 1,000 Σ	0,014 0,294	0,6 12,0	UX٤	{ 1,500 { 2,310 Σ	0,10 0,90 2,00	2,00 18,0 40,00
	RaB	$\left\{ \begin{array}{l} 0,241 \\ 0,294 \\ 0,350 \end{array} \right.$	0,106 0,240 0,435	4,4 10,0 17,7	RaB	{ 0,69 { 0,65	0,56 0,44	11,20 8,80
Радоно- вая	RaC	$\left\{\begin{array}{l}0,609\\0,768\\0,934\\1,120\\1,240\\1,378\\1,510\\1,764\\1,850\\2,200\\2,430\end{array}\right.$	0,359 0,078 0,038 0,273 0,099 0,116 0,039 0,220 0,023 0,023 0,070 0,055 2,151	14,6 3,2 1,6 11,2 4,0 4,8 1,6 8,9 1,0 2,8 2,2 88,0	RaC	0,40 1,00 1,5 1 1,88 3,26 Σ	0,09 0,23 0,40 0,09 0,19 2,00	1,80 4,60 8,00 1,80 3,80 40,00
Группа радия D	-				RaE	1,17	1,00	20
Сумма га	імма-кв	антов ряд	a 2,45	100	Сумма бета- частиц ряда		5,00	100

Примечание. Бета-излучение RaD, не имеющее практического значения из-за очень малой энергин ($B_{\rm max}=0.017~Mss$ и 0.063 Mss); и гамма-излучение UI, UII, Io, Ra и RaD по выходу квантов, составляющее в сумме <1% от излучения ряда, не включены.

Таблица 1. 3

Группы	элементов	И	альфа-излучение	ряда	актиноурана
--------	-----------	---	-----------------	------	-------------

Группа	Элемент	Период полураспада	Альфа- излуча- тель	Энергия альфа- частиц, Мэс	Количество альфа-ча- стиц на распад одного атома	Доля от общего числа альфа-частиц ряда, %
Актинсурано- вая	AcU UY	7,1 • 10 ^в лет 25,6 ч	AcU	От 4,18 до 4,56	1,00	14,8
Протактиние- вая	Ра	8,3·10 ⁴ лет	Pa	От 4,67 до 5,02	1,00	14,8
Актниневая	Ac RaAc AcX	22 года 18,2 суток 11,7 »	RaAc AcX	От 5,70 до 6,036 От 5,43 до 5,74 Σ	1,00 1,00 2,00	14,3 14,3 28,6
Актиноновая	An AcA AcB AcC AcC	3,92 сек 1,83·10 ⁻³ сек 36,1 мин 2,16 » 4,79 »	An AcA AcC	От 6,419 до 6,813 7,36 { 6,27 { 6,61 Σ	1,00 1,00 0,17 0,83 3,00	14,3 14,3 2,5 11,7 12,9
Сумма альфа-ч	частиц ряд	a		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	7,00	100
трановый экв	пвалент по	о выходу альфа-	частиц		0,034	

Примечание. Элементы Fr и AcC', образующнеся соответственно из 1% атомов Ас и 0.32% атомов AcC, не включены; кроме того, не учтено альфа-получение Ac, составляющее 0.01 вльфа-частицы на распод одного атома.

Группа	Гамма- Излуча- Тель	Энергия гамма-квантов Мзв	Количе- ство гам- ма-кван- тов на распад одного атома	Доня от общего числа квантон ряда. %	Бета-излу- чатель	Энергия бета-частиц, <i>Мізв</i>	Колнче- сгво бета- частиц на распад одного атома	Доля от обисело числа бегг частиц рада, %
Актиноурановая	AcU UY	0,095 0,143 0,185 0,185 0,059 0,085 0,007 2	0,09 0,12 0,55 1,00 0,11 1,87	2,20 3,01 13,60 25,00 26,50 46,50	UY	0,093 0,216 0,300	0,45 0,11 0,44 1,00	15,00 3,73 14,60 33,33
Протактиниевая	Pa	От 0,011 до 0,383	1,22	30,00	1	I	!	I
Актиниевля	RaAc AcX	0,05 0,24 Οr 0,12 дο 0,34 Σ	0,075 0,100 0,266 0,441	1,80 2,50 6,50 10,80	1		!	1

Гамма- и бета-излучение ряда актиноурана

Таблица 1.4

Груниа	Гамма- излуча- тель	Энергия гамма-квантов. Мзе	Количе- ство гам- ма-:сван- тое на раслад одного агома	Доля от общего числа квантов ряда, %	Бета-излу- чатель	Энергия бета-ч.эстиц, Мэв	Количе- ство бега- частиц па распад одного атома	Доля ог общего числа бета- частиц ряда, %
	An	{ 0,27 0,40	0,09 0,05	2,2 1,1	AcB	{ 0,50 1,39	0,20 0,80	6,72 26,61
Актипоповая	AcB	0,40	0,06	1,1 5,13	AcC"	1,44	1,00	33,33
	AcC	0;35 2:	0,13 0,52	3,2 12,7		2	2,00	66,66
Сумма гамма-квант	ов ряда		4,05	100	Сумма бета-	частиц ряда	3,00	100
Урановый эквивал	ент по вых	соду гамма-квантов	0	04	Урановый э бета-частиц	Квивалент пс	о выходу	0,02

Примечание. Бета-излучение актиния вследствие малой энергия (E = 0.05 М зв) не учтено.

Продолжение табл. 1.4

Группы элементов и альфа-излучение ряда тория

And the second s						
Группа	Элемент	Период полураспада	Альфа излуча- тель	Энергия альфа- частиц	Количе- ство альфа- частиц на распад одного атома	Доля от общего числа альфа- частиц ряда, %
Ториевая	Th	1,41·10 ¹⁰ лет	Th	3,948 4,007 Σ	0,24 0,76 1,00	4,0 12,6 16,6
Мезото- риевая	MsTh1 MsTh2	6,7 лет 6,13 ч				_
Радиото- риевая	RdTh ThX	1,91 лет 3,64 суток	RdTh ThX	$\begin{cases} 5,200 \\ 5,338 \\ 5,421 \\ \{ 5,445 \\ 5,681 \\ \Sigma \end{cases}$	0,01 0,28 0,71 0,05 0,95 2,00	0,2 4,7 11,8 0,9 15,8 33,4
Тороновая	Tn ThA ThB ThC ThC' ThC'	54,5 сек 0,158 сек 10,6 ч 60,5 мин 3-10 ⁻⁷ сек 3,1 мин	Tn ThA ThC ThC'	6,28 6,775 { 6,04 6,08 8,78 Σ	1,00 1,00 0,26 0,10 0,64 3,00	16,6 16,6 4,3 1,8 10,7 50,0
Сумма альфа ———— Урановый эн	-частиц ря квивалент	ида по выходу альфа	а-частиц		6,00	100 ,244

Примечание. Астатин (At), образующийся из 0,014% атомов тория А, не включен.

•	-		
26.00	nonning	•	
5			

ø

Гамма- и бета-излучение ряда тория

Группа	Гамма- излучатель	Энергия гамма-кван- тов, Мзо	Количество гамма-квав- тов на рас- пад одного атома	Доля от общего числа гамма- квантов ряда, %	Бета- пэлучатель	Энергия бета-частиц, Мэв	Количество бета-частиц на распад одного атома	Долл от об- щего числа бета-частиц ряда, %
езоториевал	MsT h ₂	0,336 0,410 0,458 0,907 1,587	0,084 0,039 0,039 0,197 0,118	3,0 4,10 4,20 2,2	MsTb _z	1,85 1,76 2,10 Мал. эн.	0,35 0,12 0,12 0,41	11,7 4,0 13,7
		1,640 2	0,197 0,914	7,0 32,8		ы	1,00	33,4
лноторневая	RdTh ThX	0,084 0,240 Σ	0,02 0,04 0,06	0,70 1,50 2,20	1			ļ
	ThB	{ 0,087 0,238 0,300	0,305 0,330 0,040	11,0 12,0 1,4	ThB	(0,33 0,57 Мал. эн.	0,80 0,12 0,08	26,60 4,00 2,70
гороновая	ThC	$\left\{\begin{array}{c} 0.720\\ 0.810\\ 1.030\end{array}\right.$	0,046 0,104 0,040	1,6 3,7 1,5	ThC	{ 1,52 2,25 Мал. эн.	0,05 0,54 0,05	1,60 18,00 1,60

195	0	й эквивалент бета-частиц	Урановы по выходу	72	0,3	оду гамма-	алент по вых	Урановый эквив. квантов
100	3,00	бета-частиц	Сумма ряда	100	2,79		ов ряда	Сумма гамма-квант
66,4	2,00	м		65,0	1,816	۲۹ ۲		
0,40 3,00 6,40	0,01 0,09 0,19	$\left\{\begin{array}{c}1,03\\1,25\\1,79\\1,79\end{array}\right.$	ThC	1,1 2,8 11,0 13,0	0,030 0,080 0,040 0,040	0,280 0,510 0,580 0,860 2,620	ThC.	Тороновая
				0,9 1,6 0,4	0,026 0,046 0,013 0,013	$\left\{\begin{array}{c}1,340\\1,610\\1,810\\2,220\end{array}\right.$	ThC	
Доля от об- щего числа бета-частиц ряда, %	Количество бета-частиц на распад одного атома	Энергия бета-частиц, М эв	Бета- излучатель	Доля от общего числа гамиа- квантов ряда, %	Количество гамма-кван- тов на рас- пад одного атома	Энергия гамма-кван- тов. Мэв	Гамма- излучатель	Груяна
ue mabs. 1.6	Продолжен							

Примечания из-за счень малучение MsTh₁ (~0,054 *Мэв*), не имеющее практического значения из-за счень малой энергии, и незначи-тельное по интенсивности гамма-излучение тория (0,059 *Мэв*) не учтены.

Ряд урана включает 8 альфа-нзлучателей (UI, UII, 10, Ra, Rn, RaA, RaC' и Po) и пять бета-излучателей (UX₁, UX₂, RaB, RaC и RaE); шестой бета-излучатель — RaD — обладает очень мягким бета-излучением ($E_{max} = 0.063$ Мэв) и практического значения не имеет.

При равновесии элементы описываемого ряда образуют 2,45 гамма-кванта на распад одного атома урана; из них примерно 88% приходится на Ra (B + C), а остальные 12% — на UX₁ + UX₂. Средняя энергия гамма-излучения уранового ряда равна 0,8 *Мэв*.

В ряду элементы разделены на шесть групп: урановую, урановую II, иониевую, радиевую, радоновую и группу RaD. Равновесне между группами нарушается вследствие миграции первых элементов групп (UI, UII, Io, Ra, RaD) и эманирования радона.

В группе урана, объединяющей элементы UI, UX₁ и UX₂, равновесие наступает через 150 суток¹. Элементы описываемой группы излучают альфа-, бета- и гамма-частицы: альфачастицы создает UI, бета- и гамма-излучение связано с UX₁ и UX₂.

UX₁ характеризуется мягким гамма-излучением ($E = 0,093 \ M_{98}$), составляющим 6,1% от количества гамма-квантов равновесного уранового ряда, и бета-излучением ($E_{max} = 0.205 \ M_{98}$), полностью поглощаемым фильтром, толщина которого 40 *мг/см²*.

Большей жесткостью обладает нэлучение UX₂, энергия его тамма-квантов равна 0,25 и 1,0 Мэв. Однако квантовый выход этих частиц незначителен (0,6% от общего количества гаммаквантов ряда). Максимальная энергия бета-частиц UX₂ равна 2,31 Мэв.

По отношению к равновесному урановому ряду на группу приходится 12,5% альфа-частиц, 40% бета-частиц и 12% гаммаквантов.

У ран II — изотоп урана I — выделен из группы урана в силу того, что подвижность его атомов в результате явления «отдачи» при распаде урана I больше, чем атомов урана I. Уран II распадается и накапливается до равновесного с ураном I состояния через 1,5.10⁶ лет. Он испускает 12,5% альфа-частиц от общего их числа в урановом ряду.

И о н и й — изотоп тория — накапливается до равновесного с ураном II состояния через 5.10⁵ лет; оно обладает альфа-излучением, составляющим 12,5% от общего числа альфа-частиц уранового ряда.

Радий, приходящий в равновесие с ионием через 10 000 лет, является альфа-излучателем (12,5% альфа-частиц уранового ряда).

¹ Здесь и в дальнейшем время достижения равновесия рассчитано с точностью до 1,5% по шестикратному периоду полураспада наиболее долгоживущего дочего элемента.

Группа радона объединяет пять элементов: Rn, RaA, RaB, RoC и RaC' (RaC" не учитывается, так как он образуется из 0,04% атомов RaC). Равновесие в группе наступает через 2,6 часа. Радоновая группа не может долго существовать самостоятельно, так как радон и продукты его распада полностью распадаются или накапливаются до равновесия с раднем через 23 дня. Нарушение равновесия этой группы с группой радия обусловлено эманированием.

Элементы группы радона испускают альфа-, бета- и гаммалучи. Альфа-излучателями являются Rn, RaA и RaC', каждый из которых испускает по 12,5% альфа-частиц от общего их количества в урановом ряду. Гамма- и бета-излучение обусловлено RaB и RaC. RaB характеризуется сравнительно мягким бета- и гаммаизлучением; наибольший выход имеют гамма-кванты с энергией 0,35 *Мэв* (0,435 гамма-кванта на распад): их доля составляет 17,7% от общего количества гамма-квантов равновесного уранового ряда. Бета-частицы RaB имеют максимальную энергию 0,65 *Мэв*.

RaC обладает более жестким излучением; отмечен наибольший выход гамма-квантов с энергией 0,609; 1,120 и 1,764 *Мэв*, составляющих соответственно 14.6: 11.2 и 8.9% общего количества гаммаквантов ряда. Максимальная энергия гамма-лучей равна 2,43 *Мэв* (2,2% от общего гамма-излучения ряда). Максимальные энергии бета-частиц RaC равны: 1,0; 1,51; 1,88 и 3,26 *Мэв*.

На радоновую группу в урановом ряду приходится 37,5% альфа-частиц, 40% бета-частиц и 88% гамма-квантов.

Ѓруппа радия D объединяет три элемента: RaD, RaE и Po. Равновесие между RaD и RaE наступает через 30 дней, а между RaD и Po — через 1,4 года. Практически полный распад RaD или его накопление до равновесного состояния с элементами группы радона происходит за 130 лет.

Элементы группы испускают альфа- и бета-лучи. Альфа-излучателем является Ро, бета-излучателем (с максимальной энергией бета-частиц 1,17 *Мэв*) — RaE. На группу RaD приходится 12,5% альфа-частиц и 20% бета-частиц равновесного уранового ряда; фактически вклад бета-излучения группы RaD значительно меньше, так как это излучение почти полностью поглощается фильтром, имеющим толщину 0,25—0,30 г/см².

Таким образом, в ряду урана альфа-излучение испускают все элементы шести групп, а бета- и гамма-излучение (если отфильтровать бета-излучение RaE) — всего двух: урановой и радоновой.

II. РЯД АКТИНОУРАНА

Родоначальником ряда является изотоп урана — актиноуран, содержащийся в изотопической смеси в количестве 0,717%.

Ряд актиноурана имеет семь альфа-излучателей: AcU, Pa, RdAc, AcX, An, AcA, AcC и три бета-излучателя: UY, AcB, AcC'.

Все элементы ряла. за исключением Ac, AcA и AcC", испускают гамма-кванты. Энергия бета-частиц и гамма-квантов у элементов актиноуранового ряда значительно меньше, чем у элементов ряда урана ($E_{\max\beta} = 1,44$ Мэв, $E_{\max\gamma} = 0,83$ Мэв). Урановые эквиваленты актиноуранового ряда по выходу альфа-, бета- и гаммаизлучения составляют примерно 0,03; 0,02 и 0,04.

Элементы ряда разделяются на четыре группы: актиноурановую, протактиниевую, актиниевую и актиноновую. Равновесие между группами нарушается вследствие миграции первых элементов групп (актиноурана, протактиния, актиния) и эманирования актинона.

На долю актиноурановой группы приходится приблизительно ¹/₂ всех гамма-квантов и ¹/₃ бета-частиц актиноуранового ряда. Поскольку актиноуран является изотопом урана, его группа объединяется с группой урана. Активность элементов остальных трех групп актиноуранового ряда по выходу бета-частиц и гаммаквантов составляет не более 1,5—2% активности излучения элементов уранового ряда. Благодаря этому излучением актиноуранового ряда (и соответственно нарушениями равновесия между группами его элементов) в большинстве случаев можно пренебречь.

Группа актиноурана включает AcU и UY; равновесие между этими элементами наступает через 6,5 суток. Группа обладает альфа-, бета- и гамма-излучениями. Альфа-излучателем является актиноуран, бета-излучателем с максимальной энергней 0,310 Мэв — UY. Гамма-излучение испускают оба элемента; нанбольшая интенсивность наблюдается у гамма-квантов с энергней 0,185 Мэв. На группу актиноурана приходится 14,3% альфачастиц, 33,3% бета-частиц и 46,5% гамма-квантов равновесного актиноуранового ряда.

Протактиний, приходящий в равновесие с группой актиноурана через 2.10⁵ лет, обладает альфа-и мягким гаммаизлучением. На его долю приходится 14,3% альфа-частиц и 30% гамма-квантов равновесного актиноуранового ряда.

Группа актиния включает актиний, радиоактиний и актипий Х. Равновесие в группе наступает через 100 дней, а равновесие с протактинием через 130 лет. Элементы группы испускают альфа-частицы и мягкие гамма-кванты, составляющие соответственно 42,9 и 19,9% от общего количества альфа-частиц и гамма-квантов ряда.

Группа актинона объединяет пять элементов: актинон, актиний А, актиний В, актиний С и актиний С". Равновесие в группе наступает через 3,5 «; через такой же промежуток времени элементы группы приходят в равновесие с группой актиния. Элементы группы испускают альфа-, бета- и гамма-излучения. На актиноновую группу приходится 28,5% альфа-частиц, 66,7% бета-частиц и 12,6% гамма-квантов равновесного актиноуранового ряда. Ряд тория содержит шесть альфа-излучателей: Th, RdTh, ThX, Tn, ThA, Th (C + C') и три бета-излучателя, которые одновременно являются гамма-излучателями: MsTh₂, ThB и Th (C+C'); четвертый бета-излучатель — MsTh₁ — не имеет практического значения, так как обладает мягким излучением ($E_{\rm max}$ =0,054 *Мэв*) и обычными измерительными приборами не регистрируется. В равновесии элементы ряда испускают 2,79 гамма-кванта на распад. Урановые эквиваленты ториевого ряда по выходу альфа- и бета-частиц, а также гамма-квантов равны соответственно 0,244; 0,195 и 0,372. Средние значения энергий бета-и гамма-излучателей ториевого и уранового рядов близки между собой.

Радиоактивные элементы ряда разделены на четыре группы: ториевую, мезоториевую, радиоториевую и тороновую. Равновесие между группами может быть нарушено вследствие миграции первых элементов групп (Th, MsTh₁, RdTh) и эманирования торона.

Торий, являющийся альфа-излучателем, испускает 16,6% альфа-частиц от общего их количества при равновесии в ряду тория.

Группа мезотория объединяет два элемента: мезоторий I и мезоторий II. Равновесие между ними наступает через 1,5 суток, равновесие их с торием через 40 лет. Элементы описываемой группы испускают бета- и гамма-излучение, которое практически полностью создается MsTh₂. Наибольшие выходы имеют гамма-кванты с энергией 0,907 и 0,964 *Мэв*, составляющие соответственно 9,2 и 7% от общего количества гамма-квантов ториевого ряда. Максимальная энергия бета-частиц MsTh₂ равна 2,1 *Мэв*. На бета- и гамма-излучение MsTh₂ приходятся примерно одинаковые доли — по 33% относительно равновесного торневого ряда.

Группа радиотория объединяет два элемента: радиоторий и торий Х. Равновесие между этими элементами устанавливается через 22 суток, а с группой мезотория через 12 лет. Элементы группы радиотория являются альфа-излучателями: доля выхода альфа-частиц составляет у нее 33,4% от выхода альфа-частиц ториевого ряда. Кроме того, радиоторий и торий Х обладают незначительным по выходу квантов гамма-излучением (не более 2% излучения ториевого ряда).

Группа торона состоит из шести элементов: Tn, ThA, ThB, ThC, ThC', ThC". Равновесие в группе наступает через 2,5 дня; через такой же промежуток времени устанавливается равновесие с группой радиотория. Элементы группы самостоятельно существовать не могут. Возможное нарушение равновесия с группой радиотория обусловлено эманированием. Элементы группы испускают альфа-, бета- и гамма-лучи. Альфа-излучателями являются Tn, ThA и Th (C + C); выход альфа-частиц указанных элементов составляет 50% общего выхода альфа-частиц равновесного ториевого ряда. Бета- и гамма-излучение элементов описываемой группы связано с распадом ThB и Th (C + C''). Торий В характеризуется сравнительно мягким бета- и гамма-излучением. Гамма-кванты с энергией 0,238 *Мэв* составляют 12% от общего количества гамма-квантов равновесного торневого ряда (наибольший выход). Бета-лучи ThB имеют максимальную энергию 0,57 *Мэв*.

У Th (C + C") отмечается наибольший выход гамма-квантов с энергией 2,62 Мэв (13% от общего количества гамма-квантов ряда тория). По сравнению с другими естественными радиоактивными элементами излучение Th (C + C") является наиболее жестким: максимальная энергия бета-частиц ThC равна 2,25 Мэв, а ThC" — 1,79 Мэв.

Таким образом, практически все бета- и гамма-излучение ториевого ряда связано с радиоактивными элементами двух групп мезоториевой и тороновой, причем примерно ¹/₃ общего числа бета-частиц и гамма-квантов ториевого ряда приходится на группу мезотория, а остальные две трети на группу торона.

Альфа-излучателями ториевого ряда являются элементы трех групп: ториевой, радиоториевой и тороновой. Накопление радиоактивных элементов в ряду тория происходит несоизмеримо быстрее, чем в ряду урана, поэтому нарушения равновесия в этом ряду встречаются сравнительно редко и выражены в менее резкой форме. В природных условиях они могут возникать только при систематическом переотложении тория, радиотория или мезотория, а в лабораторных условиях — при анализах сильно эманирующих проб. В большинстве случаев нарушениями равновесия в ряду тория можно пренебречь и считать весь ряд за одну группу элементов.

IV. РАДИОАКТИВНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ, НЕ ВХОДЯЩИЕ В РЯДЫ

Естественные радноактивные элементы, не входящие в ряды, являются изотопами стабильных элементов (табл. 1. 7). Радиоактивный распад в данном случае представляет собой изолированный акт, в результате которого образуется нерадиоактивный элемент.

Из числа радноактивных элементов, не входящих в ряды, заметное излучение создают калий и в меньшей степени рубидий. Радноактивность остальных элементов практического значения не имеет, так как суммарная их радноактивность по количеству альфа-и бета-частиц и гамма-квантов меньше, чем радиоактивность 1.10⁻⁶% урана в равновесии. К тому же большинство этих элементов обладает мягким бета-излучением, которое не регистрируется даже тонкостенными бета-счетчиками.

-	Ecre	ственные рад	иоактивные 91	лементы,	не входящие	в ряды		Tabauya 1. 7
Содери в смесн топов	сание 1 нзо- 1 %	Распростра- венность, %	Перисд полураспада, годы	Вид излу- чевия	Энергия, Мэв	Выход на распад од- ного атома	Урановый экливалент	АКТИВЧОСТЬ в едигицах у рана при данной рас- пространен- ности
0,01	19	2,59	1,28.10*	β	1,325 1,460	0,88 0,12	5,5.10-4 1,25.10-4	1,43-10- ³ 3,25-10-4
0,1	62	3,63	>10 ¹⁸	β				≪4.10-11
27,8	ß	0,035	6,2.1010	ġ.	0,275	1,00	1,35.10-2	4,75.10-4
2,8	~	0,0185	6,2.10 ¹⁶	β	3,40	1,00	1,25.10-9	2,3.10-11
10	0	0,11-10-4	6,0:104	ß	0,63	1,00	3,8.10-6	2,6.10-11
6,1	1	, 0,004	>1,5.10 ¹⁷	β	1,50	2,00	0,88.10-9	7,0.10-12
34,	11	1,8.10-7	1,4.10 ²¹	ġ	1	1	1	<1.10-20
00	68	0.0018	1.15.1011	β	$\left\{\begin{array}{c} 0,20\\ 1,00\end{array}\right\}$	0,30 0,70	1,5.10-5	2,7.10-8
	2			γ	$\begin{cases} 1,43\\0,80 \end{cases}$	0,70 0,30	2,5.10-4	4,5•10-7
5,6	0	0,0024	>1.1016	B	0,011	1,00	1.10-9	2,4.10-12
2,6	0	0,75.10-4	7,5 . 10 ⁴⁰	β γ	0,40 { 0,306 0,203	0,33 0,66 1,00	1,8.10 ⁻⁴ 0,6.10 ⁻³	1,33•10 ⁻³ 4,5•10 ⁻⁸
62,	63	5.10-6	4,0.1013	β	0,04	1,00	2,3.10-4	1,15.10-\$
15,	07	6,47.10-4	1,25.10 ¹¹	α	2,12	1,00	1,1.10-13	7.0.10-17
0,1	26	1,5.10-4	2,2.1017	ъ	3,20	1,00	4,3.10-12	6.4.10-10
10	0	0,2.10-4	2,0.10 ¹⁷	3	3,00	1,00	3,2.10-9	6,4.10-14

 У бидий характеризуется мягким бета-излучением с $\overline{E}_{max} = 0,257$ Мэв; гамма- и альфа-излучением не обладает. Его радиоактивность обусловлена изотопом Rb⁸⁷, содержащимся в смеси изотопов в количестве 27,85%.

Среднее содержание рубидия в земной коре (распространенность) составляет 0,035%; при таком содержании выход бетачастиц при распаде рубидия равен выходу бета-частиц при распаде 4,75.10⁻⁴% урана в равновесии с продуктами распада.

Бета-частицы рубидия полностью поглощаются фильтром толщиной 40 *мг/см²*. В связи с этим излучение рубидия может быть обнаружено только при измерениях специальными тонкостенными торцовыми счетчиками или сцинтилляционными бета-счетчиками.

Калий излучает гамма-кванты с энергией 1,46 Мэв и бетачастицы с максимальной энергией 1,32 Мэв; альфа-излучения не имеет. Радиоактивность калия обусловлена К⁴⁰, содержание которого в смесн изотопов равно 0,012%. При распаде К⁴⁰ около 12% его атомов в результате k-захвата превращаются в атомы аргона и излучают гамма-кванты; остальные 88%; подвергаясь бета-распаду, превращаются в атомы кальция. Урановые эквиваленты калия по выходу бета-частиц и гамма-квантов равны соответственно $5 \cdot 10^{-4}$ и $1,25 \cdot 10^{-4}$.

Среднее содержание калия в земной коре составляет 2,59%. По количеству бета-частиц и гамма-квантов это содержание эквивалентно соответственно 1,43 · 10⁻³ и 3,25 · 10⁻⁴% равновесного урана. Такое излучение соизмеримо с излучением пород, содержащих уран и торий в кларковых и близких к ним количествах.

Следует отметить, что излучением калия при анализах слабоактивных проб пренебрегать нельзя.

Таким образом, несмотря на существование большого количества естественных радноактивных элементов, число независимых групп этих элементов сравнительно невелико, причем количество групп, влияющих на результаты измерений, меняется в зависимости от вида измеряемого излучения и условий измерений. Так, при альфа-измерениях фиксируется излучение шести групп уранового ряда (UI, UII, 10, Ra, Rn, RaD) и трех групп ториевого ряда (Th, RdTh, Tn).

В случае равновесия в ряду тория количество групп уменьшается до семи. При гамма-измерениях практически все излучение обусловлено калием и четырьями группами элементов — урановой, радоновой, мезоториевой и тороновой. Если отфильтровано сравнительно мягкое бета-излучение RaE, то при бета-измерениях все фиксируемое излучение испускается теми же пятью излучателями, что и при гамма-измерениях.

При равновесни между мезоторнем и тороном практически все бета- и гамма-излучатели ряда тория объединяются в одну группу — мезоторневую. В этом случае все бета- и гамма-излучение естественных радноактивных элементов создает четыре группы, родоначальниками которых являются уран, радон, мезоторий и калий.

Нарушение равновесия между урановой и радоновой группами проявляется при бета-гамма-измерениях иначе, чем нарушение равновесия между группами мезотория и торона.

В ряду урана при сдвиге равновесия в сторону, например, недостатка радона гамма-активность уменьшается более резко, чем бета-активность, так как гамма-излучение связано в основном с группой радона, а бета-излучение распределено между группами радона и урана приблизительно одинаково.

В отличие от этого нарушение равновесия между группами мезотория и торона сопровождается пропорциональным изменением как бета-, так и гамма-активности ториевого ряда, так как количество бета-частиц и гамма-квантов распределено между этими группами примерно одинаково (1/3 бета-частиц и гаммаквантов приходится на группу мезотория, 2/3 — на группу торона). В частности, проба с коэффициентом равновесия между торо-

В частности, проба с коэффициентом равновесия между тороном и мезоторием, равным 50%, по выходу бета-частиц и гаммаквантов эквивалентна равновесной пробе, в которой мезотория на 33% меньше. Кроме того, в ториевом ряду возможно нарушение равновесия между торием и другими элементами ряда; поскольку торий является альфа-излучателем, в этом случае определить его содержание по результатам только бета- и гамма-измерений невозможно.

Варьируя условия измерений (толщину фильтра, энергетический интервал, вид измеряемого излучения и т. д.), можно свести к минимуму, а иногда и полностью исключить влияние излучения элементов одних групп и максимально выделить излучение элемечтов других групп.

ГЛАВА З

СПОСОБЫ РЕГИСТРАЦИИ РАДИОАКТИВНЫХ ИЗЛУЧЕНИЙ

Способы регистрации альфа-, бета- и гамма-излучений основаны на ионизирующем действии заряженных частиц. Гаммакванты непосредственно ионизацию не производят; их обнаруживают по ионизации, вызываемой вторичными заряженными частицами, которые образуются в результате взаимодействия гаммаквантов с атомами вещества.

Для регистрации излучений применяют различные детекторы ионизационные камеры, газоразрядные и сцинтилляционные счетчики, фотографические пластинки и т. д.

Ионизационные камеры и газоразрядные счетчики устроены по принципу конденсатора с газовым промежутком между электродами.

Установки, работающие в режиме тока насыщения, т. е. при условии, когда напряженность поля между электродами обеспечивает собирание только всех первичных ионов, называются ионизационными камерами. Эти камеры разделяются на интегрирующие и счетно-ионизационные: первыми измеряют ионизационный ток, а вторыми считают число радиоактивных частиц; величина ионизационного тока и амплитуда импульсов в ионизационных камерах не зависят от разности потенциалов на электродах. Чаще всего их применяют для регистрации альфа-частиц, так как ионизационный ток и амплитуда импульсов от этих частиц больше, чем от бета-частиц и гамма-квантов.

Установки, в которых напряженность поля создает такое ускорение первичных ионов, что образуются вторичные ионы, называются пропорциональными счетчиками. В этих счетчиках число вторичных ионов и амплитуда импульсов пропорциональны ионизирующей способности первичной частицы и разности потенциалов между электродами. Пропорциональные счетчики применяются для регистрации и исследования энергетического спектра бетаи особенно альфа-частиц.

Устройства, в которых напряженность поля создает лавинную ионизацию, называются счетчиками Гейгера-Мюллера или газоразрядными счетчиками. В таких счетчиках выходной импульс характеризуется большой амплитудой, которая не зависит от ионизирующей способности первичной частицы и разности потенциалов на электродах. Описываемые счетчики применяются для регистрации альфа-, бета- и гамма-лучей. Они различаются по конструкции (торцовые, цилиндрические), материалу катода (слюда, графит, алюминий, медь, сталь, вольфрам) и составу наполняющих газовых смесей (аргон с метилалем, изопентаном, галогенами и т. д.). Газоразрядные счетчики регистрируют все заряженные частицы, проникшие через их стенки, поэтому нижний предел энергни измеряемых частиц зависит от толщины стенок счетчика.

Торцовые счетчики со слюдяным окошком толщиной 5—6 *мг/см*² фиксируют бета-частицы с энергией выше 0,06 *Мэв* и альфа-частицы с эпергией больше 5 *Мэв*. Цилиндрические счетчики с алюминиевым и стальным катодами, а также стеклянные счетчики с различными впутренними покрытиями, имеющие толщину стенок 30, 60 и 200 *мг/см*², применяют для регистрации бета-частиц с эпергией более 0,15; 0,25 и 0,60 *Мэв*. С дополнительным фильтром, полностью поглощающим бета-частицы, эти же счетчики применяются для регистрации гамма-лучей; в этом случае они фиксируют электроны, возникающие в результате взаимодействия гамма-лучей с веществом катода; регистрируется не более 1%

Измерения сцинтилляционными счетчиками основаны на эффекте возбуждения радноактивными излучениями света (люминесценции) в прозрачных твердых телах, жидкостях или газах (люминофорах). Такие приборы применяют для регистрации и исследования спектров альфа-, бета- и гамма-излучений. Сцинтилляционный счетчик состоит из люминофора (сцинтиллятора) и фотоэлектронного умножителя (ФЭУ). Кванты света, возникающие в результате взаимодействия радиоактивных излучений с веществом люминофора, выбивают из фотокатода ФЭУ электроны. В дальнейшем благодаря вторичной эмиссии электронов на динодах ФЭУ поток электронов возрастает в геометрической прогрессни; в результате на выходе фотоэлектронного умножителя возникают импульсы, регистрируемые радиотехнической аппаратурой.

Люминофоры сцинтилляционных счетчиков характеризуются высокой конверсионной эффективностью (долей энергии радиоактивных излучений, преобразованной в кванты света), хорошей прозрачностью для возникающих в них вспышек света и малым временем высвечивания.

К сцинтилляционным счетчикам, предназначенным для спектрометрических измерений, предъявляются следующие повышенные требования:

энергия радиоактивного излучения, поглощенная в люминофоре, должна быть пропорциональна количеству фотонов света, возникающих в результате этого поглощения;

для монохроматической энергии радиоактивного излучения колебания соответствующих амплитуд импульсов на выходе ФЭУ должны быть минимальными.

Вследствие обусловленных различными процессами статистических флюктуаций в люминофоре п ФЭУ амплитудное распределение импульсов, возникающих при регистрации монохроматического излучения, имеет форму, близкую к кривой Гаусса. Способность сцинтилляционного счетчика различать радиоактивные излучения по энергиям тем лучше, чем меньше колебания амплитуды импульсов.

Пропорциональные счетчики имеют лучшее разрешение, чем сцинтилляционные, однако в связи с их низкой чувствительностью при спектрометрических измерениях естественной радиоактивности применяют в основном сцинтилляционные счетчики.

Количественно амплитудное разрешение оценивается по формуле

$$R = \frac{\Delta E}{E} 100 /_{a} \tag{1. 12}$$

где R — амплитудное разрешение счетчика в %; E — энергия монохроматического излучения в Mэв; ΔE — ширина пика, обусловленного монохроматическим излучением на половине его высоты, в Mээ.

Для ориентировочной оценки разрешения спектрометра R_1 в другом энергетическом интервале E_1 применяют приближенную формулу

$$R_1 = R \sqrt{\frac{E}{E_1}}.$$
 (1.13)

Анализ амплитуд импульсов при спектрометрических измерениях осуществляют при помощи интегральной (однопороговой) и дифференциальной (двухпороговой) дискриминации. При интегральной дискриминации регистрируют импульсы, амплитуда которых больше, чем порог дискриминации, а при дифференциальной — импульсы в определенном интервале амплитуд, характеризуемом нижним порогом дискриминации и шириной окна. Нижний уровень дискриминации определяет минимальную величину регистрируемой амплитуды импульсов, а ширина окна разность между максимальными и минимальными амплитудами.

По данным дифференциальных измерений строят кривую амплитудного распределения импульсов, выражающую зависимость интенсивности излучения (при определенной ширине окна) от нижнего уровня дискриминации.

Для измерений суммарной альфа-активности препаратов применяют люминофоры из сернистого цинка, активированного серебром: ZnS (Ag). Конверсионная эффективность ZnS (Ag) для альфа-лучей равна примерно 25%, время высвечивания 10⁻⁵ сек. Оптимальная толщина люминофора составляет приблизительно 25 мг/см²; при толщине 50 мг/см² он непрозрачен для собственного излучения. Чувствительность ZnS (Ag) к электронам и гамма-квантам очень мала, в связи с чем эти люминофоры можно применять для альфа-измерений при сравнительно высоком фоне бетаи гамма-излучений.

Люминофоры изготовляют в виде круглых плоских экранов или, в случае необходимости измерения эманаций, наносят тонким слоем на внутренние стенки альфа-камер с прозрачным дном. Для спектрометрических альфа-измерений используют люминофор из йодистого цезия, активированного таллием: CsJ (Tl), у которого, в отличие от ZnS (Ag), линейная зависимость между поглощенной энергией и световым выходом соблюдается в широком диапазоне энергий. Конверсионная эффективность CsJ (Tl) равна 6%, время высвечивания 10⁻⁵ сек.

Для сцинтилляционных бета-измерений применяют органический люминофор стильбен (С₁₄Н₁₂), нанесенный в виде тонкого порошка на светопровод. Конверсионная эффективность стильбена равна 2,5%, время высвечивания 10⁻⁸ сек.

Сцинтилляционные бета-счетчики позволяют эффективно регистрировать бета-частицы небольших энергий и характеризуются малым мертвым временем. Однако для интегрального бета-счета они менее удобны, чем тонкостенные счетчики Гейгера-Мюллера, поскольку при одинаковой с ними чувствительности более сложны и работают менее стабильно.

Для регистрации и спектрометрического исследования гаммаквантов наиболее широко используют люминофоры, представляющие собой кристаллы йодистого натрия, активированного таллием; вследствие большой гигроскопичности их помещают в специальные герметические контейнеры. Конверсионная эффективность люминофоров NaJ (Tl) равна 8%, время высвечивания 2,5 · 10⁻⁷ сек.

У кристаллов NaJ (Tl) амплитуда импульсов на выходе $\Phi \Im Y$ пропорциональна энергии радиоактивного излучения, поглощенной в кристалле. Описываемые люминофоры характеризуются большим эффективным атомным номером и большим удельным весом (3,7 Γ/cm^3). Благодаря этому достигается высокая эффективность регистрации гамма-квантов, так как два основные вида взаимодействия гамма-излучения естественных радиоактивных элементов с веществом — фотоэлектрическое поглощение и комптоновское рассеяние — пропорциональны соответственно четвертой степени атомного номера и атомному номеру.

Фотоэлектрическое поглощение обратно пропорционально кубу энергии излучения и поэтому при регистрации мягких гаммаквантов — с энергией примерно до 0,5 *Мэв* — играет наиболее существенную роль. Энергия квантов в данном случае преобразуется в кинетическую энергию электронов, которая идет на образование люминесценции. В результате на выходе ФЭУ возникают импульсы, пропорциональные энергии гамма-квантов, падающих на кристалл.

При комптоновском рассеянии в кинетическую энергию электронов переходит только часть энергии первичного кванта, другая часть передается вторичным гамма-квантам. Последние могут выйти из кристалла или в результате последовательных процессов комптоновского рассеяния и фотоэлектрического поглощения поглотиться в нем, передав всю энергию электронам. Когда кванты поглощаются полностью, импульсы на выходе ФЭУ, как и при фотоэлектрическом поглощении, пропорциональны энергии падающих квантов, так как время, затрачиваемое на последовательные процессы взаимодействия гамма-излучения с люминофором, меньше времени его высвечивания. Если же кристалл полностью их не поглощает, импульсы па выходе ФЭУ пропорциональны только энергии тех квантов, которые поглощаются в кристалле.

При энергии гамма-излучения больше 1,02 *Мэв* на его поглощение начинает влиять процесс образования пар «электрон позитрон». Эффект образования пар пропорционален энергии гамма-излучения и квадрату атомного номера вещества. Энергия электрона, возникающего при этом процессе, затрачивается на образование люминесценции, а позитрон в результате аннигиляции с электроном превращается в два гамма-кванта с энергией 0,51 Мэв каждый; кристаллом малых размеров часть этих квантов может не поглотиться.

В результате комптоновского рассеяния и образования пар на дифференциальной кривой амплитудного распределения импульсов с левой стороны фотопика, обусловленного моноэнергетическим излучением, могут появиться дополнительные пики. При сложном спектральном составе первичного гамма-излучения (в частности, при измерениях естественной радиоактивности) фотопики первичных гамма-квантов могут быть увеличены за счет комптоновского рассеяния первичных гамма-квантов более высоких энергий.

Гамма излучение с энергией до 0,1 *Мэв* полностью поглощается 1,5-сантиметровым кристаллом NaJ (Tl). Наиболее жесткое гаммаизлучение естественных радиоактивных элементов — с энергией 2,62 *Мэв* — поглощается наполовину при толщине кристалла 5 *см*.

Таким образом, измерения при помощи сцинтилляционных счетчиков повышают эффективность регистрации гамма-излучения до нескольких десятков процентов, причем эффективность регистрации снижается с увеличением энергии гамма-квантов и с уменьшением размеров кристалла.

Сцинтилляционные гамма-счетчики обладают существенными преимуществами по сравнению с газоразрядными: высокой чувствительностью, возможностью дифференцировать гамма-излучение по энергии и примерно в 1000 раз меньшим мертвым временем, чем у газоразрядных счетчиков. Наряду с этим сцинтилляционные счетчики имеют ряд недостатков. Для них необходим мощный усилитель импульсов, а также очень высокая стабильность источников питания (не менее 0,2%) и сопротивлений делителя напряжения на ФЭУ. Они практически не имеют плато. сложнее по устройству и в эксплуатации и менее стабильны, чем газоразрядные счетчики.

В методах радиографии для получения отпечатков радиоактивных включений и треков альфа-частиц используют фотографические пластинки. Эти методы основаны на свойстве фотопластинок фиксировать (после проявления) ионизационные треки, возникающие в результате взаимодействия радиоактивных частиц со светочувствительной эмульсией. Подробней эти методы будут описаны ниже.

ЧАСТЬ 2

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ УСТАНОВОК

В главе 3 части 1 рассмотрены принципы работы различных детекторов радиоактивных излучений, являющихся основой любой измерительной установки для радиометрического анализа. Однако, помимо детектора излучений, такие установки содержат и другие важные составные части: счетные устройства, блоки питания, измерительные приспособления и т. д.

Каждая измерительная установка характеризуется определенными метрологическими параметрами, которые важно учитывать при оценке возможности ее применения для радиометрического анализа данного вида и для выбора оптимальных условий измерений.

Основные технико-эксплуатационные параметры радиометров и электрометров, применяемых для аналитических работ, приведены в приложении 7.

В числе метрологических параметров измерительной установки различают общие, которые должны быть определены независимо от видов анализа, и частные, определяемые для отдельных методик.

К общим метрологическим параметрам радиометрической измерительной установки, рассматриваемым более подробно ниже, относятся фон, разрешающая способность, чувствительность, порог чувствительности и пределы измерений. Частными параметрами, например в методе гамма-спектрометрии, являются коэффициент разделения, энергетическое разрешение и т. п.

ГЛАВА 4

ПАРАМЕТРЫ УСТАНОВОК

V. Φ0Η

Фон — полученный на измерительной установке отсчет, не являющийся результатом воздействия определяемого радиоактивного излучения. Фон обусловлен радноактивными элементами, содержащимися в самой установке, в окружающих предметах, ионизацией, вызванной космическим излучением, а также рядом других факторов, не относящихся к измеряемому излучению. Наличие фона особенно существенно сказывается на точности определения радиоактивности, близкой к пороговой.

Как мешающий фактор фон должен быть по возможности снижен. Это достигается применением специальных экранов, защищающих детектор от внешних источников излучения, выбором оптимального режима питания счетчиков и т. п., а в радиометрах



Рис. 1. Счетная характеристика счетчика СТС-6. $I_{\rm H}, I_{\rm K}$ — скорость счета в начале и в конце плато; $V_{\rm H}, V_{\rm K}$ — напряжение в начале и в конце плато.

еще и применением менее чувствительных счетчиков. Такой же прием иногда используется с целью повышения верхнего предела измерительной установки (см. раздел IX). Для измерения слабой радиоактивности снижать фон подобным образом во всех случаях невыгодно; при этом более целесообразно увеличивать точность измерений путем повышения чувствительности, не увеличивая фона установки.

Для выбора оптимального режима питания, подаваемого на детектор излучения, должна быть определена счетная характеристика, т. е. зависимость измеряемого эффекта от напряжения на детекторе или ФЭУ (рис. 1).

В серийных электрометрах предусмотрена подача на ионизационную камеру разности потенциалов, соответствующей току насыщения, поэтому счетная характеристика подобных приборов обычно не снимается. Ее целесообразно определять лишь в случаях, когда измеряются весьма значительные ионизационные токи, в связи с чем подаваемое на понизационную камеру напряжение может оказаться меньше того, которое необходимо для создания тока насыщения. В раднометрах определяют зависимость скорости счета от напряжения, подаваемого на газоразрядные счетчики или ФЭУ.

Счетная характеристика газоразрядных счетчиков обычно имеет область плато, в пределах которой скорость счета с изменением напряжения почти не изменяется (см. рис. 1); параметрами плато являются его ширина и наклон. В радиометрах со сцинтилляционными счетчиками плато практически отсутствует.

Выбор рабочего напряжения лучше производить путем измерений с радиоактивным препаратом. У газоразрядных счетчиков плато счетной характеристики проявляется в этом случае более четко. Для радиометров с альфа-сцинтилляционным счетчиком необходимо подобрать тонкослойный препарат (U²³⁸, Pu²³⁹ и т. п.) и при снятии счетной характеристики помещать его почти вплотную к люминофору.

Ширину плато Ш определяют по разности напряжений у его конца V_к и начала V_и, снимаемых со счетной характеристики:

$$\mathcal{I} = V_{\kappa} - V_{\mathrm{H}}. \tag{2.1}$$

Наклон плато (в процентах на 1 в) вычисляется по формуле

$$II = \frac{2(i_{\rm K} - i_{\rm H})\,100}{(i_{\rm R} + l_{\rm n})\,III},\qquad(2.2)$$

сде *i*_к, *i*_н — скорости счета, соответствующие концу и началу счета.

Так, по счетной характеристике счетчика СТС-6 (см. рис. 1) установлено, что при напряжениях $V_{\kappa} = 480 \ s$ и $V_{\pi} = 340 \ s$ скорости счета равны:

$$i_{\kappa} = 2220 \text{ имп/мин } i_{\mu} = 2120 \text{ имп/мин.}$$

По этим данным найдем наклон плато:

$$H = \frac{2(2220 - 2120)100}{(2220 + 2120)(480 - 340)} = 0,033^{0}/_{0}$$
 на 1 в или 3,3% на 100 в.

Наклон плато для счетчиков типа СТС должен быть не более 0,15% па 1 в, а для счетчиков типа МС, ВС, ГС не более 0,1% на 1 в.

В газоразрядных счетчиках наклон плато со временем увеличивается, а ширина плато уменьшается. Поэтому для определения момента окончания срока службы счетчика необходима периодическая проверка ширины и наклона плато.

Устанавливая рабочее напряжение на газоразрядном счетчике, необходимо учитывать, что рабочая точка должна быть по возможности ближе к началу плато; это уменьшит число ложных импульсов и увеличит срок службы счетчиков. Однако чрезмерное приближение к началу плато недопустимо, поскольку при случайном снижении питающего напряжения, так же как и при больших за-

грузках, возможен уход с плато в направлении начала счета. Обычно рабочее напряжение выбирают в конце первой трети плато.

У сцинтилляционных счетчиков, как указывалось выше, нет выраженного плато, в связи с чем рабочее напряжение на ФЭУ выбирают на величине добротности (см. раздел VIII). Для этого при различных фиксированных напряжениях на ФЭУ определяют фон Ф н скорости счета *i* от радиоактивного препарата.



Рис. 2. Изменение фона Ф. скорости счета от препарата I и добротности Ларика и счети от напряжения на фотоэлскаронном умножителе.

$$1 - \Phi = f(V); \quad 2 - \frac{1}{\sqrt{\Phi}} = f(V); \quad 3 - 1 = f(V).$$

С увеличением напряжения фон возрастает сначала медленно, а затем резко. Рабочее напряжение на ФЭУ выбирают при таком положении регулятора напряжения, в котором добротность для скорости счета

$$\mathcal{A}_{I} = \frac{! \quad \mathcal{P}}{\sqrt{\phi}} = \frac{!}{\sqrt{\phi}} \tag{2.3}$$

достигает максимального значения (рис. 2).

После установки рабочего напряжения необходимо проверить правильность работы радиометра. Для этого производят *п* отсчетов числа импульсов (N₁, N₂, ..., N_n) от радиоактивного препарата за одинаковые промежутки времени. При нормальной

работе радиометра стандартное отклонение S_{A'} отдельных результатов измерений от среднего

$$\overline{N} = \frac{\sum N_j}{n} \tag{2.4}$$

в соответствии с законом Пуассона будет равно

$$S_N = \sqrt{\overline{N}}.$$
 (2.5)

Если \overline{N} и *n* достаточно велики ($\overline{N} > 100$, n > 20), то закон Пуассона аппроксимируется нормальным. В этом случае

$$S_{N_0} = \sqrt{\frac{\sum (N_j - \overline{N})^2}{n - 1}}.$$
 (2.6)

Когда ошибки в счете импульсов обусловлены только флюктуациями числа распадов,

$$S_N = S_{N_0}.$$
 (2.7)

При наличии других источников ошибок (ложные импульсы и т. п.) общая ошибка, включающая и ошибку S_N , будет больше ¹, т. е.

$$S_N > S_N \tag{2.8}$$

Фон измерительной установки может изменяться также и в связи с эманированием исследуемых препаратов. Так, после измерений проб повышенной активности, особенно содержащих торий, на детекторе часто осаждается активный налет и повышенный (иногда весьма существенно) фон сохраняется в течение нескольких часов. В связи с этим целесообразно измерять фон не после каждой слабоактивной пробы, а наоборот, после каждой сильноактивной пробы (за исключением случаев, когда заведомо известно, что пробы практически не эманируют).

VI. РАЗРЕШАЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ

Разрешающая способность измерительной установки зависит от величины разрешающих времен отдельных элементов регистрирующего блока (детектора излучения, усилителя импульсов, пересчетной схемы, оконечного усилителя и нумератора).

Разрешающую способность радиотехнической схемы принято характеризовать величиной постоянной времени (времени релаксации), а детектора излучения и нумератора — величиной мертвого времени. Далее для характеристики инерционности любых эле-

¹ Существенность превышения S_{N_0} над S_N можно проверить по *F*-критерию (см. приложение 6).
ментов регистрирующего блока условно принят единый термин мертвое время, т. е. минимальный промежуток времени между двумя следующими друг за другом импульсами, которые могут быть переданы для регистрации или сосчитаны отдельно. Общая разрешающая способность установки (величина, обратная мертвому времени) определяется мертвым временем наиболее медленно действующего элемента регистрирующего блока.

Порядок величии мертвых времен отдельных элементов регистрирующего блока радиометров приведен ниже.

Блок	Мертвое время, сек
Детекторы излучения (счетчи	кки)
Газоразрядные:	
галогенные .	$10^{-4} - 10^{-5}$
MC, BC, FC	10-6-10-7
Сцинтилляционные:	
ZnS (Cd)	>10-5
NaJ (TI)	2.5.10-7
CsJ(Tl)	10-5
Фотоэлектронный умножитель	10-9
Промежуточные каскады	10-3-10-8
Нумератор	10-2

Как видно из приведенных данных, наиболее медленно действующим элементом установки является нумератор.

Для увеличения интервалов времени между последовательиыми импульсами, поступающими на нумератор, обычно применяют пересчетные схемы, с помощью которых нумератор считает только каждый k-й импульс (k — коэффициент пересчета), а дополнительное интерполирующее устройство — одиночные импульсы, поступающие после последнего зарегистрированного k-кратного импульса.

Различают мертвое время продлевающегося, или механического, т_м, и испродлевающегося, или электрического, т_э, типов (В. И. Гольданский и др., 1959). Установка нечувствительна к последующим импульсам при мертвом времени продлевающегося типа в течение времени т_м после каждого поступающего импульса, а при мертвом времени непродлевающегося типа — в течение времени т_э после регистрации предыдущего импульса.

Мертвое время типа т_м зависит от величины измеряемой скорости счета (загрузки); мертвое время типа т_э одинаково при любой загрузке.

Мертвое время первого (продлевающегося) типа характерно для установок, в которых разрешающая способность определяется инерционностью электромеханического нумератора, а мертвое время второго типа — для установок, у которых наиболее медленно действующим элементом регистрирующего тракта являются сазоразрядные счетчики, усилитель или раднотехническая схема, расположенная между нумератором и выходом пересчетного устройства.

При измерениях с помощью радиометров важно установить тип мертвого времени, а следовательно, зависимости между зафиксированной i и истинной i_0 скоростью счета. Этот вопрос подробно изложен в упомянутой монографии В. И. Гольданского и др. (1959). Рассмотрим наиболее типичный из приведенных в этой монографии случаев. Для практики наибольший интерес представляет достаточно общий вариант измерительной установки с коэффициентом пересчета k, у которой мертвое время входа относится к типу τ_a , а мертвое время выхода к типу τ_m . Для этого случая

$$i = i_0 \frac{e^{-i\tau}}{1 + i_0 \tau_3} R \ (i_0 \tau), \tag{2.9}$$

где

$$\bar{R}(i_{0}\tau) = 1 + i_{0}\tau + \frac{(i_{0}\tau)^{2}}{2!} + \cdots + \frac{(l_{0}\tau)^{k-1}}{(k-1)!}$$
(2.10)

И

$$\tau = \tau_{\rm M} - k\tau_{\rm s}. \qquad (2.11)$$

Если мертвое время входа мало (т, = 0),

$$i = \iota_0 e^{-\iota_0 \tau_M R} (\iota_0 \tau_M). \qquad (2. 12)$$

Когда в уравнении (2.9)

$$e^{-i_0\tau}R(i_0\tau)=1$$

т. е. при $\tau_{\rm M} = k \tau_{\rm 3}$ или при $k = \infty$,

$$i_0 = \frac{i}{1 - i\tau_3};$$
 (2.13)

для установок без пересчета (*k* = 1)

$$i = i_{0} \frac{e^{-l_{0}\tau_{M}}}{1 + i_{0}\tau_{9}}.$$
 (2.14)

При малых загрузках и k=1

$$i \approx i_0 (1 - i_0 \tau_0),$$
 (2.15)

где

$$\tau_0 = \tau_s + \tau_{M}. \tag{2.16}$$

Если в формуле (2. 9) положить $\tau_{\mathfrak{s}} = 0$ и k = 1, то получим $i = i_{\mathfrak{o}} e^{-i_{\mathfrak{o}} \tau_{\mathfrak{M}}},$ (2: 17)

а при $\tau_{M} = 0$ и k = 1 из выражения (2. 9) вновь можно получить формулу (2. 13).

Формулы (2. 9), (2. 12), (2. 14), (2. 17) неудобны для практического использования, так как величина i_0 в них не может быть рационально разрешена относительно i.

Заменив в формуле (2. 12) переменные

$$i = \frac{y}{\tau_{\rm M}}, \qquad (2.18)$$

$$i_0 = \frac{x}{\tau_{\rm M}}, \qquad (2.19)$$



Рис. 3. Универсальные кривые для оценки зависимости между измеренной *i* и истипной i_0 скоростями счета для пересчетных установок с k = 1; 4; 10; 16.

можно построить универсальные кривые вида

$$y = xe^{-x} \left[1 + x + \frac{x^2}{2!} + \dots + \frac{x^{k-1}}{(k-1)!} \right].$$
 (2.20)

В работе В. И. Гольданского и др. (1959) приведены универсальные кривые, в которых для удобства сопоставления при различных k величины x нормированы по k, т. е. принято $x^1 = \frac{x}{k}$. Однако для практического применения эти кривые неудобны вследствие малого масштаба. На рис. 3 приведены универсальные кривые зависимости y от x (не нормированные по k) для x от 0 до 9 и для k = 1, 4, 10 и 16 в масштабе, удобном для использования в работе. Каждая универсальная кривая имеет максимум y_k в точке $x = a_k$ (табл. 2.1).

Таблица 2.1

Зависимость координат максимума	универсальной кривой
(y_k, a_k) от коэффициент	а пересчета

k	1	2	4	8	10	16	32	64	100
Ÿk.	0,37	0,42	0,49	0,56	0,58	0,63	0,73	0,76	0,80
a _k	1,00	l,62	2,95	5,80	7,50	11,9	25,0	52,3	85,0

По максимальной скорости счета і, можно рассчитать общее мертвое время установки:

$$\tau_{\rm M} = K \frac{y_k}{i_{\rm M}}.\tag{2.21}$$

Для формулы типа (2. 13) мертвое время и максимальная скорость счета связаны зависимостью

$$i_{\rm M} = \frac{1}{\tau_{\rm y}}, \qquad (2. 22)$$

откуда

$$\tau_{\mathfrak{s}} = \frac{1}{i_{\mathsf{M}}} \,. \tag{2.23}$$

Например, найдено, что на установке Б-2 со счетчиком СТС-6 при k = 4 максимальная скорость счета равна 18 300 имп/мин. Пользуясь формулой (2. 21) и табл. 2. 1, находим

$$\tau_{\rm M} - \frac{4 \cdot 0.49}{18300} = 1.07 \cdot 10^{-4}$$
 muh.

Рассмотрим пример пользования универсальными кривыми. Пусть на установке Б-2 при k = 4 и $\tau_{\rm M} = 1,07 \cdot 10^{-4}$ мин измеренная скорость счета оказалась равной $i = 12\,480$ имп/мин.

Так как $y = i\tau = 12\ 480 \cdot 1,07 \cdot 10^{-1} = 1,34$, по универсальной кривой (см. рис. 3) находим, что для k = 4 x = 1,45.

Отсюда

$$i_0 = \frac{1.45}{1.07 \cdot 10^{-4}} = 13551 \text{ имп/мин.}$$

Наличие максимума *у* обусловливает двойственность оценки *х* по величине *у*. Чтобы установить, какое (справа или слева от максимума на рис. 3) фактическое значение *х* имеет место, необходимо несколько изменить интенсивность излучения путем приближения или удаления источника. Если скорость счета при этом изменится

соответственно изменению интенсивности излучения (т. е. увеличится при приближении источника излучения к счетчику и наоборот), то для расчета используют кривую слева от максимума, в противном случае — кривую справа от максимума.

Заметим, что измерения в области как правой, так и левой ветвей кривой вблизи максимума недопустимы, так как чувствительность установки в этой области близка к нулю При точных анализах не следует допускать измерений также и в области значительных загрузок ($i\tau > 1,3$), поскольку приведенные выше формулы поправок на просчеты импульсов справедливы лишь для





идеальных условий и поэтому недостаточно точно отображают фактическое соотношение между *i* и *i*₀. Если потребуется ввести в результаты измерений значительные поправки, лучше изменить условия измерений путем уменьшения навесок, использования менее чувствительных счетчиков, увеличения расстояния от пробы до счетчика и т. п.

В формуле (2. 13) *і* просто разрешается относительно *і*. Замена ею формулы (2. 9) допустима при условии

$$z = R e^{-l_0 \tau} = 1. \tag{2.24}$$

Величина *г* является суммой от 0 до (k — 1) вероятностей закона Пуассона.

Так как

$$\lim_{k \to \infty} R = e^{i_0 \tau}, \qquad (2.25)$$

то с увеличением k величина z стремится к единице, поэтому величина δ_k имеет смысл относительной ошибки приближения z к 1.

На рис. 4, где приведена зависимость $\delta_k = 1 - z$ от x для разных k, видно, например, что для $x = i_0 \tau \leq 0.8$ и k > 4 замена формулы (2.9) формулой (2.13) обусловит ошибку δ_k не более чем на 1%. Для k > 10 замена формул с той же погрешностью допустима при $x \leq 4$, а для k > 16 при $x \leq 8$. До начала измерений необходимо определить тип мертвого времени каждой измерительной установки и его величину.

Если взять достаточно мощный источник излучения (например, стандартный радиевый эталон) и постепенно приближать его к счетчику, скорость счета будет возрастать и достигнет максимального значения; при дальнейшем приближении скорость счета будет оставаться равной *i*, или уменьшаться. В первом случае установка имеет мертвое время типа τ_{3} , во втором — типа τ_{M} . Мертвое время рассчитывают по максимальной скорости счета с помощью уравнения (2. 21) или (2. 23).

В табл. 2. 2 приведены определенные описанным выше способом максимальные скорости счета и рассчитанные по ним величины мертвых времен для установок Б-2 и ЛАС.

Таблица 2.2

		Уста	новка Б-2			
Параметр	№ 1 при	пересчете	N9 2	2 при перес	чете	Установка ЛАС
	1	4	1	4	16	
і _м , имп/мин т _м , мин	3503 1,06 • 10−4	18 300 1,07 · 10-4	2200 1,68-10-4	16 336 1,21 • 10 ⁻ 4	97 920 1,03∙10 ⁻⁴	430 000 1,6 - 10 ⁻⁴

Максимальные скорости счета и величины мертвых времен для установок Б-2 и ЛАС

На рис. 5 приведены теоретические кривые зависимости i от i_0 , рассчитанные по формуле (2. 20) для установок Б-2 (k = 4) по значениям $\tau_{\rm M}$, указанным в табл. 2. 2, а также фактические значения скоростей счета i и i_0 , найденные по результатам измерений порошков с различным и известным содержанием в них урана в равновесии.

Как видно на рис. 5, совпадение фактических данных с теоретическими для каждой из двух установок Б-2 при k = 4 вполне удовлетворительное. На рис. 6 представлены теоретические кривые и фактические данные для установки Б-2 с пересчетом на 16 и для установок ДП-100 и ЛАС. В этом случае фактические и теоретические данные также почти совсем совпадают. Таким образом, на установке Б-2 даже при k = 16 потери счета практически отсутствуют до загрузок около 85 000 имп/мин, причем верхняя граница линейной части кривой относительно близка к максимальной скорости счета (113 000 имп/мин). Еще большей оказалась линейность счета установки ЛАС (на рис. 6 не показана): она простирается до загрузок около 300 000 имп/мин при максимальной скорости счета 430 000 имп/мин.

Небезынтересно отметить, что для установки ЛАС измеренной максимальной скорости счета 430 000 имп/мин соответствует истинная скорость счета

$$i_0 = \frac{a_k}{\tau_M} = \frac{85}{1,86 \cdot 10^{-4}} = 456\,000 \, umn/muh.$$

т. е. даже в области максимума просчеты составляют всего 5,7%.



Рис. 5. Зависимость между измеренной / и истинной (о скоростями счета на установке Б-2 при пересчете па 4.

Теоретические кри. вые: 1 — для установ. ки № 1, 2 — для установки № 2; фактические значения: 3 — для установки № 1, 4 для установки № 2.

Рис. 6. Зависимость между измеренной i и истинной i_0 скоростями счета на установках ДП-100, Б-2 (k = 16) и ЛАС.

Теоретические кривые: -установка Б-2 (k=16), ДП-100, установка 3-установка ЛАС; фактические данные: 4--yc-(k = 16),Б-2 тановка ДП-100. установка ЛАС. -установка

Значительные потери счета обнаружены на установке ДП-100 при измерениях со счетчиком СТС-6. Согласно техническому описашно этой установки величина просчетов для статистически распределенных импульсов до скорости счета 25 000 имп/мин не должна превышать 10%. Фактически при $i = 25\,000$ имп/мин величина i_0 , измеренная со счетчиком СТС-6, составляет 31 500 имп/мин, т. е. потери счета достигают 26% измеренной скорости счета, или 20% истинной скорости счета. В диапазоне загрузок до 100 000 имп/мин для установки ДП-100 мертвое время оказалось одинаковым (~8,5 · 10⁻⁶ мин). Это указывает, что потери счета в данном случае соответствуют мертвому времени непродлевающегося типа. Для рассматриваемого случая теоретическая кривая

$$i = \frac{i_0}{1 + i_0 \, 8.5 \cdot 10^{-6}},$$

как видно из рис. 6, во всем диапазоне вплоть до скорости счета 100 000 имп/мин согласуется с фактическими данными.

Таким образом, потери счета в установках Б-2, РАЛ-1 и ЛАС достаточно точно соответствуют закону просчетов импульсов для мертвого времени продлевающегося типа, а в установке ДП-100 со счетчиком СТС-6—для мертвого времени непродлевающегося типа.

Для случая малых загрузок и больших коэффициентов пересчета потери счета, как указывалось выше, могут быть оценены независимо от типа мертвого времени т по формуле (2. 13). В связи с этим рассмотрим способы определения мертвого времени по указанной формуле.

Мертвое время можно измерить с помощью одного источника при возможности изменения интенсивности его излучения (путем изменения расстояния счетчик — эталон, применения препарата с малым периодом полураспада и т. д.) или с помощью двух источников излучения.

Так, если измерить скорости счета i_1 и i_2 от одного достаточно мощного источника излучения на двух различных, но бо́льших удвоенной длины катода счетчика расстояниях r_1 и r_2 , можно считать, что интенсивность излучения изменяется обратно пропорционально квадратам расстояний. В этом случае мертвое время рассчитывают по формуле

$$\tau = \frac{r_2^2(i_2 - \Phi) - r_1^2(i_1 - \Phi)}{l_1 r_2^2(i_2 - \Phi) - l_2 r_1^2(i_1 - \Phi)}.$$
 (2. 26)

В случае, если источник излучения нельзя считать точечным, для определения т можно использовать (В. И. Гольданский и др., 1959) уравнение

$$\tau = \frac{K_0 I_1 - I_2}{K_0 (K_0 - 1) I_1^2}, \qquad (2.27)$$

где K₀ — отношение двух интенсивностей излучения источника, определенное приближенно, по отношению фактически измеренных скоростей счета:

$$K_0 \approx \frac{i_2 - \Phi}{i_1 - \Phi} = \frac{I_2}{I_1}$$
 (2.28)

Если требуется определить τ со средней относительной ошибкой δ_1 %, I_1 необходимо измерять в течение времени

$$I_{1} = \frac{(1 + \sqrt{K_{0}}) \ 10^{4}}{\sqrt{K_{0}} \ (K_{0} - 1)^{2} \ (\tau \delta_{\tau} i_{1})^{2} \ i_{1}}, \qquad (2. 29)$$

а І 2 в течение времени

$$t_2 = \frac{t_1}{\sqrt[1]{K_0}}.$$
 (2. 30)

Например, если для установки с ожидаемым значением $\tau = 5 \cdot 10^{-6}$ мин интенсивности излучения выбраны так, что $i_1 = 10\ 000\ umn/mun$ и $i_2 = 30\ 000\ umn/mun$ ($K_0 = 3$), то, чтобы определить т со средней относительной ошибкой не более 5%, необходимо считать l_1 в течение времени

$$t_1 = \frac{(1+\sqrt{3}) \, 10^4}{\sqrt{3} \, (3-1)^2 \, (5 \cdot 10^{-6} \cdot 5 \cdot 10^4)^2 \, 10^4} = 7 \quad \text{Muh},$$

и T₂ в течение времени

$$t_2 = \frac{7}{\sqrt{3}} = 4$$
 мин.

Мертвое время установки можно определить, используя, кроме нее, регистрирующее устройство с большой разрешающей способностью. Например, для определения мертвого времени электромеханического счетчика в приборе ТИСС необходимо импульсы с выхода этой установки передать на вход пересчетной установки (Б-2 и т. п.), включенной на максимальный коэффициент кратности.

Если одновременно измерить скорость счета от какого-либо препарата на исследуемой (i) и пересчетной (i₀) установках, т при небольших загрузках можно рассчитать по формуле

$$\tau = \frac{i_0 - i}{li_0} \,. \tag{2.31}$$

Время отсчета рассчитывается по выражению

$$t = \frac{1}{\tau \, (\delta_{\tau} i)^2} \,. \tag{2. 32}$$

Последний способ определения т значительно более точен.

Для определения мертвого времени способом двух источников излучения поступают следующим образом. Сначала при некотором выбранном и фиксированном положении источников относительно счетчика измеряют скорость счета i_1 от одного источника излучеиия, затем — от обоих источников i_c ; далее первый источник убирают и определяют скорость счета i_2 от второго. Истинные скорости счета $i_{0,i}$ для каждого источника в отдель-

Истинные скорости счета *i*_{0, /} для каждого источника в отдельности и при одновременном действии обоих источников будут равны:

$$\dot{V}_{0,1} = \frac{l_1}{1 - l_1 \tau} - \phi,$$
 (2.33)

$$I_{0,2} = \frac{i_2}{1 - l_2 \tau} - \Phi, \qquad (2.34)$$

$$l_{0,c} = \frac{i_c}{1 - i_c \tau} - \varphi.$$
 (2.35)

Пользуясь точным равенством

$$I_{0,1} + I_{0,2} = I_{0,c}$$
 (2.36)

и учитывая, что условие

$$\Phi \tau \ll 1$$
 (2.37)

практически всегда выполняется, из уравнений (2.33)—(2.35) получим формулу

$$\tau = \frac{1}{i_{\rm c}} \left[1 - \sqrt{1 - \frac{i_{\rm c}}{i_1 i_2} (i_1 + i_2 - i_{\rm c} + \Phi)} \right], \qquad (2.38)$$

достаточно точную даже для установок с малой разрешающей способностью. В литературе для рассматриваемого случая приводятся многочисленные приближенные формулы, которые можно применять лишь с учетом условий, положенных в основу их выводов.

Если скорости счета, определять при одинаковой продолжительности i, то при условии $i_1 \approx i_2 \approx i$ продолжительность измерений должна быть не менее

$$t = \frac{10^4}{(i\delta_{\tau}\tau)^2 i}.$$
 (2. 39)

Более рационально скорость счета от каждого источника измерять в течение одинакового времени t, а скорость счета от двух источников вместе в течение времени

$$t_{\rm c} = t \sqrt{2};$$
 (2.40)

в этом случае

$$t = \frac{10^{4} (1 + \sqrt{2})}{2 \sqrt{2} (i \delta_{\tau} \tau)^{2} i} = \frac{0.85 \cdot 10^{4}}{i (i \delta_{\tau} \tau)^{3}}.$$
 (2. 41)

Так, если $i_1 = i_2 = 10\ 000\ umn/mun$ и ожидаемое $\tau = 5 \times 10^{-6}$ мин, для определения т со средней ошибкой $\delta_{\tau} = 5\%$ отсчеты необходимо производить в течение времени

$$t = \frac{0.85 \cdot 10^{1}}{10^{1} (10^{1} \cdot 5 \cdot 5 \cdot 10^{-6})^{2}} = 14 \text{ MUH},$$
$$t_{c} = 14 \sqrt{2} = 20 \text{ MUH}.$$

45

Таким образом, для определения мертвого времени ¹ потребуется затратить $T = 2 \cdot 14 + 20 = 48$ мин.

VII. ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ

Под чувствительностью η измерительной установки подразумевается отношение приращения измеряемого эффекта, выраженного в фиксируемых индикатором установки единицах, к малым изменениям измеряемой величины, т. е.

$$\eta = \frac{dI}{dQ}.$$

Когда чувствительность установки постоянна для любых значений измеряемой величины, ее можно определять по уравнению

$$\eta = \frac{I}{Q} = \frac{i - \phi}{Q}. \tag{2.42}$$

Если же чувствительность зависит от измеряемой величины, параметром прибора может служить величина начальной чувствительности, т. е. чувствительности, определенной при начальных условиях ($i_0 = \Phi$ и $Q_0 = 0$).

Размерность чувствительности зависит от размерности числителя и знаменателя в формулах (2. 41) и (2. 42).

В зависимости от типа индикатора числитель может быть выражен в импульсах в минуту, делениях в минуту, делениях шкалы, а знаменатель в зависимости от условий измерений в единицах концентрации (%, *г/г*) или в весовых единицах (*г*, *мг* и т. д.). Иногда в качестве единицы веса удобно принимать 0,01 г (10 мг), что соответствует содержанию радиоактивного элемента в навеске 1 г при концентрации 1%.

В случае, если / выражается числом делений или числом делений в минуту, величина чувствительности будет зависеть от размера деления шкалы и от длины указателя и поэтому для разнотипных приборов окажется несопоставимой.

¹ Заметим, что в монографии В. И. Гольданского и др. (1959) для дисперсии D_{τ} . соответствующей рассмотренному случаю, приведена ошибочная формула, которая в принятых обозначениях имеет вид:

$$D_{\tau} - \frac{(3 + \frac{1}{2})}{2i_{c}^{3}T} = \frac{2.2}{i_{c}^{3}T}$$

вместо

$$D_{\tau} = \frac{4(4+3\sqrt{2})}{\sqrt{2}} \frac{1}{i_c^3 T} = \frac{23,3}{i_c^3 T}.$$

Таким образом, величина дисперсии при определении по этой формуле ванижается более чем на порядок.

Когда чувствительность установки практически не зависит от измеряемой величины (например, в электрометрах), для удобства последующих расчетов часто вычисляют величину

$$j = \frac{1}{\eta} , \qquad (2.43)$$

которая называется калибровкой или ценой деления (в делениях в минуту или в импульсах в минуту) и имеет размерность, обратную чувствительности.

Между фактической и начальной чувствительностью радиометра для случая мертвого времени типа т_э имеет место (Б. Я. Юфа, 1958) зависимость

$$\eta = \eta_0 (1 - i\tau_s) (1 - \Phi \tau_s), \qquad (2.44)$$

т. е. фактически измеренная чувствительность установки при любом уровне интенсивности излучения всегда меньше начальной чувствительности.

Даже при $i = \Phi$

$$\eta = \eta_0 (1 - \Phi \tau_s)^2, \qquad (2. 45)$$

η₀ больше η.

^{*} Начальная чувствительность может быть рассчитана по следующей формуле:

$$n_0 = \frac{i - \Phi}{Q(1 - i\tau_3)(1 - \Phi\tau_3)}$$
 (2.46)

- При максимальной скорости счета $i_{M} = \frac{1}{\tau_{9}}$, допускаемой измерительной установкой, чувствительность ее, как следует из уравнения (2. 44), становится равной нулю.

Если измерить скорости счета *i*₁ и *i*₂ от двух различных по интенсивности источников излучения, то

$$\tau = \frac{\eta_2 - \eta_1}{i_1 \eta_2 - i_2 \eta_1}$$
(2. 47)

Н

$$\eta_0 = \frac{\eta_1}{(1 - i_1 \tau) (1 - \Phi \tau)}$$
(2.48)

или

$$n_0 - \frac{n_2}{(1 - l_2 \tau)(1 - \phi \tau)}$$
 (2.49)

В выражениях (2. 47) и (2. 48) величины фактической чувствительности подсчитываются по формуле (2. 42). Применительно к радиометрической аппаратуре порогом чувствительности называют наименьшее значение измеряемой величины, при которой показания прибора явно отличаются от величины фона.

Знание порога чувствительности позволяет сделать следующие определения:

1) определить нижний предел результатов анализов; в сводках по результатам анализов все значения, меньшие порога чувствительности L, надо указывать знаком «<L», не допуская числа «нуль»;

2) установить для результатов анализов знак, до которых они округляются; его можно принять равным ¹/₂ порога чувствительности;

3) определить для проб с содержаниями, близкими к пороговым, соответствие принятой методики анализа требуемой точности.

Для радиометрической аппаратуры, исходя из указанного выше определения, порог чувствительности может быть найден по максимальной флюктуации фона ($\Delta \Phi_{\rm M}$), выраженной в единицах измеряемой величины, т. е. из уравнения

$$L = \frac{\Delta \Phi_{\rm M}}{\eta} \tag{2.50}$$

Необходимо подчеркнуть, что часто отождествляемые в литературе понятия «чувствительность» η и «порог чувствительности» L, как следует из выражения (2. 50), не только имеют различную размерность, но даже обратно пропорциональны. Величину $\Delta \Phi_{\rm M}$ можно определить экспериментально или аналитически. Если в данных условиях измерений определить фон *n* раз и по этим значениям найти как обо средное значение так и

Величину $\Delta \Phi_{\rm M}$ можно определить экспериментально или аналитически. Если в данных условиях измерений определить фон *n* раз и по этим значениям найти как его среднее значение, так и стандартное отклонение σ_{Φ} от среднего фона Φ , то, учитывая, что при пормальном распределении максимальное отклонение при вероятности не менее 0,997 равно $3\sigma_{\Phi}$, получим

$$L = \frac{3\sigma_{\Phi}}{\eta} = \frac{3}{\eta} \sqrt{\frac{\sum (\phi_i - \overline{\phi})^2}{n-1}}.$$
 (2.51)

Такой способ целесообразно использовать в случаях, когда аналитический расчет величины оф невозможен (например, при измерениях с понизационными камерами).

Для косвенных измерений в общем случае порог чувствительности может быть найден (Б. Я. Юфа, 1962) следующим образом. Пусть определяемая величина (например, активность или содержание некоторого элемента Q) является функцией скорости счета от пробы I_n , чувствительности η , фона Φ , времени измерений t, иавески P и других параметров:

$$Q = f(I_n, \eta, \Phi, t, P, ...).$$
 (2.52)

Величину стандартного отклонения функции можно рассчитать известными приемами (В. В. Налимов, 1960, и др.):

$$\sigma_Q = \varphi (I_{\pi}, \eta, \Phi, t, P, ...).$$
 (2.53)

Полагая в выражении (2. 53) величину $I_n = 0$, получим стандартное отклонение функции на уровне фона

$$\sigma_{\mathbf{n},\underline{o}} = \overline{\psi} (\overline{\eta}, \ \Phi, \ t, \ P, \ \ldots), \qquad (2.54)$$

откуда

$$L_Q = 3\sigma_{0, Q}.$$
 (2.55)

Вычисленный таким образом порог чувствительности характеризует в целом установку и метод измерений.

Для оценки метрологических свойств установки — добротности \mathcal{Q}_Q — целесообразно выбрать величину, которая, очевидно, должна быть обратно пропорциональна порогу чувствительности и включать лишь параметры, относящиеся к установке. Поэтому для расчета добротности в общем случае необходимо расчленить L_Q на отдельные сомножители — параметры, относящиеся к установке, $\sigma_{0,v}$ и к методу измерения $\sigma_{0,w}$:

$$\sigma_{0, Q} = \sigma_{0, y} \sigma_{0, M} = \phi_{y} (\eta, \tau, \Phi) \phi_{M} (t, P), \qquad (2.56)$$

откуда добротность

$$\mathcal{I}_Q = \frac{1}{\sigma_{0, v}} = \frac{1}{\varphi_y(\eta, \tau, \phi)}.$$
 (2. 57)

Если при данной методике одновременно определяется n элементов $\hat{Q}_1, \hat{Q}_2, \quad Q_n$, то для каждого из них пороги чувствительности L_1, L_2, \ldots, L_n и соответственно добротности $\mathcal{A}_{Q_i}, \mathcal{A}_{Q_2}, \ldots, \mathcal{A}_{Q_n}$ будут различными. Добротность установки в целом \mathcal{A}_{o6} следует рассчитывать по среднему геометрическому из частных значений \mathcal{A}_{Q_i} :

$$\mathcal{A}_{ob} = \sqrt[n]{\mathcal{A}_{Q_1} \mathcal{A}_{Q_2} \cdots \mathcal{A}_{Q_n}}.$$
 (2.58)

Когда одна из частных добротностей окажется равной нулю, общая добротность установки будет также равна нулю независимо от величины других ее частных добротностей.

Необходимо подчеркнуть, что добротность, определенная описанным способом, учитывает не отдельные параметры установки, а их общее влияние на результат анализа в соответствии с принятой методикой анализа.

В практической работе добротность может быть использована при выборе оптимальных режимов установки в случае применения данной методики анализа, при сопоставлении эксплуатационных качеств установок, а также эффективностей отдельных методик, т. е. для различных относительных заключений. Именно поэтому размерность добротности, которая в зависимости от размерности включенных в нее параметров и вида исходной функции может быть различной, не имеет принципиального значения. В частности, возможны случаи, когда, помимо величин η , τ и Φ , в добротность потребуется включить величину навески пробы или времени анализа. Например, при сравнении многоканальной установки с одноканальной необходимо включать в добротность время измерений, тогда как при сравнении однотипных установок этот параметр можно из величины добротности исключить, поскольку фактор времени у них будет общим.

Наконец, порог чувствительности можно найти (Б. Я. Юфа, 1960, 1962), если по результатам повторных анализов проб с различными Q установить зависимость средней случайной ошибки (см. часть 6) от измеряемой величины:

$$\sigma = \sigma_0 + f(Q). \tag{2.59}$$

Далее порог чувствительности определяют по формуле (2. 55). Заметим, что порогу чувствительности, рассчитанному по правилу «трех сигм» (3σ), соответствует относительная ошибка не менее $\frac{1}{3}$ (33%). Это обстоятельство может быть использовано для оценки порога чувствительности анализа по экспериментальным данным.

Рассмотрим примеры применения изложенной выше общей теории определения порогов чувствительности и добротности для отдельных методик радиометрического анализа.

§ 1. Определение порога чувствительности при измерениях с электрометрами

Вопрос об оценке флюктуации, а следовательно, порога чувствительности для измерений с помощью ионизационных камер в общем виде теоретически разрешен, но в связи со сложностью решения не доведен до практического применения.

Приближенно порог чувствительности при измерениях на электрометрах можно рассчитать по величиие «трехсигмового» отклонения натурального рассеяния камер относительно учитываемого при расчетах среднего значения [формула (2. 51)].

Так, если натуральное рассеяние 10 камер равно 0,8; 0,3; 0,6; 0,4; 0,7; 1,0; 0,3; 0,5; 0,8; 0,9 дел/мин, то среднее квадратическое отклонение σ_0 от среднего фона $\overline{\Phi} = 0,63$ дел/мин составляет 0,25 дел/мин, откуда

$$\Delta \Phi_{M} = 3\sigma_{0} = 3.0,25 = 0,75 \ \partial e_{M}/MuH.$$

Если электрометр имеет компенсатор натурального рассеяния, то порог чувствительности определяется максимальным отклонением естественного рассеяния камер от принятого уровня компенсации. Эта величина может быть определена, как и в предыдущем случае, экспериментально. Если цена 1 *дел/мин* установки равна *ј кюри*, то порог чувствительности определения радия в навеске *Р* грамм или в объеме пробы *V* литров согласно формуле (2. 51) равен

$$I_{\rm Ra} = j \frac{\Delta \Phi_{\rm M}}{(1 - e^{-\lambda t}) P} \frac{e \, \rm Ra}{e}$$
(2.60)

ИЛИ

$$L_{\rm Ra} = j \frac{\Delta \Phi_{\rm M}}{(1 - e^{-\lambda t}) U} \frac{z \, {\rm Ra}}{\lambda}, \qquad (2. 61)$$

где (1 — $e^{-\lambda t}$) — поправка на накопление радона за время t. Порог чувствительности радиохимического анализа на торий рассчитывают аналогично:

$$\dot{L}_{\rm Th} = j \frac{\Lambda \bar{\psi}_{\rm M}}{e^{-\Lambda t_{\rm p}} P}, \qquad (2.62)$$

где t_p — время распада ThX от момента его отделения до начала измерений.

Если, например, при измерениях концентраций радия на электрометре СГ-1М в камерах объемом 1 л установлено, что $j = 6,51 \times 10^{-12}$ кюри/дел/мин и $\Delta \Phi_{\rm M} = 0,5$ дел/мин, то порог чувствительности при определениях радия с накоплением радона за 4 суток ($e^{-\lambda t} = 0,51$) для растворов из порошковых проб в навеске P = 2 г составляет

$$L_{\text{Ra}} = 6,5 \cdot 10^{-12} \frac{0.5}{0,51 \cdot 2} = 3,2 \cdot 10^{-12} \frac{2 \text{ Ra}}{2}$$

и для пробы воды из объема V = 1 n

$$L_{\rm Ra} = 6,5 \cdot 10^{-12} \, \frac{0.5}{0.51 \cdot 1} = 6.5 \cdot 10^{-12} \, \kappa \log u / \Lambda.$$

§ 2. Определение порога чувствительности при измерениях с радиометрами

1. Измерение активности проб

Если пробы измеряют в насыщенных слоях при чувствительности η *имп/мин* на 1% элемента, содержащегося в эталоне, или в тонких слоях при чувствительности η_p *имп/мин* на 1%, то порог чувствительности измерений активности в насыщенном слое равен.

$$L_{A} = 3\sigma_{0, A} = \frac{3\sqrt{\phi}}{\eta} \sqrt{\frac{1}{t_{\pi}} + \frac{1}{t_{\Phi}}}, \qquad (2.63)$$

а в тонком слое

$$L_{A} = \frac{3\sqrt{\Phi}}{\eta_{P}P} \sqrt{\frac{1}{t_{\Pi}} + \frac{1}{t_{\Phi}}},$$
 (2. 64)

51

где $t_n + t_{\oplus}$ — продолжительность измерения скорости счета от пробы и фона; P — навеска пробы.

Если пробу и фон измеряют в течение одинакового времени, для измерений в насыщенном слое

$$L_A = \frac{3}{\eta} \sqrt{\frac{2\phi}{t}}$$
 (2. 65)

и в тонком слое

$$L_A = \frac{3}{\eta_P P} \sqrt[7]{\frac{2\Phi}{l}}.$$
 (2. 66)

Для оценки добротности выделим из L_A сомножители, зависящие от нараметров прибора: Φ и η . В этом случае

$$\mathcal{I}_A = \frac{\eta}{\sqrt{\phi}}.$$
(2. 67)

Величина \mathcal{A}_A находит практическое применение для выбора наиболее оптимального напряжения на ФЭУ радиометров со сцинтилляторами; оченидно, в качестве рабочего напряжения надо выбрать такое, при котором \mathcal{A}_A будет максимальным ¹.

Пользуясь приведенными выше формулами, нетрудно рассчитать пороги чувствительности измерений активности для отдельных установок.

Пример. Установлено, что в приборе РАЛ-1 при измерениях альфа-активности порошков чувствительность (в имп/мин на 1% урана в равновесии) для тарелочек днаметром 7 см $\eta = 3000$, а днаметром 16 см $\eta = 14000$.

Полаѓая фон равным З имп/мин и продолжительность измерений t = 10 мин, можно получить для малой тарелочки

$$L_1 = \frac{3}{3000} \frac{1}{10} = 8 \cdot 10^{-4}$$
% урана в равновесии

и для большой — аналогично 1,7·10-4% урана в равновесии.

Если требуется синзить порог чувствительности при невозможпости увеличения излучающей поверхности (например, из-за педостатка материала), время измерения соответственно увеличивается. Однако этот путь часто неэффективен. Так, для снижения порога чувствительности в 10 раз продолжительность измерений пеобходимо увеличить в 100 раз.

Более эффективно порог чувствительности можно снизить путем увеличения чувствительности. Если с увеличением чув-

¹ Обычно в литературе (С. М. Райский, 1956) рекомендуется подбирать раоочее напряжение по величине \mathcal{A}^3 , т. е. по отношению квадрата чувствительности (сигнала) к фону, не учитывая при этом, что \mathcal{A}^2 и \mathcal{A} изменяются не пропорционально. В подобных случаях, очевидно, необходимо пользоваться выражением (2. 67).

ствительности в *m* раз фон одновременно увеличивается в *l* раз, то общее снижение порога чувствительности будет отмечаться лишь при условии

$$\frac{m}{V\bar{l}} > 1. \tag{2.68}$$

В приложении 8 приведены величины порогов чувствительности, рассчитанные по формулам данного параграфа. При расчете продолжительность измерений принята равной 10 мин.

§ 3. Анализ содержания радиоактивных элементов

Пороги чувствительности результатов анализа проб на содержание радиоактивных элементов зависят от порогов чувствительности измерений активности и от вида функции, по которой содержания этих элементов рассчитываются.

В случае анализов однокомпонентных проб для определения порогов чувствительности можно использовать формулы, выведенные для измерений активности, но с учетом специфики данного анализа.

Например, при определениях радия в растворах с помощью радиометра РАЛ-1 необходимо учесть поправку на накопление эманации за время $t_{\rm H}$, равную (1 — $e^{\Lambda_{\rm Rn} t_{\rm H}}$), при определении тория — на распад тория X в течение времени $t_{\rm P}$ — $e^{-\Lambda_{\rm ThX} P}$. Таким образом, пороги чувствительности анализа для радия и тория в навеске P при продолжительности счета $t_{\rm c}$ можно найти из уравнений

$$L_{\rm Ra} = \frac{3 \sqrt{2\phi}}{\sqrt{t_{\rm c}} \eta_{\rm Ra} (1 - e^{-\lambda_{\rm Rn} t_{\rm H}}) P}, \qquad (2.69)$$

$$L_{\rm Th} = \frac{3\sqrt{2\Phi}}{\sqrt{t_{\rm c}}\eta_{\rm Th}e^{-\lambda_{\rm Th}\chi^t P P}}.$$
 (2.70)

Пример. Рассчитаем пороги чувствительности определения с помощью прибора РАЛ-1 радия и тория в растворах при фоне $\Phi = 2 \ umn/muh$ и чувствительности к радию $\eta_{Ra} = 3.6 \times 10^{12} \ umn/muh$ на 1 г радия и к торию $\eta_{Th} = 4 \cdot 10^4 \ umn/muh$ на 1 г тория для навесок $P = 2.0 \ r$, если время накопления радона составляет $t_{\mu} = 4 \ суткам$, $(1 - e^{-\lambda_{Rn}t_{\mu}}) = 0.5$, время распада ThX 2 ч. $(e^{-\lambda_{Th} \chi t_{P}}) \approx 1$, а время измерения скорости счета равно $t_{c} = 10 \ muh$.

По формулам (2. 69) и (2. 70) находим

$$L_{\rm Ra} = \frac{3\sqrt{2\cdot2}}{\sqrt{10\cdot3,6\cdot10^{12}\cdot2,0\cdot0,5}} = 5,3\cdot10^{-13} \frac{e\,{\rm Ra}}{e},$$
$$L_{\rm Th} = \frac{3\sqrt{2\cdot2}}{\sqrt{10\cdot4\cdot10^{4}\cdot2,0}} = 2,4\cdot10^{-8} \frac{a\,{\rm Th}}{e}.$$

53

25) h ane e) KHIME 1 При пороги чувствительность измерены независию руг от друга, Если активности А₁ и А₂ измерены независию руг от друга, то пороги чувствительности анализа для элементов Q₁ и Q₂ равны (22. 76) COOTBETCTBEHIN

В многоканальных установках скорость счета обычно измеряется в разных режимах одновременно. В этом случае

$$t_{1} = t_{2} = t,$$

$$L_{Q_{1}} = \frac{3\sqrt{2}}{u\sqrt{t}} \sqrt{\eta_{2,2}^{2} \Phi_{1} + \eta_{1,2}^{2} \Phi_{2}},$$
(2.80)

$$L_{Q_2} = \frac{3\sqrt{2}}{u\sqrt{i}} \sqrt{\eta_{2,1}^2 \Phi_1 + \eta_{1,1}^2 \Phi_2}.$$
 (2.81)

Полученные уравнения позволяют рассчитывать пороги чувствительности при применении любых методик анализа двухкомпонентных проб и определять добротность измерительных установок.

Для определения добротности исключим из полученных выражений постоянные величины $(3\sqrt{2})$ и полное время анализа *T*, поскольку оно зависит от заданной точности анализа и поэтому не характеризует установку. Общая добротность в этом случае будет равна

$$\mathcal{I}_{o6} = \frac{u}{\sqrt[4]{\left(1+\tau_0\right)^2 \left(\eta_{2,2}^2 \Phi_1 + \eta_{1,2}^2 \frac{\Phi_2}{\tau_0}\right) \left(\eta_{2,1}^2 \Phi_1 + \eta_{1,1}^2 \frac{\Phi_2}{\tau_1}\right)}}, \quad (2.82)$$

где т_о зависит от параметров установок [см. формулы (6. 167) и (6. 168)].

При одновременных измерениях в двух каналах ($i_1 = t_2$)

$$\mathcal{I}_{o6} = \frac{u}{\sqrt[4]{(\eta_{2,2}^2 \Phi_1 + \eta_{1,2}^2 \Phi_2)(\eta_{2,1}^2 \Phi_1 + \eta_{1,1}^2 \Phi_2)}}.$$
 (2.83)

Пример. Оценим пороги чувствительности и добротности при анализах радия и тория с применением установки ЛАС:

А) по методике измерения в двух интегральных режимах с выделением гамма-излучения RaC (1761 кэв) и ThC" (2620 кэв);

Б) по методике измерений в двух дифференциальных режимах с выделением гамма-излучения ThB (240 кэв) и RaC (360 кэв). Величина τ₀ выбрана по формулам (6. 167) и (6. 168) с учетом

Величина τ_0 выбрана по формулам (6. 167) и (6. 168) с учетом того, что при изменении отношения $\frac{Q_{\text{Th}}}{Q_{\text{Ra}}}$ от 0 до ∞Z_1 для коэффициентов разделения ω от 1 до 4 изменяется в пределах 1—2 (в среднем 1,5).

Полагая, что

$$\tau_0 = \sqrt{\tau_{0,1} \tau_{0,2}}, \qquad (2.84)$$

получим 1

$$\tau_{0} = \sqrt{\frac{1,5}{\omega\sqrt{\varkappa_{1}}} \frac{1,5}{\sqrt{\varkappa_{1}}}} = \frac{1,5}{\sqrt{\varkappa_{2}}} = \frac{1,5}{\sqrt{\eta_{2,2}}} \sqrt{\eta_{1,2}}.$$
 (2.85)

¹ Величины κ₂ и κ₁ определяются по формулам (6. 131) и (6. 132), ω — по формуле (6. 133).

Это значение то считается в примере одинаковым для всех сравниваемых методик.

Принятые ранее общие обозначения применительно к методике анализа радия и тория имеют вид:

$$\eta_{1,1} = \eta_{Ra_1}, \ \eta_{2,1} = \eta_{Ra_2}, \eta_{1,2} = \eta_{Th_1}, \ \eta_{2,2} = \eta_{Th_2}$$
(2.86)

И

$$\tau_0 = 1.5 \sqrt{\frac{\eta_{\mathrm{Th}_1}}{\eta_{\mathrm{Th}_2}}}.$$

Исходные данные и результаты расчета приведены в табл. 2. 3. Расчет выполнен для проб навеской 300 г при полном времени анализа T = 60 мин.

Приведем пример расчета для методики типа А (вариант 1). По формуле (2. 86)

$$\tau_0 = 1.5 \sqrt{\frac{290}{9.0}} = 8.6.$$

Пороги чувствительности анализов на радий и торий согласно формулам (2.79) и (2.80)

$$L_{\rm Ra} = \frac{3\sqrt{2}}{5,74 \cdot 10^3} \sqrt{\frac{1+8,6}{60}} \sqrt{9,0^2 \cdot 330 + 290^2 \frac{6}{8,6}} =$$

= 87.10⁻³% экв. урана в равновесии на 1 г навески или при навеске 300 г

$$L_{Ra} = \frac{87 \cdot 10^{-3}}{300} = 2,9 \cdot 10^{-40} /_0$$
 урана в равновесии,

$$L_{\rm Th} = \frac{3\sqrt{2}}{5.74 \cdot 10^3} \sqrt{\frac{1+8.6}{60}} \sqrt{6.9^2 \cdot 330 + 860^2 \frac{6}{8.6}} =$$

 $= 216 \cdot 10^{-30}/_{0}$ тория на 1 г навески,

или при навеске 300 г 7,2·10-4% тория.

Добротность установки по формуле (2. 83)

$$\mathcal{A}_{0.6} = \frac{5,74 \cdot 10^3}{1/9,6^2 (2,67 \cdot 10^1 + 5,9 \cdot 10^4) (1,57 \cdot 10^4 + 5,15 \cdot 10^4)} = 3,9.$$

Аналогично рассчитаны пороги чувствительности и добротности для других вариантов, приведенных в табл. 2. 3.

Из табл. 2. 3 видно, что добротность изменяется непропорционально изменению коэффициента разделения. Так, уменьшение коэффициента разделения в методике анализа типа А в 2 раза ухудшило добротность только на 23%; даже для одной и той же

	ициент Тения	Чувст на .	вительн г-% экві ура	ость, цл нвалент ана	н <i>п[мин</i> Ного	Ф.	он, /жин	Порог вителя %.	чувст- ности, 10 ⁻⁴	Доб- рот- ность
анализа	Колфф раздел	η _{Raı}	n _{Ra} ,	η _{Th}	ηTh _z	Φ,	Φ,	L _{Ra}	L _{Th}	Д _{об}
А-1 А-2 Б	3,9 1,95 3,9	860 860 212	6,9 30,0 145	290 290 57	9,0 19,7 151	330 330 26	6 20 26	2,9 3,7 0,9	7,2 9,7 1,4	3,9 3,0 16,2

Пороги чувствительности и добротности для разных методов анализа

методики анализа увеличение чувствительности установки еще не является показателем улучшения ее метрологических свойств. При снижении уровня дискриминации ($\omega = 1,95$) чувствительность по каналу жесткого гамма-излучения ($\eta_{Ra_1} u \eta_{Th_2}$) увеличилась, а чувствительность общего счета ($\eta_{Ra_1} u \eta_{Th_2}$) осталась на прежнем уровне; вместе с тем добротность установки снизилась. В методике анализа типа Б, наоборот, чувствительность η_{Ra_2} и η_{Th_1} снизилась, а чувствительность η_{Ra_2} н η_{Th_2} увеличилась, при этом добротность увеличилась в 4 раза.

Отсюда следует, что добротность можно использовать не только для сравнительной оценки разных методик, но и для выбора наиболее оптимальных условии измерений в одном и том же методе.

При анализах 4-компонентных проб по формулам типа (3. 66)— (3. 69) пороги чувствительности анализа на уран (L_U) , радон (L_{Rn}) , торий (L_{Th}) . калий (L_K) рассчитываются по следующим формулам:

$$L_{\rm U} = V (a_{1,\rm U}L_{A_{\rm s}})^2 + (a_{2,\rm U}L_{A_{\rm s}})^2 + (a_{3,\rm U}L_{A_{\rm s}})^2 + (a_{4,\rm U}L_{A_{\rm s}})^2, \quad (2.87)$$

$$L_{\rm Rn} = \sqrt{(a_{1,\rm Rn}L_{A_1})^2 + (a_{2,\rm Rn}L_{A_2})^2 + (a_{3,\rm Rn}L_{A_3})^2 + (a_{4,\rm Rn}L_{A_4})^2}, \quad (2.88)$$

$$L_{\rm Th} = \sqrt{(a_{1, \rm Th}L_{A_1})^2 + (a_{2, \rm Th}L_{A_2})^2 + (a_{3, \rm Th}L_{A_3})^2 + (a_{4, \rm Th}L_{A_4})^2}, \quad (2.89)$$

$$L_{\rm K} = \sqrt{(a_{1,\rm K}L_{A_{\star}})^2 + (a_{2,\rm K}L_{A_{\star}})^2 + (a_{3,\rm K}L_{A_{\star}})^2 + (a_{4,\rm K}L_{A_{\star}})^2}, \quad (2.90)$$

где L_{A_i} — порог чувствительности измерения активности A_i в измерительном канале *i*; $a_{i, j}$ — коэффициенты при величинах активности A по *i*-му каналу для элемента *j*.

Если эманирование для радона определяется по изменению активности A_i , измеренной в интегральном режиме при пороге чувствительности L_{A_i} , то порог чувствительности анализа радия составит

$$L_{\rm Ra} = L_{\rm Rn} + \sqrt{2} \frac{L_{A_l}}{1 - e^{-\lambda_{\rm Rn} l}}, \qquad (2.91)$$

где t — время накопления радона в измерительной емкости.

				llurepuan s	лергии, к л е				Hoper 4yr	• • • • • • • • • • • • • • • • • • •
Параметр	95	-110	220	0[6-	N.U.	-380	1-10	()(F) - (N	nurun Ann	antsu, 🚰
					dra	Hanrid				
	I	11	-	11		11		=	-	=
I. Чувствительность, имп/мин на 0,01 г:										
к урану в рав- новесни	92,0	118,1	79,0	111,7	80,3	106,0	7,1	2'3	1	I
к урану	21,3	27,8	1,8	2,5	0,67	0,88	0,022	0,025	6,1.10-1	5,5.10-4
к радию	70,7	90,3	77,2	109,2	8,26	105,1	7,08	7,3	1,5.10-1	1,5.10-4
к торию	43,8	55,2	62,3	84,2	17,1	21,8	1,33	1,28	50.10-4	5'8.10-1
К Калию	0;0054	0,0079	0,0069	0,0093	0,0036	0,0011	0,0076	0,0072	0,0	0'1
Фоп, имп/мин .	30	41	40	55	28	30	9	~	1	l
Порок чувствитель- иости измерений активности A_i , 10 ⁻⁴ % урана для $P = 300 c$ и $t = 1 q$	1,05	0,94	1,39	1,14	1,01	1,02	0'9	2.9	1	I

Параметры установки ЛСУ-5К и појмии чувствительности

Padanqu 2. 4

В табл. 2. 4 приведены параметры установки ЛСУ-5К в двух вариантах (I и II) и вычисленные по ним пороги чувствительности активности и радиометрического анализа.

Из табл. 2. 4 видно, что увеличение чувствительности и фона в варианте II практически не улучшило порогов чувствительности анализов определяемых элементов по сравнению с вариантом I. Поэтому оптимальные условия анализов могут быть выбраны только после расчета порогов чувствительности анализов, а не порогов чувствительности активности.

ІХ. ПРЕДЕЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ

Под пределами (нижним и верхним) измерений установки подразумеваются значения измеряемой величины, ограничивающие область, внутри которой относительная погрешность показаний прибора не превосходит величин, регламентированных нормами (δ_{μ}).

Очевидно, что для оценки пределов измерений необходимо знать зависимость ошибок измерений от определяемой величины типа (2.59).

При измерениях с использованием радиометров абсолютная ошибка σ с увеличением Q возрастает; относительная ошибка δ вначале уменьшается от ∞ (при Q = 0) до некоторого минимального значения, а затем вновь возрастает (рис. 7).

Возрастание относительной ошибки с увеличением Q объясияется, как указывалось выше, уменьшением чувствительности установки в связи с ее ограниченной разрешающей способностью. Это обусловливает ограниченность верхнего предела измерений, а величина оо определяет существование порога чувствительности и, следовательно, нижнего предела измерений.

При радиометрическом анализе функцию (2. 60) часто можно привести к уравнению параболы второй степени:

$$\sigma = \sigma_0 + \delta_0 Q + q Q^2. \qquad (2.92)$$

Относительная ошибка в этом случае соответствует уравнению гиперболы:

$$\delta = \delta_0 + \frac{\sigma_0}{Q} + qQ. \qquad (2.93)$$

Заменив в формуле (2.93) δ на $\delta_{\rm H}$ и разрешив полученное квадратное уравнение относительно Q, получим формулы для определения нижнего $Q_{\rm H}$ и верхнего $Q_{\rm B}$ пределов измерений:

$$Q_{\rm H} = \frac{(\delta_{\rm H} - \delta_0) - \sqrt{(\delta_{\rm H} - \delta_0)^2 - 4q\sigma_0}}{2q}, \qquad (2.94)$$

$$Q_{\mathbf{B}} = \frac{(\delta_{\mathbf{H}} - \delta_{\mathbf{0}}) + \sqrt{(\delta_{\mathbf{H}} - \delta_{\mathbf{0}})^2 - 4q\sigma_{\mathbf{0}}}}{2q}.$$
 (2.95)

Минимум функции (2. 93) имеет место при

$$\delta_{\min} = 2\sqrt{q\sigma_0} + \delta_0, \qquad (2.96)$$

соответствующей содержанию

$$Q_0 = \sqrt[]{\frac{\sigma_0}{q}}.$$
 (2.97)

Полагая $\delta_{\rm H} = 0,1$ (10%), найдем область значений Q, в пределах которых анализы можно считать количественными (В. В. На-



Рис. 7. Зависимость ошибки определения радия от измеряемой величины.

лимов, 1960); за этими пределами результаты анализов следует считать полуколичественными и качественными. Условно ограничим верхний предел полуколичественных анализов величиной относительной ошибки 33%; этой же величине относительной ошибки соответствует, как показано выше, порог чувствительности измерения.

В качестве примера на рис. 7 схематически показаны перечисленные области в случае радиохимического анализа на радий при измерениях эманации электрометром СГ-1М.

¹⁻порог чувствительности измерений; 2-верхний предел измерений; интервалы содержаний при измерениях: 3-количественный, 4-полуколичественный; средние ошибки: 5-абсолютные, 5-относительные.

Воспроизводимость параметров установки характеризует их стабильность во времени при нормальных условиях эксплуатации. Эта величина имеет существенное для практики значение. В частности, воспроизводимость определяет частоту градуировки измерительной установки и дрейф ее рабочих коэффициентов.

В зависимости от контролируемого интервала времени различают однодневную и *m*-дневную воспроизводимость.

За количественный показатель воспроизводимости примем величину

$$W_{\rm n} = (1 - V_{\rm g}) \, 100,$$
 (2. 98)

где V_д — коэффициент вариации параметра за определенное время (дрейф).

Воспроизводимостью чувствительности характеризуется только стабильность чувствительности измерительной установки, чтозависит от коэффициента вариации (дрейфа) чувствительности $V_{\rm g}$. Если воспроизводимость определять с одним и тем же источником излучения постоянной интенсивности и при одинаковых геометрических условиях, то вычисленный общий коэффициент вариации $V_{\rm of}$ включает не только величину $V_{\rm n}$, но и ошибку $V_{\rm c}$ в связи со статистическими флюктуациями счета по зависимости

$$V_{\rm o6} = \sqrt{V_{\rm g}^2 + V_{\rm c}^2}.$$
 (2.99)

Величина V_с зависит от условий измерений (т. е. от продолжительности последних и от измеряемой скорости счета) и поэтому не характеризует измерительной установки.

Из уравнения (2. 99) можно вычислить

$$V_{\rm g} = \sqrt{V_{\rm o6}^2 - V_{\rm c}^2}.$$
 (2.100)

Для определения воспроизводимости контролируемый параметр X измеряют в течение m дней при n_i определениях в течение одного рабочего дня.

Для каждого і-го дня необходимо рассчитать среднее значение

$$\overline{X}_{i} = \frac{\sum_{j=1}^{n_{i}} X_{j}}{\frac{1}{n_{i}}}$$
(2. 101)

и стандартное отклонение от среднего

$$S_{i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n_{l}} (X_{j} - \overline{X}_{j})^{2}}{\frac{j=1}{n_{l} - 1}}}.$$
 (2.102)

Таким образом, будет получено m средних \overline{X}_i и S_i .

61

Если в течение *m* дней величины $\overline{X_i}$ и S_i изменялись случайно, то все данные за эти дии можно объединить и вычислить по значениям $\overline{X_i}$ и S_i общий коэффициент вариации. Если же в какой-либо день величина $\overline{X_i}$ или S_i изменилась по сравнению с предыдущими днями не случайно, воспроизводимость необходимо определять раздельно по дням.

До начала такой проверки необходимо установить степень соответствия друг другу значений X_{ii} за каждый день. Это можно выполнить по *r*-критерию¹ (В. В. Налимов, 1960)

$$r_{l} = \frac{|X_{ij} - \overline{X}_{i}|}{S_{0,i}} = \frac{|\Delta X_{ij}|}{S_{0,i}}, \qquad (2.103)$$

где ΔX_{ij} — абсолютная величина отклонения некоторого значения X_{ij} от среднего \overline{X}_i ;

$$S_{0, l} = S_l \sqrt{\frac{n-1}{n}}$$
. (2.104)

Если вычисленное r_i окажется меньше r табличного (см. приложение 3) для $f = n_i - 2$ степеней свободы при уровне значимости q = 5%, можно считать, что все значения X_i за *i*-й день отличаются друг от друга случайно. В противном случае делается пывод, что чувствительность существенно изменяется даже в течение одного дия; если это изменение выходит за допустимые пределы, принимают меры к стабилизации чувствительности или осуществляют контроль за чувствительностью несколько раз в день.

В случае, когда все r_i будут меньше r табличного, необходимо установить, в какой мере различаются их средние величины ото дия ко дию, начиная с первых двух дней. С этой целью вначале по F-критерию определяют существенность различия дисперсий D_1 и D_2 , принимая при этом за D_1 наибольшую дисперсию (S_1^2 или S_2^2). Если $D_1 = S_1^2$ и $D_2 = S_2^2$, то

$$F = \frac{D_1}{D_2} = \frac{S_1^2}{S_2^2}.$$
 (2.105)

Когда F, определенное по формуле (2. 105), меньше F табличного (см. приложение 5) для $f_1 = n_1 - 1$ и $f_2 = n_2 - 1$ при q = 5%, различие дисперсий случайно. В противном случае (т. е. если $F_{\text{табл}} > F$) даже при равенстве $\overline{X}_1 = \overline{X}_2$ воспроизводимость существенно изменяется ото дня ко дню.

¹ Для упрощения расчетов соответствие значений X_{ij} в течение одного дня друг другу можно оценить по максимальному или минимальному отклонению X_{ij} от среднего; в этом случае *r* необходимо оценивать по критерию $r_{\rm M}$ (см. приложение 3).

Если признано, что дисперсии за -1-й и 2-й дни различаются случайно, вычисляется средневзвешенное стандартное отклонение

$$S_{(1+2)} = \sqrt{\frac{(n_1-1)S_1^2 + (n_2-1)S_2^2}{n_1+n_2-2}}, \qquad (2.\ 106)$$

которое необходимо для оценки существенности расхождения средних за первые два дня по критерию Стьюдента (В. В. Налимов, 1960):

$$t = \frac{|\overline{X}_1 - \overline{X}_2|}{S_{(1+2)}} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}.$$
 (2.107)

Заключение о существенности расхождения средних может быть сделано в случае, если вычисленное значение t будет больше t табличного (см. приложение 3) для q = 5%, f = n - 2; иначе в течение первых двух дней имело место равенство средних и дисперсий, а следовательно, и воспроизводимости.

Общую среднюю в таком случае вычисляют по формуле

$$\overline{X}_{(1+2)} = \frac{n_1 \overline{X}_1 + n_2 \overline{X}_2}{n_1 + n_2}, \qquad (2.108)$$

а коэффициент вариации

$$V_{(1+2)} = \frac{S_{(1+2)}}{\bar{X}_{(1+2)}}.$$
 (2.109)

Далее аналогично исследуют существенность расхождения среднего за третий день \overline{X}_3 и стандартного отклонения S_3 от соответствующих параметров за первые два дня $\overline{X}_{(1+2)}$ и $S_{(1+2)}$ и т. д. до тех пор, пока не будет найдено максимальное число дней (Z), для которых величины $V_{(1+2+\dots+Z)}$, найденные по $\overline{X}_{(1+2+\dots+Z)}$ и $S_{(1+2+\dots+Z)}$ и исправленные на статистические ощибки счета по формуле (2. 100), не превосходят заданного уровня.

Найденное число Z, если оно установлено по достаточно большому числу дней, может быть принято за интервал времени между контрольными измерениями исследуемого параметра.

Рассмотрим пример. Чувствительность установки для измерений бета-активности при фоне 60 *имп/мин* определялась в течение четырех дней 3—4 раза ежедневно с эталоном, содержащим 0,1 % урана в равновесии; продолжительность каждого измерения 10 *мин*.

Для упрощения расчетов в табл. 2. 5 приведены чувствительности, выраженные в единицах d:

$$\dot{u} = \frac{\eta - 9100}{10}.$$
 (2.110)

Величина S₄ вычислена по формуле

$$S_d = \sqrt{\frac{\sum (\Delta d)^2}{n-1}},$$
 (2.111)

величина *г* — по формуле

$$r = \frac{\dot{a_0}}{S_0},$$
 (2.112)

где d_0 — нанбольшее (максимальное или минимальное) отклонение d_i от среднего \overline{d} ;

$$S_0 = S_d \left[\frac{n-1}{n} \right].$$
 (2.113)

Для перехода к натуральным единицам, как следует из выражений (2.110) и (2.111), используют уравнения

$$\eta = 9100 + 10d,$$
 (2.114)

$$S = 10S_d$$
 (2. 115)

(см. табл. 2. 5).

Из приложения 3 находим, что для n = 3 (f = 1) $r_{ra6n} = 1,41$, а для n = 4 (f = 2) $r_{ra6n} = 1,65$.

Поскольку все фактические значения *r* оказались меньше табличных, можно сделать заключение, что в течение дня чувствительность не изменялась.

Затем исследуем, как изменялась чувствительность ото дня ко дню, начиная с первых двух дней.

Чтобы оценить, насколько существенно различаются средние за 1-й и 2-й дни, определим по *F*-критерию существенность различия дисперсий *D* за это время. По табл. 2. 5 находим $D_1 = (25,7)^2 = 660,5$ и $D_2 = (21,2)^2 = 449,4$; отсюда

$$F_1 = \frac{\epsilon_{60,5}}{449,4} = 1,47.$$

По таблице F-распределения (см. приложение 6) для q = 5%при $f_1 = n_1 - 1 = 2$ и $f_2 = n_2 - 1 = 3$ находим, что $F_{\text{табл}} = 9,6$. Таким образом, стандартные отклонения за 1-й и 2-й дни различаются только случайно, в связи с чем можно вычислить средневзвешенное стандартное отклонение за оба дня

$$S_{(1+2)} = \sqrt{\frac{(3-1)25,7^2 + (4-1)21,2^2}{3+4-2}} = 23,2 = 232 \text{ umn/muh}$$

и критерий

$$t = \frac{(6,3-4,2)}{23,2} \sqrt[7]{\frac{3\cdot 4}{3+4}} = 0,12.$$

Поскольку для f = 3 + 4 - 2 = 5 $t_{ra5n} = 2,57$ (см. приложение 3), можно считать, что средние значения чувствительности за первые два дня не различаются. Это дает основание рассчитать средневзвешенную чувствительность за оба дня

$$d_{(1+2)} = \frac{3.6.3 + 4.4.42}{3+4} = 5.1$$

Таблица 2.5

Изменение чувствительности установки во времени

						Дни						
:		1-Ř			2-Å			3-Å			4-ð	
Ne определения	q	Þ	=(p∇)	g	ρđ	₹(<i>b</i> ¢)	q	р ç	z (<i>p</i> ∇)	ø	Þ¢	(كم) ²
_	28	21,7	4709	24	19,8	392,0	+5	18,5	342,2	-4	12	144
2	-22	-28,3	800,9	21	16,8	282,2	-22		72,3	—16	0	0
ŝ	+13	6,7	45,2	-12		262,4		-0.5	0,2	28	12	144
4	l	[1	16	-20,2	408,0	23	9,5	60 ,3	I	ł	!
												_
Сумма	19	0,1	1317	17	0,2	1345	54	0	505,0	48	0	288
Среднее	6,3	1	l	સ્	1	J	-13,5	ł	1	16	1	1
S _d	İ		25,7	1	l	21,2	I	1	13,0		1	12,0
$\mathcal{S}_0 = S_d \sqrt{\frac{n-1}{n}}$	l		21,0		i	18,4	1		113	1	1	9,8
$\mathbf{r} = \frac{d_0}{S_0}$	1	I	1,35	1	i	1,10		J	1,64		1	1,22

или в натуральных единицах

 $\eta_{(1+2)} = 9100 + 10.5, 1 = 9151 \, umn/muh,$

откуда коэффициент вариации за первые два дня равен

$$V_{(1+2)} = \frac{232}{9151} = 0,024 = 2,4^{\circ}/_{\circ}.$$

Оценим существенность различия среднего за 3-й день сравнительно со средним за первые два дня. Предварительно сравним дисперсии:

$$D_{(1+2)} = (23,2)^2 = 538,2,$$

 $D_3 = (13,0)^2 = 169,0.$

По критерию

$$F = \frac{538,2}{169,0} = 3,2,$$

который много меньше табличного ($F_{табл} = 8,9$ для $f_1 = 7 - 1 = 6$; $f_2 = 4 - 1 = 3$), находим, что дисперсии D_3 и $D_{(1+2)}$ различаются случайно. Это дает право вычислить стандартное отклонение за три дня

$$S_{d_{(1+2+3)}} = \sqrt{\frac{(7-1)(23,2)^2 + (4-1)(13,0)^2}{7+4-2}} = 20,4$$

и рассчитать критерий t:

$$i = \frac{5.1 - (-13.5)}{20.4} \sqrt[7]{\frac{7.4}{7+4}} = 1,45.$$

Поскольку $t_{\text{табл}} = 2,26$ (f = 7 + 4 - 2 = 9), то, казалось бы, можно сделать заключение, что среднее за 3-й день случайно отличается от среднего за первые два дня. Однако нетрудно заметить, что чувствительность снизилась не только в 3-й день, но и в 4-й. Поэтому имеет смысл сопоставить общие средние и стандартиые отклонения от средних за 1-й и 2-й дни с этими же параметрами за 3-й и 4-й дни, предварительно убедившись, что средние и дисперсии за последние два дня различаются случайно. Подтверждением последнего является величина

$$F = \frac{(13,0)^2}{(12,0)^2} = 1,18,$$

которая оказалась много меньше табличной ($F_{\text{табл}} = 19,2$) для $f_1 = 4 - 1 = 3$ и $f_2 = 3 - 1 = 2$.

Случайность различия дисперсий за 3-й и 4-й дни позволяет рассчитать общее стандартное отклонение

$$S_{d_{(3+4)}} = \sqrt{\frac{(4-1)(13,0)^2 + (3-1)(12,0)^2}{4+3-2}} = 12,6 \text{ umn/mun}$$

и критерий

$$t = \frac{13,5 - (-16,0)}{12,6} \sqrt{\frac{3 \cdot 4}{3 + 4}} = -0,26,$$

доказывающий случайность различия средних за 3-й и 4-й дни $(t_{\rm ra6, r} = 2, 57)$.

Общее среднее за 3-й и 4-й дни равно

$$u_{(3+4)} = \frac{4(-13,5) + 3(-16,0)}{4+3} = -14,\hat{0}$$

или в натуральных единицах

 $\eta_{(3+4)} = 9100 + 10 (-14,6) = 8954 \text{ umn/muh.}$

Ранее доказано, что $D_{(1+2)}$ случайно отличается от D_3 , а так как D_3 также случайно отличается от D_4 , можно вычислить общее среднее стандартное отклонение за 4 дня

$$S_{d_{(1+2+3+4)}} = \sqrt[7]{\frac{(7-1)(23,2)^2 + (7-1)(12,6)^2}{7+7-2}} = 18,0$$

или в натуральных единицах

$$S_{(3+4)} = 10.18,6 = 186 \text{ umn/muh}.$$

Сопоставим теперь среднее d за первые 2 дня, равное 5,1 (n = 7) при $S_{d_{(1+2)}} = 23,2$, со средним за последние 2 дня, равным 14,6 (n = 7) при $S_{d_{(3+4)}} = 12,6$:

$$t = \frac{5,1-(-14,6)}{18,6} \sqrt{\frac{7\cdot7}{7+7}} = 3,7.$$

По данным приложения 2 для f = 14 - 2 = 12 $t_{ra6n} = 2,18$. Таким образом, после проверки установлено, что чувствительность прибора снизилась не случайно, т. е. существенно. По данным только 3-го дня, как показано выше, такое утверждение еще нельзя было считать доказанным.

Случайность различия средних и дисперсий за последние два дня позволяет рассчитать общий для этих дней коэффициент вариации:

$$V_{(3+4)} = \frac{126}{8954} = 0,014 = 1,4^{0}/_{0}.$$

Установлено, что коэффициент вариации за первые два дня составляет 2,4 и за остальные два дня 1,4%.

Учитывая, что средняя чувствительность равна

$$\eta = \frac{8954 + 9151}{2} = 9052$$
 имп/мин на 1% урана,

находим среднюю скорость счета от эталона:

 $i_{2} = 9052 \cdot 0, 1 + 60 = 965 \, umn/muh,$

которая измерялась с абсолютной средней ошибкой [см. фор. мулу (6. 27)]

$$\sigma_I = \sqrt{\frac{365}{10} + \frac{60}{10}} = 10,1 \ umn/muh$$

или с относительной ошибкой

$$V_{\rm c} = \frac{10,1}{9052} = 0,011 = 1,1^{\circ}/_{0}.$$

Таким образом, за первые два дня относительный дрейф установки равен

$$V_{\bar{A}(1+2)} = \sqrt{(2,4)^2 - (1,1)^2} = 2,13\%,$$

а за последние два дня

$$V_{A_{(3+4)}} = \sqrt{(1,4)^2 - (1,1)^2} \approx 0.9\%.$$

Воспроизводимость соответственно равна

$$W_{\pi_{(1+2)}} = 100 - 2,13 = 97,9\%,$$

 $W_{\pi_{(3+4)}} = 100 - 0,9 = 99,1\%.$

Если считать допустимой воспроизводимость 97%, то можно заключить, что в течение всех четырех дней контроля она находилась в порме и составляла

$$W_{\pi_{(1+2+3+4)}} = \frac{97,9+99,1}{2} = 98,5^{0/2}$$

Вместе с тем наличие указания на систематическое, хотя и незначительное, снижение чувствительности день ото дня требует продолжения ежедневного контроля или выяснения причин потери стабильности чувствительности. В частности, систематическое снижение чувствительности может быть связано с окончанием срока службы счетчиков.

ЧАСТЬ З

РАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ГОРНЫХ ПОРОД И РУД

ГЛАВА 5

ИЗМЕРЕНИЯ ОБЩЕЙ РАДИОАКТИВНОСТИ ПРОВ

Измерения общей радиоактивности служат для определения суммарного эффекта излучения от содержащихся в пробах радиоактивных элементов. Величина общей радиоактивности, оцениваемой по альфа-, бета-, гамма- и суммарному бета-гамма-излучениям, зависит от содержания радиоактивных элементов, их соотношения, вида измеряемого излучения и условий измерений. По общей радиоактивности предварительно оценивают ураноносность пород и выделяют аномальные пробы для дальнейшего, более детального изучения.

Если соотношение между радиоактивными элементами в пробе известно, то по ее общей радиоактивности можно рассчитать содержание в ней каждого элемента. Однако большей частью эти соотношения неизвестны и для количественного определения содержания радиоактивных элементов применяют комбинацию измерений различных видов излучения пробы в различных энергетических интервалах. Методы измерений радиоактивности по каждому виду излучения имеют общие и специфические особенности, описанные шиже.

XI. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

При радиометрических измерениях применяют тонкие, промежуточные и насыщенные (толстые) слои проб.

Внутри тонкого слоя радиоактивное излучение не поглощается, поэтому интенсивность излучения тонкого слоя при прочих равных условиях пропорциональна его толщине (рис. 8, участок I).

Размеры топкого слоя определяют из соотношения

$$h = \frac{0,1}{\mu}$$
, (3.1)

69

иде $\mu = maccoban поэффициент поглощения в <math>cm^2/s$; h = толщина слоя в s/cm^2 .

В промежуточном слое часть излучения поглощается, поэтому интенсивность его излучения увеличивается медленнее, чем толщина (см. рис. 8, участок *II*).

Размер насыщенного слоя равен максимальной длине пробега измеряемого излучения или больше нее; в данном случае интен. сивность излучения не зависит от толщины слоя и вследствие этого пропорциональна не количеству радиоактивных элементов, как в тонком слое, а их концентрации (см. рис. 8, участок III).



Рис. 8. Зависимость скорости счета 1 от толщины х излучающего слоя.

В зависимости от вида и энергии излучения размеры тонких, промежуточных и насыщенных слоев различны. В частности, при измерениях естественных радиоактивных элементов по общему бета- и гаммаизлучениям размер насыщенных слоев составляет соответственно около 1,0 и 100,0 г/см²; при этом слой толщиной 1 г/см² практически является тонким для гамма-квантов. В тонких для альфа-лучей слоях, со-

держащих элементы уранового ряда в равновесии, соотношение выходов гамма-квантов, бета- и альфа-частиц составляет 1,0:2,0:3,3, а в слоях, содержащих элементы ториевого ряда, 1,0:1,1:2,2. По мере увеличения толщины слоя указанные соотношения меняются: сначала максимальным становится выход бета-частиц, а затем выход гамма-квантов.

Основная погрешность определения активности проб обусловлена неравномерным во времени выходом радиоактивных излучений вследствие статистического характера распада атомов радноактивных элементов. При одинаковой продолжительности измерений пробы и фона относительную величину указанной погрешности оценивают по формуле

$$\delta = \frac{100\sqrt{1+2\phi}}{1\sqrt{i}}.$$
 (3.2)

Из формулы (3. 2) следует, что статистическая ошибка уменьшается при снижении фона, увеличении времени измерений и повышении скорости счета от пробы. Фон может быть снижен путем экранирования приемника излучения и некоторыми другимн приемами только до определенных пределов; его влияние на величину статистической ошибки неодинаково при измерении сильно- и слабоактивных проб. Как видно из формулы (3. 2), для сильноактивных проб ($I \gg \Phi$) влиянием фона практически можно пренебречь, а для слабоактивных ($I \ll \Phi$) при изменении фона в *n* раз статистическая ошибка изменяется пропорционально \sqrt{n} .

С увеличением продолжительности измерений статистическая ошибка уменьшается, но в меньшей степени, чем снижается производительность работ. Из формулы (3. 2) можно сделать вывод, что при увеличении времени измерений в n раз статистическая ошибка, независимо от активности проб, уменьшается в \sqrt{n} .

Лучшие результаты дает увеличение скорости счета от пробы Для этого выбирают наиболее благоприятные геометрические усло вия измерений, увеличивают навеску пробы, количество счетчиков или их размеры и применяют чувствительные приемники излучений.

С увеличением навески скорость счета от пробы увеличивается, а фон не меняется: изменение величины статистическои ошибки зависнт в данном случае от активности пробы. На основании формулы (3. 2) можно показать, что при увеличении скорости счета от пробы в n раз при анализе высокоактивных проб статистическая ошибка, изменяется обратно пропорционально \sqrt{n} , а при анализе слабоактивных проб — обратно пропорционально n.

Увеличение числа счетчиков в n раз при сохранении их расположения относительно пробы во столько же раз увеличивает и фон и скорость счета от пробы. В этом случае из формулы (3. 2) ясно, что статистическая ошибка независимо от активности пробы изменяется обратно пропорционально \sqrt{n} .

Если счетчики располагаются относительно пробы неодинаково, то первоначальная скорость счета от пробы / растет медленнее, чем первоначальный фон Φ ; в связи с этим статистическая ошнбка измерений может увеличиться. Целесообразность группирования счетчиков оценивают из неравенства, полученного на основании формулы (3. 2):

$$n \leq \frac{l}{2\Phi}(n_1^2 - n_1) + n_1^2,$$
 (3.3)

где n_1 — коэффициент, показывающий, во сколько раз увеличилась скорость счета от пробы при увеличении количества счетчиков (фона) в n раз.

Если неравенство соблюдается, то при измерениях группой счетчиков погрешность меньше, чем при измерениях одним счетчиком.

Для слабоактивных проб ($I \ll \Phi$)

$$n \leqslant n_1^2 \tag{3.4}$$

71
Таким образом, даже при анализе малых навесок слабоактив. ных проб, когда вклад краевых счетчиков в общую скорость счета меньше вклада центральных, лучше применять группу счетчиков, чем один.

Выбор типа приемника излучений зависит от цели измерений и от радиологических особенностей проб. В некоторых случаях чувствительность приемника специально уменьшают. Например, чтобы свести к минимуму влияние радия Е и калия на результаты бета-измерений или влияние элементов урановой группы на результаты гамма-измерений, приемники излучения экранируют специальными фильтрами.

Комбинируя все описанные выше приемы, добиваются максимального снижения статистической погрешности измерений при удовлетворяющей практику производительности. Оптимальные условия измерений бета- и суммарного бета-

Оптимальные условия измерений бета- и суммарного бетагамма-излучений создаются при использовании датчика, представляющего собой этажерку из нескольких рядов газоразрядных счетчиков; между ними помещаются наполненные материалом одной пробы кюветы, дно которых изготовлено из пленки, минимально поглощающей бета-лучи. При такой конструкции для счетчиков и для каждой кюветы с пробой создается геометрия измерений, близкая к 4П, а фои оказывается значительно более низким, чем фои установки с таким же количеством счетчиков, расположениых в один ряд, поскольку жесткая составляющая космического излучения фиксируется в многорядном датчике совпадающпми по всем рядам счетчиков импульсами.

Общий фон установки Φ_n для *n* рядов счетчиков при фоне верхнего ряда Φ равен

$$\Phi_n = \Phi \left[1 + n' \left(n - 1 \right) \right], \tag{3.5}$$

где n' — коэффициент, характеризующий долю фона каждого последующего ряда счетчиков относительно Ф.

Согласно экспериментальным данным $n' \approx 0,5$, поэтому в первом приближении

$$\Phi_n = \frac{\Phi(1+n)}{2}.$$
 (3.6)

При измерении пробы в n + 1 кювете с применением n рядов счетчиков скорость счета в 2n раз больше, чем при ее измерениях в одной кювете с применением одного ряда счетчиков. В соответствии с этим улучшение порога чувствительности многорядной установки L_n по сравнению с однорядной L_1 на основании формул (3. 5) и (2. 65) можно оценить из выражения

$$\frac{L_1}{L_n} = \frac{2n}{\sqrt{1+n'(n-1)}}.$$
 (3.7)

При $n' \approx 0,5$

$$\frac{L_1}{L_n} = \frac{2,85n}{\sqrt{n+1}}.$$
 (3.8)

Чтобы получить такой же порог чувствительности с использованием одного ряда счетчиков, как с использованием п рядов, время измерений необходимо увеличить в соответствии со следующим выражением:

$$t_1 = \frac{4n^2}{1+n'(n-1)} t_n, \tag{3.9}$$

где t_n и t_1 — время измерений соответственно с помощью n и одного ряда счетчиков при одинаковом пороге чувствительности. При n' = 0,5

$$t_1 = \frac{8.1n^2}{n+1} t_n. \tag{3.10}$$

Например, на основании формулы (3. 8) в случае измерений пробы в четырех кюветах при использовании трехрядного датчика (n = 3) с шестью счетчиками в каждом ряду порог чувствительности улучшается по сравнению измерениями в одной кювете с пробой при использовании одного ряда счетчиков в 4,3 раза, а по сравнению с измерениями при использовании одного счетчика — в $4,3\cdot\sqrt{6} = 10,5$ раз. Для получения такого же порога чувствительности при измерениях шестью счетчиками в одном ряду или одним счетчиком время измерений необходимо увеличить соответственно в 18 и 110 раз.

Для повышения чувствительности альфа-измерений увеличивают поверхность пробы и соответственно диаметр ионизационной камеры или люминофора. При гамма-измерениях для той же цели увеличивают навеску пробы и пользуются люминофорами NaJ (Tl) больших размеров; при этом пробу обычно помещают в фигурный контейнер, который при измерениях надевается на люминофор.

Интенсивность излучения пробы Іп при измерениях ее общей радиоактивности выражают в единицах эталона А. Для этого при регистрации излучения от тонких слоев пользуются формулой

$$A = \frac{I_{\Pi}P_{\Im}}{I_{\Im}P_{\amalg}} Q_{\Im}. \tag{3.11}$$

При измерениях насыщенных слоєв необходимость в поправке на вес пробы отпадает и формула (3. 11) упрощается:

$$A = \frac{I_{\pi}}{I_{\mathfrak{s}}} Q_{\mathfrak{s}}. \tag{3.12}$$

Для промежуточных слоев введение поправки на вес связано с определенными трудностями. Поэтому при измерениях применяют большей частью одинаковые с эталоном навески и расчеты выполняют по формуле (3. 12).

При измерениях естественной радиоактивности проб чаще всего применяют эталоны, приготовленные из урановой руды.

в единицах равновесного урана (обычно в процентах). Однако обычно равновесие между ураном и радоном в эталоне (в основном вследствие эманирования) бывает в какой-то мере нарушено: в этом случае активность пробы выражается в процентах урана с таким же коэффициентом равновесия, как у материала эталона.

Для получения правильных результатов радноактивность проб и эталонов измеряют без просчетов импульсов, в идентичных геометрических условиях, при постоянной чувствительности установки. При измерении в тонких и промежуточных слоях относительная погрешность взвешивания проб не должна превышать 1 %. Если между источником и приемником излучения имеются экраны (например, степки контейнеров или дно кювет при бета-измерениях), перед измерениями проб необходимо убедиться в их идентичности путем измерений одной и той же пробы с каждым из экранов. Когда погрешность должна быть минимально возможной, продолжительность измерений увеличивают таким образом, чтобы статистическая ошнбка была не меньше погрешности вследствие дрейфа чувствительности установки за время измерений. Дальнейшее увеличение продолжительности измерений в данном случае практически не повысит точности.

XII. АЛЬФА-МЕТОД¹

В практике лабораторных раднометрических работ альфа-метод применяется для следующих целей.

1. Для количественной оценки содержаний различных естественных радноактивных элементов в горных породах, водах и газах (раднохимический анализ).

2. Для выявления аномальных содержаний урана или радия в порошковых пробах, отобранных при металлометрических съем-ках и в золе растений при флорометрических съемках.

3. Для отбраковки проб, обладающих искусственной радиоактивностью.

4. Для дозиметрических наблюдений.

Далее рассматриваются теоретические основы, методика и техника измерений альфа-активности проб в порошках и золе. Вопросы применения этого метода при радиохимических и других анализах (например, при микрораднографии) изложены в соответствующих разделах руководства.

§ 4. Теоретические основы

Измеренный на приборе эффект (число делений или число импульсов в минуту) зависит от интенсивности альфа-излучения пробы и от свойств измерительной установки.

Рассмотрим влияние указанных факторов на результат измерений альфа-активности пробы.

• Составлен Б. Я. Юфа.

2. Факторы, влияющие на интенсивность альфа-излучения пробы

На величину интенсивности альфа-излучения влияют следующие факторы:

1) содержание в пробе альфа-излучающих элементов и их природа;

2) химический состав и плотность пробы;

3) эманирование пробы;

4) физическое состояние пробы;

5) геометрические условия измерений.

1) Зависимость интенсивности альфа-излучения от природы и содержания в пробе альфа-излучающих элементов. Среди естественных радиоактивных элементов, как указывалось выше (см. главу 2), наибольшее количество альфа-излучателей принадлежит к семействам урана—радия, тория и актиноурана; альфа-активность элементов, не входящих в перечисленные семейства, практически ничтожна.

Среди искусственно радиоактивных элементов альфа-распад происходит только у элементов с массовым числом выше 210. Самопроизвольное испускание альфа-частиц более легкими ядрами невозможно или практически невероятно из-за недостаточной прозрачности потенциального барьера ядра для альфа-частиц.

Массовое число искусственных радиоактивных изотопов значительно меньше 210. Поэтому они обычно не обладают альфа-активностью. Указанная особенность используется на практике для выделения проб, содержащих искусственно радиоактивные элементы.

Ниже приведены числа альфа-частиц (*a*₀), испускаемых в секунду 1 *г* урана и тория, а также элементами группы, входящими в образуемые ими семейства.

Элемент или	<i>a</i> ₀ ,	альфа-частиц
группа элементов	8	секунду • 104
U ²³⁸ в естественной смеси с изотопами 1 ²³⁴ и		1,24
U^{235}		2,51
U ²³⁸ в равновесии с продуктами распада.		9,89
Th ²³¹		0,41
Th ²³² в равновесии с продуктами распада		2,46

Если альфа-излучатель равномерно распределен в массе плоского слоя вещества толщиной d см, обладающего плотностью $Q \ \Gamma/cm^3$ при концентрации Q % вес., число альфа-частиц, излучаемых с поверхности $S \ cm^2$ в секунду, равно

$$a_d = \frac{a_0 Q_0 S d}{100}.$$
 (3. 13)

75

Слой толщиной 1 см³ (Sd = 1) излучает во все стороны

$$a_V - \frac{a_0 Q_Q}{100} \tag{3. 14}$$

альфа-частиц в секунду.

Число альфа-частиц, излучаемых в секунду с одной стороны 1 см² поверхности ненасыщенного слоя, составляет

$$a_T = \frac{a_V d}{2} \left(1 - \frac{d}{2R} \right),$$
 (3.15)

где R — пробег альфа-частиц в данном веществе в см.

При $d \ge R$ число альфа-частиц, испускаемых в секунду 1 см² поверхности насыщенного слоя, будет максимально, оно составит

$$a_{\rm ii} = \frac{a_V}{4} R. \qquad (3.16)$$

Пробег альфа-частицы в веществе, атомный вес которого равен W. можно рассчитать по эмпирической формуле Брегга-Климена:

$$R = 3.2 \cdot 10^{-4} R_0 - \frac{\sqrt{W}}{\psi}, \qquad (3. 17)$$

где R₀ — пробег альфа-частицы в воздухе в см, зависящий от энергии альфа-частицы (Е, Мэв) и приближенно вычисляемый по формуле Гейгера:

$$R_0 = \frac{\sqrt{E^3}}{3} \,. \tag{3.18}$$

Расчет пробега альфа-частиц в сложных веществах, содержащих элементы, атомный вес которых $\overline{W}_1, \overline{W}_2, \ldots, \overline{W}_n$, в весовых концентрациях Q_1 , Q_2 , Q_n можно производить по уравнению (3.17), если эффективный атомный вес сложного вещества вычислить по формуле

$$W_{\mathsf{s}\phi} = \left(\sum_{i} Q_{i} \sqrt{W_{i}}\right)^{2} \tag{3. 19}$$

Пробеги альфа-частиц, излучаемых естественными радиоактивными элементами, в воздухе не больше 10 см. Для горной породы, эффективный атомный вес которой W = 20, а плотность Q = 1,5 Г/см³, пробег, вычисленный по выражению (3. 17), составляет около 1 мм.

Обычно измерения альфа-активности проводятся в насыщенных по альфа-лучам слоях, в специальных случаях, например при спектрометрических анализах (см. главу 9), используют тонкие слон.

2) Зависимость интенсивности альфа-излучения от химического выражений состава и плотности проб. Для толстого слоя из (3. 14)-(3. 17) находим

$$a_{\mu} = 8 \cdot 10^{-7} a_0 R_0 Q \sqrt{W}, \qquad (3. 20)$$

т. е. число испускаемых в 1 сек 1 см² поверхности альфа-частиц на единицу концентрации данного радиоактивного элемента зависит только от атомного веса вещества излучателя и не зависит от плотности.

Рассчитаем для примера число альфа-частиц a_{U_P} , испускаемых за 1 сек 1 см² поверхности слоя, содержащего 1% урана в равновесии с продуктами распада.

По формуле (3. 20) находим

$$a_{\rm U\,p} = \sum a_T = 8 \cdot 10^{-7} a_0 Q_{\rm U} \, \sqrt{W} \sum R_{0, \rm U}. \qquad (3.\ 21)$$

Поскольку сумма пробегов альфа-частиц в воздухе $\sum R_{0, U}$ для урана в равновесии (см. табл. 3. 1) равна 31,7 см.

$$a_{Up} = 0,315 Q_U \sqrt{W} - \frac{aльфа-частиц}{ce\kappa \cdot cm^2} = 19,05 Q_U \sqrt{W} - \frac{aльфа-частиц}{mun \cdot cm^2}$$

Если радиометр фиксирует альфа-частицы в относительном телесном угле Ω с эффективностью ¹ г, то скорость счета от пробы, содержащей уран в равновесии Q_U , при излучающей ее поверхности $S \ cm^2$ равна

$$l_{\rm Up} = 19,05 \, {\rm c}\Omega S \, Q_{\rm U} \, \sqrt{W} \, u \, mn/mu \, h.$$
 (3. 22)

Чувствительность установки к урану в равновесии определяется выражением

$$\eta_{U_p} = \frac{I_{U_p}}{Q_U S} = 19,05 \epsilon \Omega \, \sqrt{W}. \tag{3. 23}$$

Для большинства горных пород (граниты, габбро, известняки, глины и т. д.) эффективный атомный вес находится в пределах от 20—25. Положив W = 22, из формулы (3. 23) получим

$$\eta_{U_p} = 90 \varepsilon \omega \ umm/mun.$$

Фактически у радиометра РАЛ-1 ($S = 200 \ cm^2$) и альфа-датчика установки ЛАС ($S = 40 \ cm^2$) величина $\eta_{UP} = 70 \div$ $\div 75 \ umn/muh \cdot cm^2$ на 1% урана в равновесии. Отсюда следует, что у этих приборов $\epsilon \Omega = 0.8$.

Из формулы (3. 22) видно, что для любых веществ величина $\frac{U_p}{\sqrt{W}}$, измеренная одной и той же установкой в одинаковых геометрических условиях, должна быть постоянной. Этот вывод подтвержден специальными экспериментами на пробах, эффективный атомный вес которых изменяется от 10 (уголь) до 200 (окись свинца).

Из формулы (3. 22) следует также, что при изменении атомного веса пробы на 20% скорость счета изменяется всего лишь на 10%.

¹ Детекторы излучений могут фиксировать только те альфа-частицы, пробег которых больше некоторой величины X.

Поскольку в горных породах атомный вес варьирует мало, влия. ние этого фактора на результаты измерений альфа-активности во многих практических случаях невелико.

3) Зависимость интенсивности альфа-излучения от эманирования. При эманировании часть образующейся эманации переходит из пробы в окружающую среду. Если коэффициент эманирования пробы равен α , то в ней, очевидно, остается только $(1 - \alpha)$ образующейся эманации и продуктов ее распада.

Влияние эманирования на результаты измерений альфа-актив. ности зависит от условий измерений.

В случае, когда из измерительного объема выводится (например, продуванием) вся выделяемая пробой эманация, необходимо учитывать это обстоятельство, иначе результат измерений будет соответственно запижен.

Если же выделяемая пробой эманация остается в чувствительном объеме детектора, влияние эманирования зависит от отношения периода полураспада эманации к продолжительности измерений альфа-активности. Так, количество радона, которое может накопиться за время измерения (минуты, десятки минут), настолько мало, что влиянием дополнительного эффекта от него можно пренебречь.

При измерениях альфа-активности проб, выделяющих, кроме того, актинон и торон, дополнительный эффект от эманаций и продуктов их распада, накапливающихся в чувствительном объеме детектора за время измерения, может оказаться значительным. В рассматриваемом случае число альфа-частиц, испускаемых за 1 сек 1 см² поверхности слоя, будет больше, чем это можно предположить на основании выражения (3. 21). Можно считать, что дополнительный эффект от эманирования прямо пропорционален содержанию радноактивного элемента (или, что при равных излучающих поверхностях то же, толщине слоя, даже если этот слой больше альфа-насыщенного).

Для учета искажающего влияния эманирования на альфа-измерения последние выполняют при 3—4 (Е. И. Старик, Е. С. Щепотьева, 1946) толщинах слоев. Если зависимость интенсивности альфа-излучения от толщины слоя (или веса пробы) оказывается линейной, то, экстраполируя прямую к «нулевой» толщине, можно получить значение интенсивности альфа-излучения, не искаженное влиянием накапливающихся эманаций. Такой прием целесообразно использовать для исключения искажающего влияния торона. Добавочный эффект за счет актинона (при условии одинакового эманирования по радону и актинону) компенсируется занижением результатов в связи с эманированием по радону, поэтому применение экстраполяции в данном случае нецелесообразно.

Чем больше объем воздуха между пробой и детектором, тем (при прочих равных условиях) эффект влияния эманирования, очевидно, окажется больше. Поэтому при измерениях сильно эманирующих проб необходимо по возможности уменьшать расстояние между пробой и детектором.

При сильном нагревании проб значительная часть эманации переходит из них в окружающую среду. Это особенно заметно в случае озоления проб растительности: если в них содержится радий, после озоления они могут потерять до 70—80% радона; сразу после озоления в пробе будет накапливаться радон, поэтому альфа-активность золы будет заметно возрастать со временем. Если же в пробе находится изотоп радия мезоторий-1, то активность золы не будет изменяться со временем. Это обстоятельство можно использовать для оценки природы аномалий радио-флорометрической съемки. Чтобы получить сопоставимые результаты, необходимо проводить измерения альфа-активности пробы золы растений не ранее, чем через 10 суток после озоления.

Незначительное повышение влажности сухого порошка увеличивает его эманирующую способность, однако при дальнейшем увеличении влажности эманирование будет уменьшаться.

При хранении эманирующих проб возможны случаи окклюдирования эманации материалом проб. Влияние указанного эффекта исключается, если пробу, насыпанную в тарелочку, выдержать перед измерением не менее 15 *мин*.

Часто пробы окклюдируют эманации в процессе дробления. Для исключения влияния данного эффекта необходимо измерять альфа-активность проб не ранее, чем через сутки после дробления.

Ёсли проба содержит торий, ее эманирование может изменяться в зависимости от степени дробления. В таких случаях степень дробления всех проб должна быть одинаковой.

4) Зависимость интенсивности альфа-излучения от физического состояния проб. В связи с эффектом эманирования уже частично рассматривалось влияние температуры, влажности и степени дробления проб. Однако указанные факторы влияют не только на эманирование проб.

Так, например, если удельные веса радиоактивных зерен и вмещающей породы существенно различны, то в случае, когда размеры частиц породы больше пробегов альфа-частиц, интенсивность альфа-излучения толстого слоя, как показал А. Б. Вериго, пропорциональна не весовой, а объемной концентрации радиоактивных зерен. Переизмельчение проб исключает возможность ошибок измерений альфа-активности в связи с рассматриваемым фактором. Однако если твердость радиоактивных зерен меньше твердости зерен вмещающей породы, это приведет к завышению результатов: при переизмельчении радиоактивные частицы, покрывая частицы вмещающих пород, искусственно увеличивают величину излучающей поверхности.

При повышении влажности проб уменьшается концентрация радиоактивных элементов, увеличивается поглощение излучения и результаты измерений занижаются.

Ниже рассматриваются факторы, влияющие на результат измерения альфа-активности в толстых слоях, поскольку особенности таких измерений в тонких слоях освещаются при описании частных методик.

Из выражения (3. 22) следует, что измеренный эффект I_n от пробы с атомным весом \overline{W}_n и содержанием Q_n % радиоактивного элемента составляет

$$I_{n} = Ca_{0, n} R_{0, n} \sqrt{W_{n}} Q_{n}, \qquad (3. 24)$$

где С — коэффициент пропорциональности, постоянный для данной установки.

Если в пробе присутствуют дочерние продукты распада в равновесии с исходным, эффект от пробы равен

$$I_{n} = Ca_{\hat{v}, u} \sqrt{W_{u}} Q_{n} \sum R_{\bar{v}, n}. \qquad (3. 25)$$

Аналогично для эталона с известным содержанием альфа-излучателя $\hat{Q}_{\mathfrak{s}}$ измерения на той же установке дадут следующий эффект:

$$I_{\mathfrak{s}} = Ca_{0,\mathfrak{s}} \sqrt{W_{\mathfrak{s}}} Q_{\mathfrak{s}} \sum R_{0,\mathfrak{s}}. \qquad (3.26)$$

Из выражений (3. 25) и (3. 26)

$$\frac{I_{\rm n}}{I_{\rm 9}} = \frac{Q_{\rm n}}{Q_{\rm 9}} \sqrt{\frac{W_{\rm n}}{W_{\rm 9}}} \frac{a_{\rm 0.\, n}}{a_{\rm 0.\, 9}} \frac{\sum R_{\rm 0.\, n}}{\sum R_{\rm 0.\, 9}}.$$
 (3. 27)

Если обозначить

$$A_{\alpha} = Q_{\pi} \sqrt{\frac{W_{\pi}}{W_{\vartheta}}} \frac{a_{0,\pi}}{a_{0,\vartheta}} \frac{\sum R_{0,\pi}}{\sum R_{0,\vartheta}}, \qquad (3.28)$$

получим формулу типа (3. 10):

$$A_{\alpha} = Q_{\mathfrak{s}} \frac{I_{\pi}}{I_{\mathfrak{s}}}.$$
 (3. 29)

Уравнения (3. 28) и (3. 29) показывают, что альфа-активность пробы численно равна концентрации Q_n , если атомные веса пробы и эталона равны, а также при одной и той же природе активности $(a_0 \parallel R_0)$ пробы и эталона.

Из выражения (3. 24) видно, что при $W_n < W_3$ измеренная альфа-активность будет занижена в $z = \sqrt{\frac{W_3}{W_n}}$ раз, а при $W_n > W_3$ завышена в z раз.

Рассмотрим баланс альфа-активности пробы, содержащей $U^{238}(Q_U)$ в равновесии с его изотопом U^{234} и ионием, радий (Q_{Ra}) , радон (\bar{Q}_{Rn}) в равновесии с короткоживущими продуктами рас-

пада, полоний (Q_{Po}) и торий (Q_{Th}) в равновесии со всеми продуктами распада.

Если величины Q_{Ra} , Q_{Rn} и Q_{Po} выразить в % урана в равновесии, то баланс общей альфа-активности будет равен

$$A_{\alpha} = a_{\alpha}Q_{U} + Q_{Ra} \left[r_{\alpha} + b_{\alpha} \left(1 - \alpha\right)\right] + l_{\alpha}Q_{Po} + C_{\alpha}Q_{Th}, (3.30)$$

где a_{α} , r_{α} , b_{α} , l_{α} — доли альфа-излучения урана, радия, радона и полония в общем альфа-излучении урано-радиевого ряда; C_{α} — урановый эквивалент тория; α — коэффициент эманирования пробы.

Если учесть, что обычно в геологических пробах полоний равновесен с радием, а также принять во внимание очевидное уравнение

$$a_{\alpha}+r_{\alpha}+b_{\alpha}+l_{\alpha}=1,$$

TO

$$A_{\alpha} = Q_{U}[a_{\alpha} + K(1 - a_{\alpha} - \alpha b_{\alpha})] + C_{\alpha}Q_{Th}, \qquad (3.31)$$

где К — коэффициент равновесия между радием и ураном.

Рассчитаем величины долей для отдельных альфа-излучателей или их групп и уранового эквивалента тория.

Для любого *i*-го элемента урано-радиевого семейства доля U_i равна

$$U_{l} = \frac{R_{0, l}}{\sum \bar{R}_{0, l}}, \qquad (3.32)$$

а урановый эквивалент тория

$$C_{\underline{a}} = \frac{a_{0, \text{Th}}}{\ddot{a}_{0, \text{U}}} \frac{\sum R_{0, \text{Th}}}{\sum R_{0, \text{U}}}.$$
 (3.33)

В табл. 3.1 приведены значения пробегов альфа-частиц в воздухе (В. И. Баранов и др., 1957) для отдельных элементов уранорадиевого ряда и вычисленные по этим данным с помощью формулы (3. 32) доли альфа-излучений.

Полученные величины долей элементов и групп элементов точны, если применяемая аппаратура может фиксировать альфачастицы с любым остаточным пробегом. Фактически пробег части альфа-частиц (например, U²³⁸) после прохождения через слой вещества недостаточен для регистрации. По этой же причине величины долей будут зависеть и от геометрических условий измерений.

Для ториевого ряда $\sum R_{0,i} = 27,4 \ cm;$ по формуле (3. 33) находим

$$C_{\alpha} = \frac{4,1 \cdot 10^3}{1,24 \cdot 10^4} \cdot \frac{27,4}{31,7} = 3,29.$$

Пробеги	альфа-частиц	различнь	их радиоактивных	элементов
	в воздухе	и доли а	ільфа-излучения	

	Элемент								
Показатели	UI	UII	Io	Ra	Rn	RaA	RaC'	Ро	Сумма
Пробег \bar{R}_{0}^{*} , см	2,67	3,25	3,16	3,26	4,04	4,64	6,87	3,83	31,7
чения	0,08 0,	0,10 18	0,10 0,10	0,10 0,10	0,13	0,15 0,50	0,22	0,12 0,12	1,00 1,00
	•	1				1		1 1	1

* Для каждого элемента вычислен по среднему арифметическому, взвешенному по величинам выхода альфа-частиц.

Подставляя полученные значения долей урана и уранового эквивалента тория в формулу (3. 30), получим

 $A_{\alpha} = Q_{\rm U}[0,28 + K (0,72 - 0,50\alpha)] + 0,29Q_{\rm Th}.$ (3. 34)

Из уравиения (3. 34) видно, что при отсутствии тория альфа-активность пробы в единицах равновесного урана может быть меньше содержания в ней альфа-активности (выраженная в единицах урана) в случае сдвига равновесия в сторону недостатка радия, у также при значительном эманировании. В наиболее неблаголриятном случае ($\alpha = 1$, K = 0) $A_{\alpha} = 0.28 Q_{U}$. Практически такой случай может иметь место при измерениях альфа-активности проб, обогащенных органическим веществом (например, из болотных отложений), в которых $K = 5 \div 10\%$ и $\alpha > 50\%$. В подобных пробах выгоднее измерять бета-излучение, так как доля урана в общем числе бета-частиц урано-радневого ряда почти в 2 раза больше, чем в альфа-излучении. Однако бета-метод, как и гаммаметод, менее эффективен для определения урана и радия, если проба содержит повышенное количество калия.

Наиболее эффективно применение альфа-метода для определения содержания радия в золе растений, которые особенно сильно концентрируют этот элемент и вместе с тем содержат значительное количество калия. Для выделения слабых аномалий радия на фоне значительных концентраций калия бета- и гамма-методы менее эффективны, чем альфа-метод.

На рис. 9 сопоставлены величины общей альфа-, бета- и гаммаактивности в процентах эквивалентного урана в равновесни для пород различного состава при нормальном содержании в них радиоактивных элементов. Расчет выполнен по уравнениям баланса активности, аналогичным выражению (3. 34), с использованием величин кларковых содержаний, по А. П. Виноградову. Из рис. 9 видно, что при выделении слабых аномалий урана и радия фон мешающих элементов (тория и особенно калия) по бета- и гаммаизлучению составляет до 80% общей активности. Поскольку калий не испускает альфа-частиц, слабые аномалии урана и радия наиболее контрастно проявляются по величине альфа-активности.





I — уран в равновесни; 2 — торий в равновесни; 3 — калий.

Для отбираемых с поверхности проб ценно, что альфа-методом как указывалось выше, не фиксируются искусственные радиоактивные элементы, выпадающие на земную поверхность из атмосферы.

§ 5. Практические рекомендации по измерениям альфа-активности порошков в толстых слоях

Для выполнения альфа-измерений необходимо выбрать измерительную установку и методику замеров, соответствующие поставленным задачам. С целью увеличения точности и правильности альфа-измерений необходимо выполнять следующие требования:

1) группировать пробы по вещественному составу и использовать для каждой группы эталоны соответствующих атомных весов:

2) измерять пробы и эталон в строго одинаковых геометриче. ских условиях (одинаковые расстояния между пробой и счетчиком, одинаковые площади тарелочек);

3) пробы и эталоны дробить до размера не крупнее 200 меш;

4) выдерживать в тарелочках пробы до измерения 10—15 мин для удаления окклюдированной эманации, а золу растений не менее 7—10 суток после сжигания для накопления удаленной эманации;

5) измерять пробы не ранее, чем через сутки после дробления;

6) в пробах, содержащих торий, производить 2—3-слойные замеры для учета влияния тория или выполнять альфа-измерения при непрерывном токе воздуха над пробой;

7) измерять пробы и эталон в воздушно-сухом состоянии, не допуская хранения их в помещениях с повышенной влажностью;

8) систематически (не менее 3 раз в день) контролировать чувствительность или естественное рассеяние и фон измерительной установки; при измерениях эманирующих проб, содержащих торий, естественное рассеяние или фон измерять перед замером каждой пробы (после того, как он снизится до нормального значения);

9) чаще пересыпать эталон для предупреждения расслоения его компонентов, обладающих различной плотностью;

10) не допускать хранения эталона в открытых емкостях для предупреждения появления пыли на излучающей поверхности;

11) подбирать длину и ширину или диаметр тарелочек так, чтобы они были не меньше соответствующих размеров счетчика или диа понизационной камеры;

12) порошок насыпать ровным слоем по всей поверхности тарелочек; если количество материала недостаточно для заполнения тарелочек до краев, равномерность слоя может быть достигнута приготовлением эмульсии пробы в спирте с последующим выпариванием последнего.

С целью проверки эффективности применения альфа-метода для решения поставленных геологических задач целесообразно произвести на каждом участке сравнение результатов альфа-измерений (x) с данными прямых методов анализа (y) для 30—50 типичных проб и установить корреляционную зависимость y = f(x) по методике, изложенной в «Методическом руководстве по определению физических свойств горных пород и полезных ископаемых» (1962). Так, если по альфа-измерениям нужно определять содержание урана, то, как следует из уравнения (3. 34), между A_{α} и Q_{U} (определенным по данным люминесцентного анализа с полным разложением должна существовать линейная корреляционная зависимость

$$A_{\alpha} = CQ_{\rm U} + b, \qquad (3.35)$$

в которой коэффициент С зависит от коэффициента радиоактивного равновесия и эманирования, а коэффициент b от содержания тория.

Если для проб определенного состава на отдельных участках величины *C* и *b* варьируют не сильно, то при относительно небольшом значении коэффициента *b* применение альфа-метода для оценки содержаний урана в пробах можно признать целесообразным.

В случаях, когда коэффициент радиоактивного равновесия, а также коэффициент эманирования и содержания тория в пределах одного участка варьируют значительно, альфа-метод применять нецелесообразно.

Для проверки эффективности оценки содержания радия в золе растений необходимо сопоставлять результаты измерений альфаактивности проб с данными радиохимического анализа этих же проб.

ХІП. БЕТА-МЕТОД

Бета-метод широко применяется и как составная часть комбинированных радиометрических анализов, основанных на сочетании измерений различных видов излучений, и как самостоятельный метод выделения проб с повышенным содержанием урана и радия при поисках урановых месторождений.

§ 6. Теоретические основы

Бета-излучение радиоактивного элемента имеет непрерывный спектр энергий от нуля до определенного максимального значения,

которое обычно служит для характеристики бета-излучателя (рис. 10). Взаимодействие бета-излучения с веществом обусловлено тремя процессами: упругим рассеянием электронов, радиационными и ионизационными потерями энергии электронов.

Упругое рассеяние на ядрах атомов пропорционально квадрату атомного номера материала; с увеличением энергии бета-частиц рассеяние уменьшается. Практическое значение этот эффект имеет при



Рис. 10. Типичный бета-спектр. Энергия бета-частиц: $E_{\rm B}$ — наиболее вероятная, $E_{\rm cp}$ — средняя $\langle \bar{E}_{\rm cp} =$ = 0,3 $E_{\rm max}$).

измерении слоев, размеры которых составляют не более 10—20% толщины насыщенного слоя, а также при измерении тонких слоев, когда вследствие обратного рассеяния от подложки измеряемая активность проб может заметно увеличиться.

Раднационные потери энергии возникают при замедлении бетачастиц в кулоновском поле атомных ядер, сопровождающемся возникновением тормозного гамма-излучения. Для бета-излучения естественных радиоактивных элементов этот вид взаимодействия не имеет существенного значения.

Основным видом взаимодействия бета-излучения естественных радиоактивных элементов с веществом являются ионизационные потери. Они возникают при рассеянии бета-частиц на электронах атомов и пропорциональны количеству электронов *n* в единице



Рис. 11. Изменение бета-активности с толщиной слоя пробы.

объема поглотителя:

$$n = 6,02 \cdot 10^{23} \varrho \frac{z}{W}$$
. (3.36)

Поскольку для горных пород различного вещественного состава $\frac{z}{W}$ изменяется незначительно, из формулы (3. 36) следует, что поглощение бета-лучей при ионизационных потерях определяется толщиной слоя h (в z/cm^2) и не зависит от материала поглотителя. Благодаря этому вещественный состав проб практически не влияет на ре-

зультаты бета-измерений. При замерах в насыщенных слоях влияние толщины слоя также исключается.

Толщина насыщенного для бета-лучей слоя определяется длиной пробега бета-частиц *R* в материале поглотителя. Для беталучей с энергией более 0,8 *Мэв* величина *R* связана с максимальной энергией *E* следующим соотношением:

$$R = 0,542E - 0,133. \tag{3.37}$$

Если же энергия бета-излучения составляет 0,15 < E < < < 0,8 Мэв существует другая зависимость:

$$R = 0,407E^{1.38}. \tag{3.38}$$

Значения *R* для бета-лучей различной энергии приведены в табл. 3. 2, из которой видно, что толщина насыщенного слоя для наиболее жесткого бета-излучения естественных радиоактивных элементов (3,26 *Мэв*) равна 1,6 *г/см*².

Вследствие испрямолинейного распространения бета-частиц в веществе из-за их рассеяния толщина насыщенного слоя для бета лучей естественных радиоактивных элементов практически составляет 0,8—1,0 *е/см*² (рис. 11).

Энергия, <i>М эв</i>	Длина пробега, <i>мг/см</i> ²	Слой по- ловин- ного по- глощения, мг/см ²	Тонкий слой, <i>мг/см</i> ²	Энергия, <i>Мэв</i>	Длина пробега, <i>мг/см</i> ²	Слой по- ловин- ного по- глощения, мг/см ²	Тонкий слой, <i>мг/см²</i>
0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6 0,7 0,8 0,9 1,0 1,1 1,2	$ \begin{array}{r} 14 \\ 42 \\ 76 \\ 115 \\ 160 \\ 220 \\ 247 \\ 300 \\ 357 \\ 410 \\ 462 \\ 517 \\ \end{array} $	1,8 3,9 7,0 11,7 17,5 24,0 30,0 37,0 45,0 53,0 62,0 70,0	0,26 0,56 1,01 1,69 2,52 3,46 4,32 5,34 6,49 7,60 8,90 10,10	1,3 1,4 1,5 1,6 1,7 1,8 2,0 2,2 2,4 2,6 2,8 3,2	$572 \\ 622 \\ 670 \\ 732 \\ 787 \\ 842 \\ 950 \\ 1067 \\ 1167 \\ 1267 \\ 1387 \\ 1600 \\ $	78,0 87,0 97,0 107,0 117,0 121,0 140,0 150,0 168,0 180,0 195,0 223,0	$11,20 \\ 12,50 \\ 14,00 \\ 15,40 \\ 16,80 \\ 17,40 \\ 20,20 \\ 21,60 \\ 24,20 \\ 26,00 \\ 28,10 \\ 32,20 $

Длина пробегов, слои полупоглощения и тонкие слои для бета-лучей различной энергии

Поглощение бета-лучей в веществе в случае не очень большой толщины поглотителя приближенно подчиняется экспоненциальному закону:

$$I_{\pi} = I_0 e^{-\frac{0.693}{\Delta} \frac{h}{A}}, \qquad (3.39)$$

где I_0 , I_n — интенсивность бета-излучения до и после поглощения в слое толщиной $h \ mz/cm^2$; Δ — толщина слоя, поглощающего бета-излучение наполовину, в mz/cm^2 .

Между слоем половинного поглощения и коэффициентом поглощения существует зависимость

$$\Delta = \frac{0.693}{4} \,. \tag{3.40}$$

на основании которой с помощью формулы (3.1) по известной толщине слоя полупоглощения можно рассчитать предельную толщину тонкого слоя *h*:

$$h = \frac{0.1}{0.693} \Delta = 0.144\Delta. \tag{3.41}$$

Данные о толщине слоев полупоглощения и тонких слоев для бета-излучения различной энергии приведены в табл. (3. 2).

Поглощение бета-излучения внутри источника излучения (самопоглощение) оценивают по формуле

$$l_{\rm c} = \frac{1 - e^{-\frac{0.693}{\Delta}h}}{\frac{0.693}{\Delta}h}, \qquad (3.42)$$

где h — толщина излучателя (в данном случае поглотителя) в mz/cm^2 ; I_c — доля не поглощенного излучения от всего излучения, возникшего в слое.

Данные о самопоглощении и поглощении бета-лучей приведены в табл. (3. 3).

Приведенные выше формулы и таблицы получены на основа. нии экспоненциального закона поглощения излучения, который

Таблица 3.3

Самопоглощение	И	поглощение				
бета-лучей						

ħ/∆	J _c	/п
0,1 0,3 0,5 1,0 1,5 2,0 3,0 4,0 5,0 6,0 10,0 15,0 л более	$\begin{array}{c} 0,966\\ 0,903\\ 0,845\\ 0,721\\ 0,620\\ 0,540\\ 0,421\\ 0,339\\ 0,281\\ 0,237\\ 0,143\\ \underline{\Lambda}\\ 0,693 \end{array} h$	0,933 0,812 0,707 0,590 0,354 0,250 0,125 0,062 0,031 0,016

для сложного спектра бета-лу. чей естественных радноактивных элементов соблюдается только приблизительно. В связи с этим расчетные данные не всегда хорошо согласуются с экспериментальными. Однако для ориентировочных оценок эти формулы и таблицы достаточно надежны.

§ 7. Урановые бета-эквиваленты групп естественных радиоактивных элементов

Урановые бета-эквиваленты калия, рубидия, элементов ряда тория и групп уранового ряда, приведенные в табл. 1.2, 1.6 и 1.7, вычислены для идеального случая, когда прибором

фиксируется каждая бета-частица, образовавшаяся в результате распада атома. В действительности вследствие поглощения и самопоглощения бета-частиц эффективность их регистрации зависит от условий измерений и энергии излучения. Например, при использовании фильтра толщиной 40 *мг/см²* счетчики не регистрируют бета-излучение UX₁, толщиной 200 *мг/см²* — излучение RaB и ThB; при дальнейшем увеличении толщины фильтра поглощается все бета-излучение RaE II т. д.

Точный расчет влияния поглощения и самопоглощения на результаты бета-измерений очень сложен, поэтому для конкретных условий измерений урановые эквиваленты определяются опытным путем.

Экспериментальные данные (табл. 3. 4) показывают, что с увеличением толщины фильтра от 30 до 400 *мг/см*² урановые бета-эквиваленты элементов ториевого ряда, группы радона и группы урана изменяются незначительно, а бета-эквиваленты калия и элементов группы RaD резко уменьшаются. Это объясняется сходными энергетическими спектрами бета-излучения элементов группы урана, радона и ториевого ряда, с одной стороны, и более мягким бетаизлучением калия и RaE—с другой. Фильтр толщиной 250 *мг/см*²

Таблица 3.4

Урановые бета-эквиваленты групп естественных радиоактивных элементов (экспериментальные данные)

ьтра,		Уран	овые бета-з	Иптенсив- ность бета-	Доля гамма- излучения в суммарном		
Толщина фил <i>ие/см</i> ²	группа урана а	группа радона и	группа RaD v	торий в равнове- сии с	калий d·10-4	излучения от равновес- вого урана, зарегистри- рованная счетчиком, оти. ед.	бета-гамма- излученки, зафиксиро- ванном счет- чиком при толщине про- бы 1,5 г/см ² , %
5 30 60 140 210 250 330 380 500 520 630 670 780 1000	0,39 0,47 0,48 0,49 0,51 0,52 0,50 0,48 0,44 0,41 0,38 0,33 0,05 0,00	0,49 0,44 0,45 0,47 0,47 0,46 0,49 0,52 0,56 0,59 0,62 0,67 0,95 0,00	0,12 0,09 0,07 0,04 0,02 0,02 0,01 0,00 	0,18 0,19 0,18 0,18 0,18 0,17 0,16 0,15 0,11 0,09 0,07 0,00	6,60 6,60 4,20 2,70 2,50 1,30 0,50 0,00 	100,00 80,00 67,00 30,00 23,00 22,00 14,00 1,00 0,86 0,40 0,20 0,00	5,0 6,0 8,5 15,0 18,0 20,0 27,0 38,0 57,0 76,0 86,0 93,0 97,0 100,0

Примечание. Измерения с фильтрами толщиной 5, 30, 60 и 250 *мг/см²* аналогичны измерениям соответственно торцовым или сцинтилляционным бета-счетчиком и счетчиками типа AC, СТС и МС при равенстве их эффективных поверхностей. У счетчиков типа BC, катод которых изготовлен из материала с большим атомным номером, вклад гамма-излучения в бета-излучение несколько больше, чем у счетчиков МС.

почти полностью поглощает бета-излучение группы RaD и мягкое бета-излучение элементов группы радона; вследствие этого бетаэквивалент урановой группы достигает максимального значения. При дальнейшем увеличении толщины фильтра начинает сказываться влияние жесткого бета-излучения RaC; в результате бетаэквиваленты элементов группы урана, а также тория уменьшаются, а элементов радоновой группы увеличиваются.

Экспериментально установлено, что величина бета-эквивалента не зависит от вещественного состава пробы и геометрических условий измерений. Бета-эквиваленты для толстых и промежуточных слоев практически одинаковы и лишь незначительно (в пределах 5—10%) изменяются при измерении тонких слоев.

§ 8. Измерения бета-активности проб

При бета-измерениях проб, содержащих естественные радноактивные элементы, одновременно с бета-излучением регистрируется некоторое количество гамма-квантов. В связи с этим бета-активность *І*_в определяют по разности результатов измерения пробы без фильтра и с фильтром из железа или алюминия толщиной 1,5 *г/см*², полностью поглощающим бета-излучение и около 10% гамма-излучения:

$$i_{\beta} = i_{\beta\gamma_{\Phi}} - \frac{i_{\gamma_{\Phi}} - \Phi}{0,9} - \Phi,$$
 (3.43)

где $i_{\beta\gamma_{\oplus}}$ — результат измерений пробы без фильтра, учитыва. ющий фон установки Φ , в *имп/мин*; $\frac{i_{\gamma_{\oplus}} - \Phi}{0,9}$ — результат измере. ний пробы с фильтром с поправкой на фон и поглощение гаммаизлучения в фильтре в *имп/мин*.

В связи с незначительным вкладом гамма-излучения в суммарное бета-гамма-излучение, регистрируемое бета-счетчиком (см. табл. 3. 4), поправкой на поглощение гамма-излучения в фильтре часто пренебрегают и рассчитывают бета-активность пробы по выражению

$$I_{\beta} = i_{\beta \gamma_{\Phi}} - i_{\gamma_{\Phi}}. \tag{3.44}$$

Затем по формуле (3. 12) величину i_{β} выражают в единицах урано-радневого эталона A_{β} . Некоторое влияние на результаты бета-измерений оказывают вариации объемного веса проб, большей частью являющиеся следствием существенного различия эффективных атомных померов материала проб. Это объясняется в основном нарушением идентичности геометрических условий измерений. У материала с большим объемным весом линейные размеры насыщенных слоев меньше, чем у легких проб, поэтому при одинаковых расстояниях от поверхности проб до счетчиков насыщенный слой у тяжелой пробы расположен к счетчикам ближе, чем у легкой. Незначительное влияние может оказывать также вещественный состав материала пробы за счет увеличения эффекта упругого рассеяния на ядрах более тяжелых атомов.

На основании изложенного в результаты измерений вносится систематическая ошибка, так как при прочих равных условиях бета-активность насыщенного слоя тяжелой пробы оказывается несколько больше бета-активности легкой (рис. 12). Эта погрешность исключается, если (при идентичности объемов) вес пробы равен весу эталона или отличается от него не более чем на 10—15%.

Для выполнения указанного условия при измерении проб горных пород всех типов достаточно иметь три группы эталонов (угольные, силикатные или карбонатные, железорудные или баритовые) и варыировать насыпную плотность проб и эталонов путем их уплотнения или разрыхления, чтобы объемный вес эталона был равен среднему объемному весу анализируемых проб.

Наряду с насыщенными слоями при бета-измерениях применяют промежуточные слои. В этом случае навеска и мешающее бета-из-

мерениям гамма-излучение пробы уменьшаются в несколько раз, а бета-активность сохраняется почти такой же, как у насыщенного слоя. Например, бета-излучение слоя толщиной 0,30 г/см² всего на 20% меньше бета-излучения слоя толщиной 1,20 г/см² (см. рис. 11), тогда как навеска и гамма-активность пробы в четыре раза меньше.



Рис. 12. Влияние плотности и вещественного состава проб на результаты измерения их бета- и гамма-активности.

Чтобы не учитывать самопоглощения, бета-измерения в промежуточных слоях выполняют при одинаковых навесках пробы и эталона. Если толщина слоя $\sim 0.3 \ elementsize{olimits} (\sim 3 \ mm)$, различие в объемных весах на 20% изменяет линейные размеры слоев (и соответственно расстояние от поверхности пробы до счетчика) приблизительно на 0,5 мм. Возникающей в связи с этим относительной погрешностью измерений в большинстве случаев прецебрегают, так как она не превышает 1% (рис. 13).

так как она ис предлиние на бета-измерения оказывают влаж. Существенное влияние на бета-измерения оказывают влаж. ность проб и степень их дробления. Влажность аналогична разубо. живанию пробы неактивным материалом и легко учитывается,



Рис. 13. Изменение скорости счета от пробы в зависимости от расстояния между ее поверхностью и счетчиком.

составленными по значениям урановых эквивалентов (см. табл. 3. 4) для соответствующих счетчиков:

 $A_{\tau p} = 0.39Q_{0} + 0.49Q_{Pn} + 0.12Q_{RaD} + 0.18Q_{Th} + 6.6 \cdot 10^{-4}Q_{K},$ $A_{CTC} = 0.48Q_{0} + 0.45Q_{Rn} + 0.07Q_{RaD} + 0.19Q_{Th} + 6.6 \cdot 10^{-4}Q_{K},$ $A_{MC} = 0.52Q_{0} + 0.45Q_{Pn} + 0.02Q_{RaD} + 0.18Q_{Th} + 2.5 \cdot 10^{-4}Q_{K},$ (3.45)

где Λ_{75} , Λ_{CTC} , Λ_{MC} — результаты бета-измерений счетчиком ториовым, СТС и МС, выраженные в единицах урано-радневого эталона, в %; Q_{C} , Q_{Th} , Q_{K} — содержания урана, тория и калия в пробе в %; Q_{En} , Q_{Eab} — содержания радона и КаД в пробе, выражениме в единицах урано-радиевого эталона, в %. Как следует из уравнений (3. 45), при измерениях счетчиками СТС и торцовыми (или сцинтилляционными) влияние калия в 2,5 раза, а элементов группы RaD соответственно в 3,5 и 6 раз больше, чем при использовании счетчиков МС; бета-эквиваленты урановой группы для этих счетчиков соответственно на 8 и 25% меньше, чем для счетчиков МС. Эффективность регистрации торня счетчиками всех типов в 5,5 раза меньше эффективности регистрации урана в равновесии. При бета-измерениях сцинтилляционными или торцовыми счетчиками определенное влияние должен оказывать рубидий, однако экспериментально это пока не проверено.

Торцовые счетчики чувствительнее счетчиков СТС и МС соответственно в 1,5 и 5 раз (см. табл. 3. 4). Тем не менее из-за сильного влияния калия и элементов группы RaD измерения проб, содержащих уран, при неопределенных соотношениях между группами естественных радиоактивных элементов выполняются счетчиками МС или СТС с дополнительным фильтром толщиной около 200 иг си?.

Торцовые и сцинтилляционные счетчики применяют для измерения проб малого веса (доли граммов), если статистические ошибки при использовании счетчиков с более толстыми стенкама. заведомо больше возможных погрешностей измерений с тонкостенными счетчиками, обусловленных влиянием калия и неопределенным содержанием в пробе элементов группы RaD, а также для радиохимических определений отношения содержаний изотопоз урана друг к другу и урана к ионию. Измерения проб выполняются в геометрии 2π и 4π. При измерениях в геометрия 4π пробу помещают между двумя счетчиками, окна которых обращены друг к другу; близкая к описанной геометрия создается также при измерениях U-образным сцинтилляционным бета-счетчиком.

Для проб большего веса (граммы, десятки граммов) эфјективны многосчетчиковые датчики, состоящие из одного или нескольких рядов газоразрядных цилиндрических счетчиков, между которыми при измерениях помещают кюветы с материалом одной пробы. В этих условиях геометрия измерений для счетчиков и проб близка к 4 л. Количество рядов счетчиков и кювет с пробой, а также толщину слоев выбирают в зависимости от веса пробы и требуемей точности измерений. Измерения обычно выполияют в промежуточности измерений. Измерения обычно выполияют в промежуточных слоях (0,2-0,4 с/см²); благодаря этому при сразиштельно исбольшой навеске достигается высокая чувствительность и сводится к минимуму мешающее влиящие гамма-излучения пробых.

ХІУ. ГАММА-МЕТОД

Гамма-метод широко применяется в следующих случаях:

для определения радноактивных элементов по энергии их гаммаизлучения;

как составная часть комбнипрованных методов анализа в сочетании с бега-измерениями; для определения радия, радона и коэффициента эманирования по общему гамма-излучению герметизированных и негерметизированных проб, пе содержащих тория;

для ускоренной оценки радиоактивности пород при поисках урановых месторождений.

§ 9. Теоретические основы

Гамма-излучение естественных радиоактивных элементов, возникающее при распаде ядер атомов, имеет дискретный спектр энергий от 0,05 до 2,62 *Мэв*, причем каждый гамма-излучатель испускает гамма-кванты определенных энергий.

В некоторых случаях, например при конверсии гамма-лучей с вылетом электронов из внутренних оболочек атома или при радиоактивном распаде с захватом электрона ядром атома из оболочки (*K*-захват), возникает характеристическое гамма-излучение.

Поглощение гамма-излучения в веществе, как указывалось выше, обусловлено тремя основными процессами: фотоэффектом, комптоновским рассеянием и образованием пар электрон—позитрон.

Тонкие, параллельные (коллимированные) пучки гамма-лучей поглощаются по экспоненциальному закону, для которого полный коэффициент поглощения μ равен сумме коэффициентов поглощения при фотоэффекте τ, комптоновском рассеянии σ и образовании пар ж:

$$\mu = \tau + \sigma + \varkappa. \tag{3.46}$$

Формулы для расчета поглощения и самопоглощения коллимированного гамма-излучения, а также для определения размеров тонких слоев и слоев полупоглощения аналогичны формулам (3. 39)—(3. 42). Насыщенный для гамма-квантов слой равен 6—10 слоям полупоглощения: в первом случае он не поглощает 1,5%, а во втором 0,1% гамма-излучения.

Численные значения коэффициентов поглощения для гаммаквантов различной энергии приводятся на графиках и в таблицах обычно для одного материала поглотителя. Неизвестные коэффициенты поглощения τ , σ , \varkappa в любом веществе могут быть выражены через известные τ_1 , σ_1 , \varkappa_1 следующим образом:

$$\tau = \tau_1 \frac{W_1}{W} \left(\frac{z}{z_1}\right)^4, \qquad (3.47)$$

$$\sigma = \sigma_1 \frac{W_1}{z_1} \frac{z}{W}, \qquad (3.48)$$

$$\kappa = \varkappa_1 \frac{W_1}{W} \left(\frac{z}{z_1}\right)^2 \tag{3.49}$$

Если известны линейные коэффициенты поглощения (размерность (см⁻¹), то для расчетов по формулам (3. 47)—(3. 49) их заменяют массовыми коэффициентами, имеющими размерность см²/г:

$$\mu(cm^{2}/e) = \frac{\mu(cm^{-1})}{\varrho(e/cm^{3})}, \qquad (3.50)$$

где Q — плотность поглотителя в *г/см*³.

Например, по линейным коэффициентам поглощения τ', σ', κ' для кристалла NaJ (T1) (рис. 14) массовые коэффициенты погло-



Рис. 14. График коэффициентов поглощения гамма-квантов различной энергии в кристалле NaJ (T1).

/-фотоэффект; 2-комптон-эффект; 3- образование пар; 4-суммарный эффект. Для пунктирной кривой ордината увеличена в 100 раз по сравнению со сплошными.

щения в другом веществе на основании формул (3.47)--(3.49) определяются из следующих соотношений:

$$\tau = 0,59 \cdot 10^{-5} \frac{z^4 \tau'}{W}, \qquad (3.51)$$

$$\sigma = 0.62 \frac{z\sigma'}{W}, \qquad (3.52)$$

$$\kappa = 1,32 \cdot 10^{-2} \frac{z^2 \kappa'}{W}. \tag{3.53}$$

93

Зависимости полного массового коэффициента поглощения от энергии гамма-квантов для Pb, Cu, Fe, Al, H₂O, C и воздуха приведены на рис. 15. Данные о размерах тонких, толстых слоев и слоев полупоглощения в Pb, NaJ (Tl) и Al для гамма-квантов различных энергий представлены в табл. 3. 5.

Вследствие многократного рассеяния гамма-квантов изменя. ются их спектральный состав и направление; в результате поглощение широкого расходящегося пучка гамма-квантов меньше по-



Рис. 15. Зависимость полного массового коэффициента поглощения от энергии гамма-лучей для различных материалов.

глощения коллимированного пучка; их коэффициенты поглощения наиболее близки при взаимодействии мягких гамма-квантов с материалом, имеющим большой атомный номер. Существенные расхождения коэффициентов поглощения (в 1,5—2 раза) наблюдаются при взаимодействии гамма-квантов с веществом, состоящим из легких элементов.

При взаимодействии гамма-излучения естественных радноактивных элементов с горными породами эффект образования пар практического значения не имеет (см. рис. 14). Фотоэффект оказывает существенное влияние на поглощение гамма-квантов малых энергий в пробах с большим атомным номером (см. рис. 14).

В связи с тем, что фотоэлектрическое поглощение пропорционально четвертой степени порядкового номера элемента и обратно пропорционально кубу энергии излучения, результаты измерений мягкого гамма-излучения пробы сильно зависят от ее вещественного состава. В пробах горных пород, не содержащих тяжелых элементов в заметных количествах, фотоэффект играет второсте-

пенную роль; основным видом взаимодействия гамма-излучения естественных радиоактивных элементов с веществом является комптоновское рассеяние. Поскольку при постоянном z/ W (что характерно для легких элементов) коэффициент о не зависит от материала поглотителя [см. формулу (3. 48)], то при комптоновском рассеянии влияние вещественного состава не отражается на результатах гамма-измерений.

Эффективный коэффициент поглощения гамма-излучения уранового и ториевого ряда примерно одинаков $(0,068 \ cm^2/c);$ таков же коэффициент поглощения коллимировапного монохроматического излучения с энергией 0,8 Мэв (см. рис. 15). На основании этого размеры тонкого слоя, а также слоев полупоглощения и полного поглогамма-излучения щения ДЛЯ элементов уранового и ториевого рядов равны соответственно 1,5; 10 и 100 е/см² (см. табл. 3. 5).

Фактически в связи с наличием в спектре гамма-излучения естественных радиоактивных элементовмягких линий размеры тонкого слоя меньше. Это видно из рис. 12, где показано изменение удельной интенсивности гамма-излучения, регистрируемой счетчиком MC, от слоев толТаблица 3.5

Тонкие слои, слон полупоглощения и полного поглощения в Pb, NaJ (Tl) и Al для коллимированного пучка гамма-квантов различных энергий (расчетные данные)

ИЯ ,	Толш	ина слоя,	г/см²				
Энергі М зв	тонкого	полупог- лощения	отолного поглоще- ния				
	Св	инец					
0,10 0,24 0,35 0,60 0,80 1,00 1,50 2,00 2,60	0,019 0,144 0,343 0,830 1,150 1,440 1,940 2,250 2,340	0,130 1,000 2,400 5,800 8,000 10,000 13,600 15,200 15,700	$ \begin{array}{r} 1,30\\ 10,00\\ 24,00\\ 58,00\\ 80,00\\ 100,00\\ 136,00\\ 152,00\\ 157,00 \end{array} $				
2,00 2,040 10,700 107,00 No1 (T1)							
	114						
0,10 0,24 0,35 0,60 0,80 1,00 1,50 2,00 2,60	0,068 0,470 0,760 1,300 1,500 1,700 2,100 2,500 2,650	0,470 3,300 5,300 8,800 10,500 11,800 14,500 17,500 18,500	4,70 33,00 53,00 88,00 105,00 118,00 145,00 175,00 185,00				
	Алю	миний					
0,10 0,24 0,35 0,60 0,80 1,00 1,50 2,00 2,60	0,60 0,89 1,00 1,29 1,46 1,56 1,96 2,22 2,60	4,20 6,20 7,00 9,00 10,20 11,30 13,70 15,50 18,00	42,00 62,00 70,00 90,00 102,00 113,00 137,00 155,00 180,00				

щиной 1 см в зависимости от объемного веса и вещественного состава проб. Увеличение объемного веса пробы с 1 до 2 г/см³ уменьшает ее удельную гамма-активность на 8%. При гамма-измерениях слоев толщиной 1 см влиянием самопоглощения можно пренебречь только при условии, если объемные веса проб различаются не более чем на 10—15%, так как в этом случае удельная гамма-активность (при прочих равных условиях) изменяется несущественно — на 1—2% (см. рис. 12). Чтобы выполнить эти условия при гамма-измерениях пород всех типов, необходимо иметь такие же три группы эталонов, как и при бета-измерениях.

§ 10. Урановые гамма-эквиваленты групп естественных радиоактивных элементов

Урановые гамма-эквиваленты групп естественных радиоактивных элементов по выходу гамма-квантов на распад, приведенные в табл. 1. 2, 1. 6 и 1. 7, рассчитаны без учета поглощения и самопоглощения гамма-излучения, типа приемника излучений, параметроз измерительной установки и т. д. Учесть эти факторы расчетным путем еще более сложно, чем при бета-измерениях, поэтому для конкретных условий гамма-эквиваленты определяются экспериментально.

При измерениях газоразрядными счетчиками с алюминиевым фильтром толщиной 1,5 *г/см*² урановые гамма-эквиваленты имеют значения, приведенные в табл. 3. 6.

Таблица 3.6

Тип счетчика	Урановый гамма-эквивалент								
	элементов группы урана	элементов группы радона	тория в равновесни	калия • 10 ⁻⁴					
CTC MC BC	0,03 0,06 0,08	0,97 0,94 0,92	0,43 0,43 0,41	1,8 2,0 1,1					

Урановые эквиваленты элементов групп урана и радона, а также тория в равновесии и калия при измерениях газоразрядными счетчиками

Счетчики ВС характеризуются повышенной чувствительностью к мягким гамма-квантам, так как их катоды изготовлены из материала с большим атомным номером, поэтому при измерениях с ними гамма-эквивалент элементов урановой группы больше, а гаммаэквивалент калия меньше, чем при измерениях со счетчиками МС и СТС.

В табл. 3. 7 приведены значения урановых гамма-эквивалентов, полученные при измерении соответствующих эталонов весом 300 г сциптилляционным счетчиком с кристаллом NaJ (Tl) диаметром 120 мм и высотой 70 мм. На рис. 16 представлены дифференциальные спектры этих эталонов при содержании в них 0,03% урана в равновесии с продуктами распада (смолкой), 0,03% урана без радия, 52,5% калия и 0,03% тория в равновесии.

Как видно из табл. 3. 7, при измерениях сцинтилляционным счетчиком с кристаллом NaJ (Tl), в случае увеличения толщины

	Урановые гамма-эки	виваленты	при ј	различны	хф	ильтрах и
B	дифференциальных	участках	гамма	-спектра	для	люминофора
	NaJ (Ti)	(эксперим	енталі	ьные дан	ные)	

	Ура	новы е г амм	Интенсив- ность - регистри-			
Диапазон энергий, <i>М эв</i>	элементов группы урана а	элемсятов группы радона b	тория в равнове- сии с	калия d·10 ⁻⁴	руемого излучения от равно- весного урана, отн. ед.	Фон, отн. ед.
Общее излуче-						
ние при использо-						
вании фильтров:						
Å1 (4)	0,09	0,91	0,37	1,0	100,0	100,0
Fe (2)	0,03	0,97	0,38	1,1	83,0	95,0
Pb (3)	0,02	0,98	0,38	1,7	43,0	79,0
Pb (4)	0,02	0,98	0,39	1,8	31,0	
PD (6)	0,02	0,98	0,39	2,1	16.0	62 D
		0,90	0,40	2,0	12.0	80
0,09-0,11	0,22	0,70	0,40	1,0	10.0	6.0
0,100,20	0.02	0,00	0,65	1.0	8.0	7.0
0.32-0.38	0.01	0.99	0.20	0.7	9,0	7,0
0.50-0.70	0.02	0.98	0.30	1.0	6,0	11,0
0.80-1.00	0.02	0,98	0,65	2,0	4,0	6,0
1,40-1,50	0,02	0,98	0,20	7,0	4,0	5,0
1,601,80	0,02	0,98	0,18	0,0	3,0	5,0
1,80—2,62	0,00	1,00	3,00	0,0	0,5	0,5

Примечание. В скобках указана толщина фильтра в миллиметрах.

фильтра с 4 мм Al до 10 мм Pb урановый гамма-эквивалент калия возрастает с $1 \cdot 10^{-4}$ до $2,6 \cdot 10^{-4}$, а гамма-эквивалент тория увеличивается всего на 10%; гамма-эквивалент урановой группы резко уменьшается вначале (с 0,09 до 0,02) и в дальнейшем от толщины фильтра не зависит.

Гамма-излучение элементов группы урана выделяется в области энергии 0,09—0,11 *Мэв*; при этом скорость счета от равновесного урана и фон примерно в 10 раз меньше, чем при измерении общего гамма-излучения в случае использования алюминиевого фильтра толщиной 4 *мм*. При гамма-измерениях излучение элементов урановой группы выделяется слабее, чем при бета-измерениях, так как гамма-эквивалент у этих элементов примерно в 2 раза меньше, а у тория в 2 раза больше, чем соответствующие бетаэквибаленты.

Излучение тория наиболее четко выделяется в области энергий 1,8—2,62 *Мэв.* В данном случае все регистрируемое излучение обусловлено элементами группы радона и торона, причем гамма-

	Результаты б	Результаты гам- ма-измерений	
Группа элементов	в насыщенном слое (толщиной ≥1 г/см²)	в промежуточ- ном слое (тол- щиной 0.3 г/см ²)	в слое толщиной 1,5 г/см ²
Урана Радона Радия D Урана в равновесии Тория в равновесии Калия .	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$ \begin{array}{r} 41,6\\ 36,8\\ 1,6\\ 80,0\\ 14,3\\ 2,08-10^{-2} \end{array} $	$ \begin{array}{r} 1,20\\ 22,80\\ 0,00\\ 24,00\\ 10,30\\ 0,48\cdot10^{-2} \end{array} $

Примечания. 1. Результаты измерений выражены в относительных единицах. 2. При расчете урановых эквивалентов принято, что интенсивность гамма-излучения

эквивалент торопа в несколько раз больше гамма-эквивалента радона. При этом резко падает чувствительность, так как по сравнению с измерениями общего гамма-излучения не только фон, но и скорость счета от равновесного урана уменьшаются в 100-

I,UMN/MUH

900

800

100

600

200 раз, однако при измерениях на больших кристаллах потеря чувствительности компенсируется бо́льшим коэффициентом разделения.

В других участках спектра излучение тория наиболее заметно в интервале энергий 0,22—0,26 Мэв (элементы группы торона) и 0,8—1,0 Мэв (элементы группы мезотория). Скорость счета от равновесного урана и фон при этих измерениях меньше соответственно в 12,5



Рис. 16. Дифференциальные спектры гамма-излучения равновесного урана (Up), урана без радия (U), тория в равновесии и калия.

и 25 раз. Урановые гамма-эквиваленты элементов ряда тория в указанных интервалах энергий примерно одинаковы, но 100

Таблица З	. 8
-----------	-----

Результаты измерений суммарного бета-гамма-излучения в слое толщиной, г/см ^а			Урановые эквиваленты по суммарному бета-гамма-излучению при измерениях в слое толщиной, г/см ^в		
1,5	1,0	0,3	1,5	1,0	0,3
$53,20 68,80 2,00 124,00 28,30 3,08 \cdot 10^{-2}$	$ \begin{array}{r} 52,8\\61,2\\2,0\\116,0\\24,9\\2,92\cdot10^{-2}\end{array} $	41,84 41,36 1,60 84,80 16,36 2,18 · 10 ⁻⁴	0,430 0,554 0,016 1,000 0,228 2,48 • 10 ⁻⁴	0,456 0,527 0,017 1,000 0,214 2,51 · 10 ⁻⁴	0,495 0,485 0,020 1,000 0,193 2,56 · 10 ⁻⁴

по суммарному бета-гамма-излучению, зарегистрированному счетчиками МС

изменяется пропорционально толщине слоя.

чувствительность измерений на участке спектра 0,22-0,26 Мэв больше, а урановый гамма-эквивалент калия меньше. Благодаря этому выделять излучение тория рациональнее в области энергии 0,24-0,26 Мэв. Измерения в энергетическом интервале 0,8-1,0 Мэв могут быть полезны при исследовании сильно эманирующих ториевых проб, так как в этом случае эманирование меньше влияет на результат определения тория ¹. Гамма-излучение элементов радоновой группы наиболее отчетливо выделяется на участках спектра 1,6—1,8 Мэв и 0,32—0,38 Мэв. В этих условиях урановый гамма-эквивалент тория равен всего 0,18-0,20; влияние калия в первом случае полностью исключается, а во втором очень мало. Кроме того, радоновая группа контрастно выделяется по общему гамма-излучению при измерениях с железным фильтром толщиной около 2 мм. В данном случае скорость счета от равновесного урана по сравнению с измерениями в области энергий 0,32-0,38 и 1,6-1,8 Мэв соответственно в 10 и 30 раз, а гамма-эквиваленты тория и калия всего в 2 раза больше.

Максимальной величины урановый гамма-эквивалент калия достигает в области энергий 1,4—1,5 *Мэв*; при этом скорость счета от равновесного урана сокращается в 25 раз. В связи с резким уменьшением чувствительности гамма-измерений выделять излучение калия более целесообразно по бета-измерениям с использованием тонкостенных счетчиков СТС.

При спектрометрических измерениях урановые гамма-эквиваленты изменяются в зависимости от разрешающей способности кристаллов, их размеров и ширины окна. Однако обычно при радиометрических анализах отклонения от значений гамма-эквивален-

¹ Предложение Б. Я. Юфа.

тов, приведенных в табл. 3. 8, не превышают 15—20%. При толщине слоя примерно 1 см вещественный состав проб и геометрические условия измерений слабо влияют на величину урановых гамма-эквивалентов.

§ 11. Измерение гамма-активности проб

Гамма-измерення проб выполняют в тонких или близких к ним слоях. Размеры слоя выбирают таким образом, чтобы при постоянной линейной его толщине изменение навески до 15% сопровождалось (в пределах допустимых погрешностей) пропорциональным изменением регистрируемой гамма-активности. Благодаря этому не нужно вводить поправки на самопоглощение излучения, учет которой связан с большими трудностями в связи с резким влияинем вещественного состава проб на поглощение мягких гаммаквантов. Так, слой алюминия толщиной 0,6 г/см² является тонким для гамма-квантов с энергией 0,1 *Мэв*, однако если в нем содержится больше 3,0% свинца (<0,019 г/см² Pb), он становится промежуточным слоем (см. табл. 3. 5).

Для уменьшения влияния вещественного состава пробы при измерении общего гамма-излучения мягкие гамма-кванты отфильтровываются при помощи свинцовых экранов толщиной около 1 *мм* или путем применения пороговой дискриминации. Толщина слоев пробы (как правило, не более 1 *см*) сохраняется при измереинях постоянной. Эталон для измерений подбирают таким образом, чтобы его объемный вес был примерно равен среднему объемному весу проб. Варнации объемных весов проб от среднего значения более чем на 15% не допускаются.

После введения поправки на фон гамма-активность пробы выражают в единицах урано-радневого эталона [по формуле (3. 11)].

Иногда при гамма-измерениях пользуются одинаковыми навесками. Такой способ можно применять, если различие в объемных весах проб не сопровождается существенным нарушением геометрических условий измерений, приводящим к недопустимым погрешностям определений гамма-активности.

При гамма-измерениях в дифференциальных участках спектра, как регистрируемая интенсивность гамма-излучения. так и величина фона уменьшаются по сравнению с измерениями в интегральном режиме приблизительно в *n* раз (см. табл. 3. 7). Чтобы в этих условиях была точность измерений такой же, как в интегральном режиме, время измерений также необходимо увеличить в *n* раз. Другой путь увеличения точности заключается, как уже отмечалось, в увеличении навески пробы и в применении кристаллов увеличенных размеров. При малых навесках (доли, первые единицы граммов) с этой целью применяют кристаллы с колодцем. Степень измельчения проб влияет на результаты гамма-измерений значительно меньше, чем на результаты бета-измерений, а влажность, как и при бета-измерениях, аналогична разубоживанию пробы неактивным материалом.

XV. ПЗМЕРЕНИЯ СУММАРНОЙ БЕТА-ГАММА-АКТИВНОСТИ ПРОБ

Измерения суммарной бета-гамма-активности применяются при радиометрических анализах в сочетании с гамма-измерениями и для выделения аномальных проб при поисках урановых месторождений. Измерения выполняются в промежуточных или насыщенных для бета-лучей слоях при одинаковых навесках проб и эталонов; результаты выражают в единицах урано-радиевого эталона $A_{\rm fly}$ по формуле (3. 12).

Урановые эквиваленты групп радиоактивных элементов по суммарному бета-гамма-излучению в отличие от бета- и гаммаэквивалентов зависят от толщины слоя, так как с ее увеличением вклад гамма-излучения в суммарное бета-гамма-излучение возрастает; в результате урановые эквиваленты тория и элементов группы радона увеличиваются, а урановой группы уменьшаются. Если измерения ведутся в промежуточных для бета-лучей слоях (например, при толщине слоя 0,3 *с/см*²), вклад гамма-излучения в суммарное бета-гамма-излучение, фиксируемое счетчиком, резко сокращается. В этих условиях доля гамма-излучения для урана в равновесии от бета-излучения при-использовании счетчиков СТСсоставляет не более 2—3%, а при использовании счетчиков МС 6—8%. Вследствие этого урановые эквиваленты по суммарному бета-гамма-излучению приближаются к урановым бета-эквивалентам.

В табл. 3. 8 приведены значения урановых эквивалентов по суммарному бета-гамма-излучению, зарегистрированному счетчиками MC, в зависимости от толщины слоя.

К измерениям по суммарному бета-гамма-излучению можно отнести случай, когда при определении бета-активности поправка на гамма-излучение пробы вводится по данным ее гамма-измерений с применением счетчиков, обладающих другой спектральной чувствительностью, при помощи постоянного пересчетного коэффициента *n*.

Рассмотрим этот случай в общем виде. Результат гамма-измерений одной и той же пробы двумя счетчиками разного типа можно представить следующим образом:

$$I_{\gamma}^{n} = I_{\gamma}^{U} + I_{\gamma}^{Rn} + I_{\gamma}^{Th} + I_{\gamma}^{K};$$

$$I_{\gamma_{c}}^{n} = I_{\gamma_{c}}^{U} + I_{\gamma_{c}}^{Rn} + I_{\gamma_{c}}^{Th} + I_{\gamma_{c}}^{K},$$
(3. 54)

сде I_v, I_v — интенсивности гамма-излучения от одной и той же пробы, зарегистрированные газоразрядным и сцинтилляционным счетчиками, в *имп/мин*; верхние индексы в уравнениях (3.54) показывают, какими элементами обусловлено излучение (п – всеми излучателями, т. е. пробой, U — элементами группы урана, Rn — элементами группы радона, Th — элементами ряда тория, K — калием).

Пусть при выбранных условиях измерений

$$I_{\gamma}^{U} = I_{\gamma_{c}}^{U} v,$$

$$I_{\gamma}^{Rn} = I_{\gamma_{c}}^{Rn} m,$$

$$I_{\gamma}^{Th} = i_{\gamma_{c}}^{Th} i,$$

$$i_{\gamma}^{K} = I_{\gamma_{c}}^{K} f,$$
(3.55)

где v, m, l, j — отношение интенсивностей гамма-излучения, зарегистрированных газоразрядным и сцинтилляционным счетчиками от урана, радона, тория и калия соответственно.

На основании выражений (3. 54) и (3. 55) результат гамма-измерений пробы после введения поправки с помощью пересчетного коэффициента *n* можно представить в виде

$$I_{\gamma}^{n} - I_{\gamma_{c}}^{n} n = I_{\gamma}^{U} \left(1 - \frac{n}{v}\right) + I_{\gamma}^{Rn} \left(1 - \frac{n}{m}\right) + I_{\gamma}^{Th} \left(1 - \frac{n}{l}\right) + I_{\gamma}^{K} \left(1 - \frac{n}{l}\right).$$
(3.56)

Пользуясь соотношением (3. 56), данные измерений суммарного бета-гамма-излучения после введения указанной выше поправки на гамма-излучение можно выразить следующей зависимостью:

$$I_{\beta\gamma}^{n} - I_{\gamma_{c}}^{n} n = \left[I_{\beta}^{U} + I_{\gamma}^{U} \left(1 - \frac{n}{v} \right) \right] + \left[I_{\beta}^{Rn} + I_{\gamma}^{Rn} \left(1 - \frac{n}{m} \right) \right] + \left[I_{\beta}^{Th} + I_{\gamma}^{Th} \left(1 - \frac{n}{l} \right) \right] + \left[I_{\beta}^{K} + I_{\gamma}^{K} \left(1 - \frac{n}{l} \right) \right], \quad (3.57)$$

где $i_{\beta\gamma}$ — интенсивность суммарного бета-гамма-излучения в *имп/мин*; I_{β} — интенсивность бета-излучения в *имп/мин*. Отношения нитенсивностей бета- и гамма-излучений, зареги-

Отношения интенсивностей бета- и гамма-излучений, зарегистрированных газоразрядным счетчиком, и отношения $\frac{n}{v} \cdot \frac{n}{n}$, $\frac{n}{l}$ и $\frac{n}{l}$ при заданных условиях измерений и постоянных навесках имеют постоянные значения для каждой группы элементов. Вследствие этого изменение содержания элементов в пробе какой-либо из групп приводит к пропорциональному изменению как соответствующих значений I_{β} , I_{γ} , так и всего соответствующего данной группе элементов выражения в квадратных скобках уравнения (3. 57). Таким образом, измерения описанным способом принципиально не отличаются от измерений по суммарному бета-гамма-излучению. Пересчетный коэффициент *n* обычно принимают равным величине *m* или $\frac{m+l}{2}$. В первом случае полностью исключается гамма-активность элементов радоновой группы, а во втором влияние гаммаизлучения тория и радона сводится к минимуму. Коэффициенты *m* и *l* различаются между собой незначительно, а гамма-активность элементов урановой группы очень мала по сравнению с их бета-активностью (см. табл. 3. 8). Поэтому, когда измерения производятся при пересчетном коэффициенте n = m или $n = \frac{m+l}{2}$, в отличие от измерений по суммарному бета-гамма-излучению допускаются вариации веса проб до 15—20%; относительная погрешность измерений пробы не превышает при этом 1%. Активность в единицах урано-радиевого эталона рассчитывают по формуле (3. 12).

ГЛАВА 6

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ КОМБИНИРОВАННЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

Комбинированные методы радиометрического анализа широко применяют для количественных определений элементов группы урана, радона, тория в равновесии и калия при неопределенных соотношениях между ними. По количеству групп радиоактивных элементов с неопределенными соотношениями различают три типа: проб: четырех-, трех- и двухкомпонентные. Пробы каждого типа имеют специфические особенности, от которых зависит выбор метода анализа и расчетных формул.

XVI. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Комбинированные методы радиометрического анализа основаны на сочетании (в различных вариантах) результатов измерений пробы по бета-, гамма-, и суммарному бета-гамма-излучению с фильтрами разной толщины, гамма- излучению в различных энергетических интервалах и т. д. В общем случае количество различных способов измерений при комбинированном анализе равно количеству независимых групп радиоактивных элементов, излучение которых фиксируется прибором. Условия измерений выбирают таким образом, чтобы, во-первых, при каждом измерении максимально выделялось излучение одной группы элементов и сводилось к минимуму влияние излучения других групп, а во-вторых, обеспечивалась требуемая точность. Результаты измерений выражают в единицах урано-радиевого эталона, используя формулы (3. 11) и (3. 12). Чтобы получать сопоставимые данные, весь комплекс измерений выполняют с одним урано-радиевым эталоном, так как у разных эталонов коэффициенты равновесия между радоном и ураном в большинстве случаев неодинаковы.

По результатам комбинированных измерений составляют систему уравнений, отражающих зависимость между содержанием радиоактивных элементов в пробе и ее активностью, выраженной в урановых единицах (А). Коэффициентами пропорциональности в этих уравнениях являются соответствующие урановые эквиваленты, называемые также эталонными эквивалентами. Урановые (эталонные) эквиваленты группы урана *a*, радона *b*, тория в равновесии *c* и калия *d* рассчитывают по следующим формулам:

$$a = \frac{I_{o\kappa}Q_{U}^{\mathfrak{s}}}{I_{\mathfrak{s}}Q_{U}^{o\kappa}}, \qquad (3.58)$$

$$b = 1 - a,$$
 (3. 59)

$$c = \frac{I_{\mathrm{Th}} Q_{\mathrm{U}}^{\mathfrak{s}}}{I_{\mathfrak{s}} Q_{\mathrm{Th}}},\qquad(3.\ 60)$$

$$d = \frac{I_{\mathrm{K}}Q_{\mathrm{U}}^{\mathfrak{s}}}{I_{\mathfrak{s}}\hat{Q}_{\mathrm{K}}}.$$
 (3.61)

В этих уравнениях Q_{U}^{ok} , Q_{U}^{ok} — содержание урана в эталоне, приготовленном из окиси — закиси урана, и в эталоне урана — радия в %; \hat{Q}_{Th} , \hat{Q}_{K} — содержание тория и калия в соответствующих эталонах в %; I_{3} , I_{ok} , I_{Th} , I_{K} — скорости счета соответственно от урано-радиевого эталона окиси — закиси урана, тория и калия в *имп/мин*.

Если при измерениях в тонких слоях эталоны имеют разный вес, скорости счета в формулах (3. 58)—(3. 61) рассчитывают на единицу веса.

Эталон тория готовят из неэманирующего или слабо эманирующего (3—5%) ториевого концентрата, обычно монацита, путем разубоживания его неактивной породой. Монацит, как правило, содержит примеси урана \hat{Q}_{U}^{Th} ; в связи с этим в формулу (3.60) вводят соответствующую поправку и урановый эквивалент тория рассчитывают по выражению

$$c = \frac{\frac{I_{\mathrm{Th}}}{I_{\vartheta}} Q_{\mathrm{U}}^{\vartheta} - Q_{\mathrm{U}}^{\mathrm{Th}}}{Q_{\mathrm{Th}}}.$$
 (3.62)

В формуле (3. 62) не учитывается возможное различие коэффициентов равновесия урано-радиевого эталона и примеси урана в торневом эталоне, так как возникающей в связи с этим погрешностью в большинстве случаев можно пренебречь.

Эталон калия готовят из чистой соли, не содержащей примесей посторонних радноактивных элементов. Для приготовления эта-

лона из окиси — закиси урана урановый концентрат с установившимся равновесием между ураном и UX (продолжительность жизни не менее 6 месяцев), не содержащий других радиоактивных элементов, разубоживают неактивной породой.

Урановые эквиваленты, как было отмечено выше, практически не зависят от вещественного состава и геометрических условий измерений, но существенно меняются в зависимости от коэффициента равновесия между радоном и ураном в эталоне, толщины фильтра, типа приемника излучения и измеряемой энергии гамма-квантов. При анализах по суммарному бета-гамма-излучению величина урановых эквивалентов, кроме того, меняется в зависимости от навески, а если вводится поправка на гамма-излучение по данным гамма-измерений с применением счетчика, обладающего другой спектральной чувствительностью, еще и от коэффициента пересчета *n*.

В формулах анализа многокомпонентных проб коэффициенты являются производными величинами от урановых эквивалентов, поэтому правильное определение эквивалентов имеет при комбинированных анализах решающее значение.

XVII. АНАЛИЗ ЧЕТЫРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ

При анализе четырехкомпонентных проб все излучение, фиксируемое прибором, должно быть обусловлено не более чем четырьмя группами радиоактивных элементов. При равновесии в ряду тория, а также между Rn и RaE (или если бета-излучение RaE поглощается фильтром) этому требованию удовлетворяют бета- и гаммаизмерения при анализах проб на уран, радон, торий и калий.

Система уравнений, позволяющая определить указанные выше элементы, имеет следующий вид:

$$A_{1} = u_{1}Q_{U} + b_{1}Q_{Rn} + c_{1}Q_{Th} + d_{1}Q_{K};$$

$$A_{2} = a_{2}Q_{U} + b_{2}Q_{Rn} + c_{2}Q_{Th} + d_{2}Q_{K},$$

$$A_{3} = a_{3}Q_{U} + b_{3}Q_{Rn} + c_{3}Q_{Th} + d_{3}Q_{K},$$

$$A_{4} = a_{4}Q_{U} + b_{4}Q_{Rn} + c_{4}Q_{Th} + d_{4}Q_{K}.$$
(3.63)

Здесь A_1 , A_2 , A_3 , A_4 — активность пробы по измерениям в четырех различных условиях, выраженная в единицах урано-радиевого эталона, в %; a, b, c, d — эталонные эквиваленты группы урана, радона, тория и калия; Q_U , Q_{Th} , Q_K — содержание в пробе урана, тория и калия в %; \hat{Q}_{Rn} — содержание в пробе радона, выраженное в единицах урано-радиевого эталона, в %.

Величина \hat{Q}_{Rn} зависит от коэффициента равновесия между радоном и ураном в урано-радиевом эталоне. Чтобы по ее значению
определить содержание в пробе радона в единицах равновесного урана Q_{Rn}^{ρ} , пользуются соотношением

$$Q_{\mathrm{Rn}}^{\mathrm{p}} = Q_{\mathrm{Rn}} k_{\mathfrak{s}}^{\mathrm{Rn}},$$

где k_3^{Rn} — коэффициент равновесия между радоном и ураном в эта.

лоне. При описанном способе выражения результатов измерений между эталонными эквивалентами группы урана и радона незави симо от коэффициента равновесия в урано-радиевом эталоне для системы уравнений (3. 63) всегда имеет место зависимость

$$a_1 + b_1 = a_2 + b_2 = a_3 + b_3 = a_4 + b_4 = 1.$$
 (3.65)

Решение системы уравнений (3.63) относительно урана, ра. дона, тория и калия с учетом зависимости (3.65) приводит к фор. мулам, приведенным ниже:

$$Q_{\rm U} = \frac{1}{D} \left(L_1 A_1 + M_1 A_2 + N_1 A_3 + F_1 A_4 \right), \qquad (3.66)$$

$$Q_{\rm Rn} = \frac{1}{D} \left(L_2 A_1 + M_2 A_2 + N_2 A_3 + F_2 A_4 \right), \qquad (3.67)$$

$$Q_{\rm Th} = \frac{1}{D} \left(L_3 A_1 + M_3 A_2 + N_3 A_3 + F_3 A_4 \right), \qquad (3.68)$$

$$Q_{\rm K} = \frac{1}{D} \left(L_4 A_1 + M_4 A_2 + N_4 A_3 + F_4 A_4 \right), \qquad (3.69)$$

где

$$D = L_{1} + M_{1} + N_{1} + F_{1};$$

$$L_{1} = -n_{2}c_{3} + n_{3}c_{2} + n_{5}c_{4};$$

$$M_{1} = n_{1}c_{3} - n_{3}c_{1} - n_{4}c_{4};$$

$$N_{1} = -n_{1}c_{2} + n_{2}c_{1} + n_{6}c_{4};$$

$$F_{1} = n_{4}c_{2} - n_{5}c_{1} - n_{6}c_{3};$$

$$L_{2} = -m_{2}d_{3} + m_{3}d_{2} + m_{5}d_{4};$$

$$M_{2} = m_{1}d_{3} - m_{3}d_{1} - m_{4}d_{4};$$

$$N_{2} = -m_{1}d_{2} + m_{2}d_{1} + m_{6}d_{4};$$

$$F_{2} = m_{4}d_{2} - m_{3}d_{1} - m_{6}d_{3};$$

$$L_{3} = n_{2} - n_{3} - n_{5};$$

$$M_{3} = -n_{1} + n_{3} + n_{4};$$

$$N_{3} = n_{1} - n_{2} - n_{6};$$

$$F_{3} = -n_{4} + n_{5} + n_{6};$$

$$L_{4} = m_{2} - m_{3} - m_{5};$$

$$M_4 = -m_1 + m_3 + m_4;$$

$$N_4 = m_1 - m_2 - m_6,$$

$$F_4 = -m_4 + m_5 + m_6.$$

В последних выражениях

 $n_{1} = b_{4}d_{1} - d_{4}b_{1};$ $n_{2} = b_{4}d_{2} - d_{4}b_{2};$ $n_{3} = b_{4}d_{3} - d_{4}b_{3};$ $n_{4} = b_{3}d_{1} - d_{3}b_{1};$ $n_{5} = b_{3}d_{2} - d_{3}b_{2};$ $n_{6} = b_{2}d_{1} - d_{2}b_{1};$ $m_{1} = a_{4}c_{1} - c_{4}a_{1};$ $m_{2} = a_{4}c_{2} - c_{4}a_{2};$ $m_{3} = a_{4}c_{3} - c_{4}a_{3};$ $m_{4} = a_{3}c_{1} - c_{3}a_{1},$ $m_{5} = a_{3}c_{2} - c_{3}a_{2};$ $m_{6} = a_{2}c_{1} - c_{2}a_{1}.$

В формулах (3. 66) и (3. 67) для расчета урана и радона сумма коэффициентов с соответствующим знаком всегда равна единице, а в формулах (3. 68) и (3. 69) для определения тория и калия — нулю:

$$\frac{1}{D} \cdot (L_1 + M_1 + N_1 + F_1) = \frac{1}{D} \cdot (L_2 + M_2 + N_2 + F_2) = 1, (3.70)$$

$$L_3 + M_3 + N_3 + F_3 = L_4 + M_4 + N_4 + F_4 = 0. \quad (3.71)$$

Это правило применяется для проверки правильности расчета коэффициентов в формулах для обработки результатов анализа четырех-, трех- и двухкомпонентных проб при измерениях с уранорадиевым эталоном.

Для определения коэффициентов L, M, N, F, D рационально применять схему расчета, представленную в табл. 3. 9.

В общем случае для определения одного из четырех элементов проба должна быть измерена различными способами четыре раза. Однако если условия измерений выбраны таким образом, что отношения эталонных эквивалентов двух элементов в трех уравнениях равны между собой, два другие элемента можно определить из этих трех уравнений. В частности, при равенстве отношений эталонных эквивалентов радона и тория в трех уравнениях $b_1: b_2:$ $b_3 = c_1 \cdot c_2 \cdot c_3$ независимо от величины нарушения равновесия в ряду урана и присутствия в пробе тория содержание урана и

яя разностея эквиваленть	Произведени на эталонные	Разность произведе- ний 12	Произведения эталонных эквивалентов		
}	3		2	1	
n1C2	n_1c_3	n ₁	d_4b_1	$b_4 d_1$	
n ₂ C ₃	n_2C_1	n_2	d_4b_2	$b_4 d_2$	
n_3C_1	n_8C_2	n_3	d_4b_3	$b_4 d_3$	
n_1C_4	$n_4 c_2$	n_4	d_3b_1	b_3d_1	
<i>n</i> ₆ <i>C</i> ₁	n_5C_4	n_5	d_3b_2	b_3d_2	
n_6C_3	$n_{6}C_{4}$	n _e	d_2b_1	b_2d_1	
m_1d_2	m_1d_3	m_1	$C_4 a_1$	$a_4 c_1$	
m_2d_3	m_2d_1	m_2	$C_4 \overline{a}_2$	a_1c_2	
m_3d_1	m_3d_2	m_3	$C_4 \alpha_3$	$a_4 c_3$	
m_4d_4	$m_4 d_2$	m_4	$c_{3}a_{1}$	$a_{3}C_{1}$	
m_5d_1	$m_6 d_4$	m_5	$C_3 \alpha_2$	a_3c_3	
$m_6 d_3$	$m_{\rm G} d_{\rm A}$	m _e	$C_2 a_1$	Q.C 1	

Схема расчета формул для анализа результатов измерений четырехкомпонентных проб

Примечание. Для упрощения расчетов множитель 10⁻⁴ в эталонном эквя. валенте калия не учитывают, а конечный результат в формуле (3. 69) умножают на 10⁻⁴.

калия в пробе определяется на основании результатов трех измерений по формулам

$$Q_{\rm U} = \frac{1}{D} \left(L_1 A_1 + M_1 A_2 + N_1 A_3 \right), \qquad (3.72)$$

$$Q_{\rm K} = \frac{1}{D} \left(L_2 A_1 + M_2 A_2 + N_2 A_3 \right), \tag{3.73}$$

где

$$D = L_{1} + M_{1} + N_{1};$$

$$L_{1} = (d_{3}b_{2} - d_{2}b_{3});$$

$$M_{1} = (d_{1}b_{3} - d_{3}b_{1});$$

$$N_{1} = (d_{2}b_{1} - d_{1}b_{2});$$

$$L_{2} = (b_{3} - b_{2});$$

$$M_{2} = (b_{1} - b_{3});$$

$$N_{2} = (b_{2} - b_{1}).$$

Если при двух измерениях соблюдается равенство отношений эталонных эквивалентов трех элементов, четвертый определяется по данным двух измерений. Например, при условии $\frac{b_2}{b_1} = \frac{c_2}{c_1} =$

 $=\frac{d_2}{d_1}=l$ система двух уравнений для определення урана имеет вид:

$$A_{1} = a_{1}Q_{U} + b_{1}Q_{Rn} + c_{1}Q_{Th} + d_{1}Q_{K},$$

$$A_{2} = a_{2}Q_{U} + lb_{1}Q_{Rn} + lc_{1}Q_{Th} + ld_{1}Q_{K}.$$
 (3.74)

При $a_1 = i - b_1$, $a_2 = 1 - b_2$ решение системы уравнений (3. 74) относительно урана приводит к формуле

$$Q_{\rm U} = A_1 + \frac{1}{l-1} (A_1 - A_2).$$
 (3.75)

Если

$$l = \frac{a_2}{a_1} = \frac{c_2}{c_1} = \frac{d_2}{d_1},$$

по формуле (3. 75) рассчитывают радон.

Таким образом, выражение (3. 75) представляет собой обобщенный вариант формулы для определения урана и радона. Чтобы исключить влияние излучения мешающего анализу элемента, вместо і в формулу (3. 75) подставляют отношение его эталонных эквивалентов; при равенстве отношений эталонных эквивалентов нескольких элементов их влияние на результат анализа одновременно исключается. Равенство отношений эталонных эквивалентов урана, радона и тория или урана, радона и калия на основании условия (3. 65) возможно только в частном случае, когда $a_1 = a_2$, $b_1 = b_2$ и соответственно $c_1 = c_2$ или $d_1 = d_2$. В случае, если $a_1 = a_2$, $b_1 = b_2$, $c_1 = c_2$, калий определяют

из двух уравнений с четырьмя неизвестными:

$$A_{1} = a_{1}Q_{U} + b_{1}Q_{Rn} + c_{1}Q_{Th} + d_{1}Q_{K},$$

$$A_{2} = a_{1}Q_{U} + b_{1}Q_{Rn} + c_{1}Q_{Th} + d_{2}Q_{K}.$$
 (3. 76)

Отсюда

$$Q_{\rm K} = \frac{1}{d_1 - d_2} (A_1 - A_2). \tag{3.77}$$

При условии $a_1 = a_2, b_1 = b_2, d_1 = d_2$ формула для расчета тория имеет вид:

$$Q_{\rm Th} = \frac{1}{c_1 - c_2} (A_1 - A_2). \tag{3.78}$$

В формулах (3. 77) и (3. 78) знаменатели представляют собой разности эталонных эквивалентов определяемого элемента. С увеличением этих разностей уменьшаются коэффициенты в формулах и соответственно повышается точность анализов. Отсюда следует, что коэффициент разделения тория и калия правильнее характеризовать разностью эталонных эквивалентов, а не их отношением, как это принято в настоящее время.

XVIII. АНАЛИЗ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ

Трехкомпонентные пробы разделяются на два типа: Трехкомпонентные при калий и уран при неопределенном коэф.

фициенте равновесия с радоном; циенте равновссии с реди и уран при таком же коэффициенте содержащие торий, калий и уран при таком же коэффициенте равновесия с радоном, как в эталоне.

Для проб первого типа система уравнений имеет вид:

$$A_{1} = a_{1}Q_{U} + b_{1}Q_{Rn} + c_{1}Q',$$

$$A_{2} = a_{2}Q_{U} + b_{2}Q_{Rn} + c_{2}Q',$$

$$A_{3} = a_{3}Q_{U} + b_{3}Q_{Rn} + c_{3}Q',$$
(3.79)

где \hat{Q}' — содержание тория или калия в пробе в %; с' — эталон. ный эквивалент тория или калия.

Решение системы уравнений (3. 79) приводит к формулам

$$Q_{\rm U} = \frac{1}{D} \left(L_1 \dot{A}_1 + \dot{M}_1 \dot{A}_2 + N_1 \Lambda_3 \right), \qquad (3.80)$$

$$Q_{\rm Rn} = \frac{1}{D} \left(L_2 A_1 + M_2 A_2 + N_2 A_3 \right), \tag{3.81}$$

$$Q' = \frac{1}{D} (L_3 A_1 + M_3 A_2 + N_3 A_3), \qquad (3.82)$$

где

$$D = L_{1} + M_{1} + N_{1};$$

$$L_{1} = (c'_{2}b_{3} - c'_{3}b_{2});$$

$$M_{1} = (c'_{3}b_{1} - c'_{1}b_{3});$$

$$N_{1} = (c_{1}b_{2} - c'_{2}b_{1});$$

$$L_{2} = (c'_{3} - c'_{2}) + (c'_{2}b_{3} - c'_{3}b_{2});$$

$$M_{2} = (c'_{1} - c'_{3}) + (c'_{3}b_{1} - c'_{1}b_{3});$$

$$N_{2} = (c'_{2} - c'_{1}) + (c'_{1}b_{2} - c'_{2}b_{1});$$

$$L_{3} = (b_{2} - b_{3});$$

$$M_{3} = (b_{3} - b_{1});$$

$$N_{3} = (b_{1} - b_{2}).$$

Для проб второго типа решается следующая система ур нений:

$$A_{1} = Q_{U} + c_{1}Q_{Th} + d_{1}Q_{K},$$

$$A_{2} = Q_{U} + c_{2}Q_{Th} + d_{2}Q_{K},$$

$$A_{3} = Q_{U} + c_{3}Q_{Th} + d_{3}Q_{K}.$$
(3.83)

$$Q_{\rm U} = \frac{1}{D} \left(L_1 A_1 + M_1 A_2 + N_1 A_3 \right), \qquad (3.84)$$

$$Q_{\rm Th} = \frac{1}{D} \left(L_2 A_1 + M_2 A_2 + N_2 A_3 \right), \qquad (3.85)$$

$$Q_{\rm K} = \frac{1}{D} (L_3 A_1 + M_3 A_2 + N_3 A_3), \qquad (3.86)$$

где

$$D = L_1 + M_1 + N_1$$

$$L_1 = (d_2c_3 - d_3c_2);$$

$$M_1 = (d_3c_1 - d_1c_3);$$

$$N_1 = (d_1c_2 - d_2c_1);$$

$$L_2 = (d_3 - d_2);$$

$$M_2 = (d_1 - d_3);$$

$$N_2 = (d_2 - d_1);$$

$$L_3 = (c_2 - c_3);$$

$$M_3 = (c_3 - c_1);$$

$$N_3 = (c_1 - c_2).$$

Если выполняется условие $\frac{b_2}{b_1} = \frac{c_2}{c_1} = l$ или $\frac{a_2}{a_1} = \frac{c_2}{c_1} = l$, уран или радон в пробах первого типа рассчитывают по данным двух измерений из выражения (3. 75). Когда для этих проб $a_1 = a_2$, и $b_1 = b_2$, на основании двух измерений по формулам (3. 77) или (3. 78) определяют соответственно калий или торий.

Содержание урана в пробах второго типа рассчитывают по формуле (3.75) при условин $\frac{d_2}{d_1} = \frac{c_2}{c_1} = l$. Калий или торий в пробах второго типа рассчитывают на основании результатов двух измерений по формулам (3.77) и (3.78) в случае, когда $c_1 = c_2$ или $d_1 = d_2$ соответственно.

XIX. АНАЛИЗ ДВУХКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ

Двухкомпонентные пробы разделяются на три типа:

урановые с неопределенным коэффициентом равновесия между радоном и ураном;

урано-ториевые или урано-калиевые с таким же коэффициентом равновесия между радоном и ураном, как в эталоне;

чисто ториевые и калиевые.

Для урановых проб система уравнений имеет вид:

$$A_{1} = a_{1}Q_{U} + b_{1}Q_{Rn},$$

$$A_{2} = a_{2}Q_{U} + b_{2}Q_{Rn}.$$
(3. 87)

Решение этих уравнений относительно урана и радона приво. дит к формуле (3. 75). При $l = \frac{h_2}{b_1}$ по формуле (3. 75) определяется уран, а при $l = \frac{a_2}{a_1}$ — радон.

Для урано-ториевых и урано-калиевых проб уравнения иден. тичны:

$$A_{1} = Q_{U} + \dot{c_{1}Q'},$$

$$A_{2} = Q_{U} + \dot{c_{2}Q'}.$$
(3. 88)

Уран в этом случае рассчитывают по формуле (3. 75) при $l = \frac{c_2}{c_1}$, а калий или торий соответственно по формулам (8. 77) или (8. 78).

Таким образом, расчет урана и радона в пробах первого типа и урана в пробах второго типа выполняется по формуле (3.75), в которой l — отношение эталонных эквивалентов элемента, мешающего анализу. При расчете тория или калия в двухкомпонентных пробах знаменатель соответствующей формулы равен разности эталонных эквивалентов определяемого элемента.

Если эталон не содержит определяемого элемента (например, при измерении проб третьего типа с урано-радиевым эталоном), система уравнений и соответствующие формулы для расчета содержания тория и калия имеют следующий вид:

$$A_{1} = c_{1}Q_{Th} + d_{1}Q_{K},$$

$$A_{2} = c_{2}Q_{Th} + d_{2}Q_{K},$$
(3.89)

$$Q_{\rm Th} = \frac{d_2 A_1 - d_1 A_2}{d_2 c_1 - d_1 c_2}, \qquad (3.90)$$

$$\hat{Q}_{K} = \frac{c_1 \hat{A}_2 - c_2 \hat{A}_1}{d_2 c_1 - d_1 c_2}.$$
 (3. 91)

Аналогичный вид имеют формулы для расчета содержания урана и радона, если при анализе урано-радиевых проб пользоваться ториевым эталоном.

Таким образом, раднометрические анализы можно выполнять с любым радноактивным эталоном, испускающим стабильное излучение, которое фиксируется с достаточной степенью точности при выбранных условиях измерений.

XX. ПОГРЕШНОСТИ АНАЛИЗОВ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ В СВЯЗИ С ИХ РАДИОЛОГИЧЕСКИМИ ОСОБЕННОСТЯМИ

При анализе многокомпонентных проб основное необходимое условие заключается в том, чтобы количество независимых уравнений, которые можно составить по результатам измерений пробы в различных условиях, было равно количеству измеряемых компонентов.

Вместе с тем, как было показано выше, при специально выбранных условиях измерений один компонент в многокомпонентной пробе может быть определен по двум, а два по трем измерениям. Если условия измерений не обеспечивают точного выполнения необходимых предпосылок для таких определений, в результаты анализов вносятся погрешности. Однако в ряде случаев эти погрешности настолько незначительны, что ими рациональнее пренебречь, чтобы не производить дополнительных измерений пробы, которые иногда могут привести не к уменьшению, а наоборот, к увеличению погрешностей. Кроме того, проведение дополнительных измерений усложняет аппаратуру, процесс измерений и формулы для расчетов результатов анализа и тем самым снижает производительность работ.

В связи с этим при выборе рационального комплекса измерений многокомпонентных проб следует предварительно оценить возможные погрешности анализов, обусловленные радиологическими особенностями проб.

§ 12. Погрешности анализа на уран

При расчете урана по формуле (3. 75) в результаты анализа могут вноситься погрешности, обусловленные влиянием тория, калия, нарушением радиоактивного равновесия между радоном и ураном и между радоном и RaE (группой RaD). Первые три погрешности возникают, когда коэффициент в формуле (3. 75) отличается от отношения эталонных эквивалентов тория, калия и радона соответственно. Ошибка в связи с влиянием RaE возможна в случае, когда коэффициенты равновесия между радоном и RaE в пробах и эталоне различаются, а влиянием бета-излучения RaE пренебречь нельзя. Эталонный эквивалент v группы радия D при этом равен:

$$v=1-(a+b).$$

Абсолютную величину указанных погрешностей оценивают по следующим формулам:

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm Th} = \frac{l - l_{\rm Th}}{l - 1} c_1 Q_{\rm Th}^{\rm n}, \qquad (3.92)$$

$$\Delta \tilde{Q}_{U}^{K} = \frac{l - l_{K}}{l - 1} d_{1} \tilde{Q}_{K}^{\pi}, \qquad (3.93)$$

115

$$\Delta Q_{U}^{Rn} = \frac{l - l_{Rn}}{l - 1} \left(\frac{\frac{k_{Rn}^{Rn}}{k_{3}^{Rn}} - 1}{k_{3}^{Rn}} - 1 \right) b_{1} Q_{U}^{n}, \qquad (3.94)$$

$$\Delta Q_{\mathrm{U}}^{\mathrm{RaE}} = \frac{l}{l-1} \left(\frac{k_{\mathrm{n}}^{\mathrm{RaE}}}{k_{\mathrm{s}}^{\mathrm{RaE}}} - \frac{k_{\mathrm{n}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathrm{s}}^{\mathrm{Rn}}} \right) v_{1} Q_{\mathrm{U}}^{\mathrm{n}}, \qquad (3.95)$$

где ΔQ_{U}^{Th} , ΔQ_{U}^{K} , ΔQ_{U}^{Rn} , $\Delta Q_{U}^{\text{RaE}}$ — абсолютные ошибки анализа на уран, обусловленные соответственно влиянием тория, калия нарушением равновесия между радоном и ураном и неопределенным содержанием RaE в пробе; *l* — коэффициент, принятый в формуле (3. 75); *l*_{Th}, *l*_K, *l*_{Rn} — отношения эталонных эквивалентов тория, калия и радона в данных - условиях измерений; k_n^{Rn} , k_3^{Rn} , k_n^{RaE} , k_3^{RaE} — коэффициенты равновесия между радоном и ураном и RaE и ураном в пробе и эталоне.

Если радий, радон и RaE в естественных условиях залегания находятся в равновесии, а затем равновесие с радоном нарушается вследствие эманирования пробы после ее дробления, погрешность анализа, обусловленная эманированием пробы, оценивается по формуле

$$\Delta Q_{U}^{\alpha} = \frac{l}{l-1} \left(\frac{\alpha_{\mu} - \alpha_{\mu}}{1 - \alpha_{\mu}} \right) \frac{k_{\mu}^{Ra}}{k_{\mu}^{Ra}} v_{1} Q_{U}, \qquad (3.96)$$

где α_n, α_3 — коэффициенты эманирования пробы и эталона в отн. ед.; k_n^{Ra} , k_3^{Ra} — коэффициенты равновесия радия с ураном в пробе и эталоне.

Из формул (3. 92)—(3. 94) следует, что при $l = l_{Rn} = l_{Th} = i_{\kappa}$ полностью исключаются погрешности анализа на уран, обусловленные излучением тория, калия и нарушением равновесия между радоном и ураном.

При $\alpha_n = \alpha_3$ или v = 0 исключаются погрешности, связанные с неопределенным содержанием RaE в пробе [формула (3. 96)].

Если $1 < l < l_{Rn}$, то при избытке радона $\left(\frac{k_n^{Rn}}{k_s^{Rn}} > 1\right)$ резуль-

таты определения урана занижаются, а при недостатке — завышаются. Когда 1 < l > l_{Rn}, погрешности анализа меняют знак.

При 1 $< l > l_{Th}$ и 1 $< l > l_{K}$ погрешности, обусловленные влиянием тория и калия, завышают результаты анализов пропорционально содержанию этих элементов в пробе. При 1 < l < $< l_{Th}$ и 1 $< l < l_{K}$ содержание урана в пробе занижается. При $\alpha_n > \alpha_3$ и $v \neq 0$ радий Е завышает результат анализа, а при $\alpha_n < \alpha_3 - занижает.$

В формуле (3. 92) не учтено возможное нарушение равновесия в ториевом ряду, так как (при измерении пробы по общему бетаи гамма-излучению) оно не сопровождается существенным изменением величины $i_{\rm Tb}$ и поэтому не вносит значительной погрешности в результат определения урана. Это обусловлено тем, что соотношение между бета- и гамма-излучениями ториевой пробы почти не зависит от коэффициента равновесия.

В случае когда урано-радиевую пробу анализируют по суммарному бета-гамма- и гамма-излучению в слоях, насыщенных для бета-лучей и практически тонких для гамма-лучей, или если при бета-измерениях поправка на гамма-излучение, поглощенное в фильтре, не вводится, различие в навесках пробы и эталона приводит к дополнительной погрешности определения урана, возникающей в связи с различным характером зависимости бета-икающей в связи с различным характером зависимости бета-икающей в связи с различным когда эталонные эквиваленты погрешности ΔQ_U^{V} при условии, когда эталонные эквиваленты рассчитаны для одинаковых с эталоном навесок, определяется из выражения

$$\Delta Q_{\mathrm{U}}^{\gamma} = \frac{!}{l-1} \left(\frac{P_{\mathrm{n}}}{P_{\mathrm{s}}} - 1 \right) \frac{k_{\mathrm{n}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathrm{s}}^{\mathrm{Rn}}} J Q_{\mathrm{U}}^{\mathrm{n}}, \qquad (3.97)$$

где P_n , P_3 — вес пробы и эталона; j — доля гамма-излучения эталона от его суммарного бета-гамма-излучения, регистрируемого прибором.

При измерениях суммарного бета-гамма-излучения

$$j=\frac{I_{\gamma}^{\mathfrak{s}}}{I_{\beta\gamma}^{\mathfrak{s}}},$$

а при измерениях бета-излучения без поправки на гамма-излучение, поглощенное в фильтре,

$$j = \frac{0.1I_{\gamma}^{\mathfrak{s}}}{I_{\beta\gamma}^{\mathfrak{s}} - 0.9I_{\gamma}^{\mathfrak{s}}}$$

Из формулы (3. 97) следует, что если вес пробы меньше веса эталона, содержание урана занижается, а при обратном соотношении весов — завышается, причем погрешность анализа по этой причине возрастает с увеличением коэффициента равновесия между радоном и ураном в пробе. При одинаковых навесках проб и эталона погрешность анализа исключается полностью.

§ 13. Погрешности анализа на радон

Если коэффициент *l* в формуле (3. 75) отличается от отношения урановых эталонных эквивалентов $l_U = \frac{a_2}{a_1}$, абсолютную погрешность анализа на радон ΔQ_{Rn}^U , обусловленную нарушением равновесия между радоном и ураном в пробе, оценивают по выражению

$$\Delta Q_{\rm Rn}^{\rm U} = \frac{l - l_{\rm U}}{l - 1} \left(\frac{k_{\rm s}^{\rm Rn}}{k_{\rm n}^{\rm Rn}} - 1 \right) a_1 Q_{\rm Rn}.$$
(3. 98)

Поскольку $Q_{Rn} = Q_U \frac{k_n^{Rn}}{k_3^{Rn}}$, эту погрешность можно опреде.

лить также по формуле

$$\Delta Q_{Rn}^{U} = \frac{l - l_{U}}{l - 1} \left(\frac{1 - \frac{k_{n}^{Ru}}{k_{s}^{Rn}}}{k_{s}^{Rn}} \right) \tilde{u}_{1} Q_{U}.$$
(3.99)

В частности, при определении радона на основании измерения бета-гамма-излучения проб гамма-эквивалент урановой группы a_{γ} в связи с его малой величиной (0,02—0,05) обычно принимают равным нулю. При этом условии $l = \frac{a_{\gamma}}{a_1} = 0$, и радон, как это следует из формулы (3.75), определяют по одному гамма-излучению:

$$Q_{\rm Rn} = A_1 + \frac{1}{0-1} (A_1 - A_{\gamma}) = A_{\gamma},$$
 (3. 100)

где A_{γ} — результат гамма-измерений пробы в % урана.

Возникающая в связи с этим погрешность (при l = 0, $l_U = \frac{a_V}{a_1}$) на основании выражений (3. 98) и (3. 99) составляет

$$\Delta Q_{\mathrm{Rn}}^{\mathrm{U}} = \left(\frac{k_{\mathfrak{s}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathrm{n}}^{\mathrm{Rn}}} - 1\right) a_{\gamma} Q_{\mathrm{Rn}}, \qquad (3.101)$$

$$\Delta Q_{\mathrm{Rn}}^{\mathrm{U}} = \left(1 - \frac{k_{\mathrm{Rn}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathrm{s}}^{\mathrm{Rn}}}\right) a_{\mathrm{y}} Q_{\mathrm{U}}.$$
 (3. 102)

Из формулы (3. 102) следует, что при $\frac{k_a^{\text{Rn}}}{k_s^{\text{Rn}}} > 1$ результат анализа пробы на радон оказывается заниженным. Максимальное занижение, равное $a_{\gamma}Q_{\text{Rn}}$, на основании формулы (3. 101), имеет место при отсутствии в пробе урана, так как в этом случае $\frac{k_s^{\text{Rn}}}{k_n^{\text{Rn}}} = k_n^{\text{Rn}}$

= 0. При $\frac{k_{\pi}^{\text{Rn}}}{k_{3}^{\text{Rn}}} < 1$ содержание радона в пробе завышается, причем максимальное завышение, равное $a_{\gamma}Q_{U}$, возникает при отсутствии в пробе радона, поскольку прп этом $\frac{k_{\pi}^{\text{Rn}}}{k_{3}^{\text{Rn}}} = 0.$

Отсюда ясно, что если $a_{\gamma} \leq 0,02 \div 0,05$, учитывать влияние гамма-излучения элементов группы урана следует только при анализах проб, у которых отмечается резкий сдвиг равновесия в сторону недостатка радона ($k_{\pi}^{Rn} \leq 0,3 \div 0,4$).

Погрешности расчета содержания радона по формуле (3. 75), обусловленные влиянием излучения тория и калия, определяются выражениями (3. 92) и (3. 93). При вычислении концентрации радона по формуле (3. 100) торий и калий завышают содержание радона на величину, равную произведениям содержаний этих элементов в пробе на соответствующие эталонные гамма-эквиваленты $c_{y}\hat{Q}_{Th}$.

§ 14. Погрешности анализов на торий и калий

Величина абсолютных ошибок при определении тория и калия по формулам (3. 77) и (3. 78) в связи с неустраненным влиянием групп радиоактивных элементов, мешающих анализу, оценивают из следующих выражений:

$$\Delta Q_{\rm Th}^{\rm Rn} = \frac{b_1 - b_2}{c_1 - c_2} \left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U}, \qquad (3.103)$$

$$\Delta Q_{\rm Th}^{\rm K} = \frac{d_1 - d_2}{c_1 - c_2} Q_{\rm K}, \qquad (3.104)$$

$$\Delta Q_{\rm K}^{\rm Rn} = \frac{b_1 - b_2}{d_1 - d_2} \cdot \left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1\right) Q_{\rm U}, \qquad (3.\ 105)$$

$$\Delta Q_{\rm K}^{\rm Th} = \frac{c_1 - c_2}{d_1 - d_2} Q_{\rm Th}, \qquad (3. 106)$$

где $\Delta Q_{\rm Th}^{\rm Rn}$, $\Delta Q_{\rm K}^{\rm Rn}$ — абсолютные погрешности анализа соответственно на торий и калий, обусловленные нарушением в пробах равновесия между радоном и ураном; $\Delta Q_{\rm Th}^{\rm K}$ — абсолютная погрешность анализа на торий, обусловленная влиянием калия; $\Delta Q_{\rm K}^{\rm Th}$ — абсолютная погрешность анализа на калий, обусловленная влиянием тория.

Из формул (3. 103) и (3. 105) видно, что при $\frac{k_n^{\text{Rn}}}{k_s^{\text{Rn}}} < 1$, $b_1 > b_2$, $c_1 > c_2$, $d_1 > d_2$ результаты анализов на торий и калий занижаются, а при $\frac{k_n^{\text{Rn}}}{k_s^{\text{Rn}}} > 1$ — завышаются.

Формулы (3. 104) и (3. 106) показывают, что если $d_1 > d_2$, а $c_1 > c_2$, результат анализа на торий завышается вследствие влияния калия, а результат анализа на калий завышается из-за влияния тория. При измерениях проб с равновесным урановым эталоном и расчетах по формуле (3. 77) абсолютная погрешность анализа на калий, обусловленная нарушением равновесия между ураном, радоном и RaE (при равновесии между RaE и радием), оценивают по выражению

$$\Delta Q_{\mathbf{K}}^{\mathrm{Rn, RaE}} = \frac{\hat{\mathcal{Q}}_{\mathbf{U}}}{d_{1} - d_{2}} \left[(a_{1} - a_{2}) \left(1 - k_{n}^{\mathrm{Rn}} \right) + (v_{1} - v_{2}) \left(k_{n}^{\mathrm{Ra}} - k_{n}^{\mathrm{Rn}} \right) \right].$$
(3. 107)

Формула абсолютной погрешности анализа на торий, возни. кающей по тем же причинам, имеет аналогичный вид, только в знаменатель вместо $d_1 - d_2$ подставляют разность $c_1 - c_2$.

ГЛАВА 7

МЕТОДИКА И ТЕХНИКА РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ ГОРНЫХ ПОРОД И РУД

ХХІ. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

При радиометрических анализах большое значение имеет правильный выбор эталонов. Чтобы исключить влияние вещественного состава и плотности проб на результаты анализа, применяют эталоны, близкие к пробам по вещественному составу, в соответствии с требованиями, предъявляемыми к эталонам при бетаи гамма-измерениях.

При бета-измерениях толстостенными счетчиками типа МС, а также при гамма-измерениях можно применять урано-радиевые эталоны, эманирующие до 30%. Поскольку элементы группы RaD практически не испускают гамма-излучения, а бета-излучение RaE почти полностью поглощается катодом счетчиков MC, эманирование в данном случае эквивалентно нарушению равновесия между ураном и радоном.

Эталоны время от времени сравнивают по интенсивности излучения с соответствующими дубликатами. Поскольку дубликат обычно хранят в стеклянных банках с притертыми пробками, за двое-трое суток перед контрольными измерениями дубликат следует деэманировать путем нескольких пересыпок и оставшееся время хранить в таких же условиях, как рабочий эталон. Крупность зерна эталонов должна составлять 150—200 меш. В паспорте указываются содержание урана, радия, тория, калия в эталоне и коэффициент эманирования, а также погрешности их определения и, кроме того, содержание основных химических элементов. Применять эталоны без паспортов не рекомендуется.

Содержание тория в эталоне урана—радия должно быть не более 1% от количества урана, а содержание кадия не более 1—2% (по абсолютной величине) на 0,1% урана. Содержание урана в эталоне должно обеспечивать необходимую точность его измерений; с другой стороям, не должно быть просчетоз импульсоз.

Для определения эталонных эквивалентов урава, радова, тория и калия, кроме урано-радневого эталова, требуются эталов окися—закися урана с установнашимся разновеснем межлу ураном и UX, незманирующий торневый эталов в разновесии с продуктами распада и соль калия. Урано-радиевый эталон готовят из урановой руды, следующие два эталона — из концентратов путем их разубоживания нерадиоактивной породой, близкой по вещественному составу с материалом урано-радиевого эталона. Объемный вес соли калия должен быть близок к объемному весу эталонов. Относительная погрешность определения содержания урана, тория и калия в соответствующих эталонах может составлять не более 1—2%. Содержание примесей посторонних радиоактивных элементов в эталоне окиси—закиси урана и соли калия не допускается.

В ториевом эталоне всегда содержится некоторое количество урана, поэтому при расчете эталонных эквивалентов тория необходимо вводить поправку на излучение урана. Однако и при этом условни содержание примесей урана в ториевом эталоне не может превышать 3—5% содержания тория. Чтобы не вводить поправки на калий, его содержание в ториевом эталоне должно быть не больше 0,3—0,5% на 0,1% тория.

Пробы для комбинированных анализов должны быть измельчены примерно до размера 100 меш.

При правильном определении коэффициентов в расчетных формулах, но неточном определении содержания урана в уранорадиевом эталоне радиометрические анализы на уран, радон, торий и калий будут содержать относительную ошибку, равную (независимо от радиологических особенностей проб) относительной ошибке определения урана в урано-радиевом эталоне.

При учете всех радиологических особенностей проб, выборе на основании этого соответствующих условий измерений и надежном определении коэффициентов в соответствующих формулах все погрешности анализа, за исключением статистической ошибки измерений, практически полностью исключаются.

ХХИ. АНАЛИЗ ЧЕТЫРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ

К четырехкомпонентным относятся пробы с кларковыми и близкими к ним концентрациями радиоактивных элементов. В таких пробах излучение калия соизмеримо с излучением элементов уранового и ториевого ряда; возможно нарушение равновесия в ряду урана.

В четырехкомпонентных пробах определяют содержание урана, радона, тория и калия. Для их анализа применяют два метода. Первый основан на сочетании двух измерений суммарного бетагамма-излучения в промежуточном для бета-лучей слое (~0,3 *c/cm*²) при различной толщине фильтров и одного измерения общего гамма-излучения; кроме того, иногда производят измерение в одном из дифференциальных участков спектра — в области максимального выделения гамма-излучения тория (0,22—0,26, 0,8— 1,0, 1,80—2,62 *Мэв*). Второй метод анализа основан на спектрометрических гамма-измерениях в четырех энергетических интервалах (или в трех энергетических интервалах в сочетании с из. мерением общего бета-излучения сцинтилляционным бета-счегчиком).

Анализ проб первым методом осуществляется двумя вариантами установок:

для исследования пород с-кларковыми и близкими к ним концентрациями радиоактивных элементов;

для исследования проб в широком диапазоне активностей от пород с бедной урано-ториевой минерализацией до богатых радиоактивных руд.

§ 15. Определение урана, радона, тория и калия по суммарному бета-гамма- и гамма-излучению¹

Анализ пород на уран, радон, торий и калий по суммарному бета-гамма- и гамма-излучению выполняется с использованием установки, включающей бета-датчик и сцинтилляционный гаммадатчик (рис. 17). Бета-датчик собран из шести рядов газоразрядных счетчиков: верхний ряд состоит из 8 счетчиков СТС-6, а каж-



Рис. 17. Блок-схема установки для раднометрического анализа пород (без дискриминатора).

 1-блок питания ВС-22; 2, 3, 4-пересчетные приборы (Б-2 или Б-3);
 5, 6 — блоки БГС; 7 — кристалл NaJ (Tl); 8 — ФЭУ-13; 9 — предусилитель; 10-ряд из 8 счетчиков СТС-6; 11-пять рядов по 7 счетчиков МС-8; 12 — экран; 13 — стакан с пробой; 14 — экран.

дый следующий — из 7 счетчиков МС-6 (или из 8 счетчиков СТС-6 с фильтром толщиной 0,2 *г/см*²). Кассеты с рядами счетчиков могут быть сняты и снова вставлены в общий держатель. Для устранения электромагнитных наводок верхняя кассета со счетчиками СТС-6 со стороны контактов с положительным потенциалом экранирована от остальных рядов счетчиков алюминиевой пластинкой.

¹ Методы анализа четырех-, трех- и двухкомпонентных проб по суммарному бета-гамма-излучению в промежуточных слоях и гамма-излучению разработаны и. П. Шумилиным при участии М. Д. Михайловского в 1956—1962 гг.

Сцинтилляционный гамма-датчик состоит из кристалла NaJ (Tl), диаметром 80 *мм* и высотой 60 *мм* и фотоэлектронного умножителя ФЭУ-13; высокое напряжение на фотоумножитель подается от высоковольтного стабилизатора BC-22.

Бета-датчик помещен в прямоугольный, а гамма-датчик в цилиндрический экран из свинца толщиной 4—5 см. Верхнюю кассету со счетчиками СТС-6 бета-датчика подключают к одному счетному устройству, остальные пять рядов счетчиков ко второму, а сцинтилляционный гамма-датчик — к третьему.



Рис. 18. Блок-схема установки для радиометрического анализа пород (с дискриминатором).

1, 2 — стабилизаторы напряжения СНЭ-1; 3 — блок питания ВС-22; 4, 5, 7, 8 — пересчетные приборы; 6, 9 — одноканальный дискриминатор «Орбита»; 10—11 — два блока БГС; 12 — кристалл NaJ (Tl); 13 — ФЭУ-13; 14 — предусилитель общего счета; 15 — предусилитель канала дискриминации; 16 — ряд из 8 счетчиков СТС-6; 17 — пять рядов по 7 счетчиков МС-6; 18 — экран; 19 — стакан с пробой; 20 — экран.

Для регистрации скорости счета могут быть использованы любые пересчетные приборы (например, типа Б-2, Б-3, ПС-100 и т. д.). Питание аппаратуры осуществляется от сети переменного тока через феррорезонансный стабилизатор напряжения типа СНЭ-220-0,73.

В комплект установки можно включить также любой одноканальный спектрометр для выделения гамма-излучения тория в одном из дифференциальных участков спектра (рис. 18)¹. В этом случае для регистрации скорости счета требуется четвертый пересчетный прибор, а обычные кристалл и фотоумножитель следует заменить спектрометрическими.

¹ Вариант метода четырехкомпонентного анализа с использованием гаммаспектрометрического канала разработан Шумилиным И.П., Калякиным Н. И., Михайловским М. Ю.

я принципе все четыре измерения пробы могут выполняться с использованием одного пересчетного прибора путем последовательных его подключений к соответствующим датчикам; однако в этом случае производительность работ уменьшается по крайней мере в четыре раза.

Для бета-измерений материал одной и той же пробы насыпают в несколько прямоугольных кювет размером 16×15×0,3 см и помещают между рядами газоразрядных счетчиков. Дно кювет изготовлено из тонкого материала (типа рентгеновской пленки), минимально поглощающего бета-лучи, а бортики во избежание деформации цельнометаллические.

Для измерений сцинтилляционным счетчиком пробу насыпают в фигурный стакан, который надевают на кристалл. Чтобы исключить просчеты, измерения на установке выполняют с уранорадиевым эталоном, разубоженным неактивной породой до концентрации 0,010—0,015% урана.

4. Подготовка установки к работе

Сначала подбирают газоразрядные счетчики, обладающие сходными счетными характеристиками по началу счета и ширине плато. После этого определяют счетные характеристики группы из восьми счетчиков СТС-6 и групп из пяти рядов по семи счетчиков MC-6 при нагрузке 2000—3000 имп/мин, меняя напряжение через 10 в для счетчиков СТС-6 и через 50 в для счетчиков МС-6; отсчет продолжается 2—4 мин. Снятие счетной характеристики заканчивается сразу после установления конца плато.

Характеристика группы счетчиков СТС-6 считается удовлетворительной, если ширина плато составляет 50 в при наклоне 4-6% на 100 в. Для группы из пяти рядов счетчиков МС-6 ширина плато должна быть не менее 200 в, а наклон не более 3-4% на 100 в. Ширина плато и его наклон вычисляются по формулам (2. 1) и (2. 2). Рабочее напряжение для кассеты со счетчиками GTC-6 выбирают на 20-30 в, а для счетчиков МС-6 на 100 в выше напряжения начала плато.

Когда счетчики подобраны, проверяют отсутствие электромагнитных наводок между верхним рядом счетчиков СТС-6 и пятью нижними рядами. С этой целью обенми группами счетчиков одновремению измеряется активность, при которой скорость счета составляет около 3000 имп/мин, и затем со счетчиков МС снимают высокое напряжение. Если наводок нет, то скорость счета трубками СТС-6 при этом не изменяется, тогда как трубки МС импульсов не считают.

При обнаружении наводок проверяют качество заземления и экранирования кассеты со счетчиками СТС-6 от счетчиков МС-6. После этого определяют воспроизводимость результатов измерений при выбранном режиме напряжения, для чего препарат, дающий 2000—3000 имп/мин, измеряют 10—15 раз по 2 мин и рассчитывают фактические стандартные отклонения по формулам (2. 5)—(2. 8) с допустимыми статистическими отклонениями.

Перед началом работ следует также убедиться, что у всех кювет дно одинаковой толщины; для этого с помощью счетчиков СТС-6 измеряют одну и ту же пробу соли калия во всех кюветах, помещая их над счетчиками. Затем проверяют идентичность фисурных стаканов по результатам гамма-измерений сцинтилляционным счетчиком одной и той же пробы.

5. Подготовка эталонов и проб для измерений

Пробу насыпают одинаковыми навесками в 6—7 кювет по 70—100 г или в 4 кюветы по 50—70 г в каждую в зависимости от количества имеющегося материала; в последнем случае нижний ряд счетчиков МС-6 отключают. Урано-радиевый эталон насыпают в кюветы точно такими же навесками, как и пробу. Материал пробы и эталона в кюветах тщательно разравнивают при помощи специальной пластинки. При этом добиваются различного уплотнения материала пробы в кюветах, чтобы линейная толщина слоя пробы и эталона была примерно одинаковой. Как показывает опыт, при этом различие объемных весов проб в 1,5 раза приведет к изменению линейной толщины слоя не более чем на 0,5 мм, что внесет в результаты измерений несущественную относительную ошибку — менее 0,5—1%.

Другую пробу одновременно насыпают в фигурный стакан для замеров гамма-активности. Следует подчеркнуть необходимость соблюдения в этом случае идентичности геометрических условий измерений при возможном различии навесок на 10—15%.

Таким образом, подготовляют две пробы: одну — в цилиндрическом стакане, другую — в нескольких кюветах. Измерения этих проб выполняют одновременно. После замеров пробы меняют местами — пересыпают из стакана в кюветы, а из кювет в стакан и снова измеряют.

6. Порядок измерений

Сначала одновременно по всем каналам измеряют естественный фон. Чтобы исключить влияние излучения, вызванного примесями радиоактивных элементов в стенках счетчиков и в экранах датчиков, при измерениях фона между рядами счетчиков помещают нерадиоактивные пластины, а на кристалл надевают нерадиоактивный фильтр.

Естественный фон определяют два раза в день: в середине, а также в начале или конце рабочего дня; продолжительность измерений 25—30 мин. Если вариации фона не выходят за пределы статистических ошибок измерений, для расчетов пользуются средними арифметическими значениями фона для данного дня измерений. Скорость счета от урано-радиевого эталона измеряют в начале эксплуатации установки и при замене счетчиков два-три раза в смену по 25—30 мин. Через 3—4 суток по результатам ежедневных измерений определяют среднее арифметическое значение скорости счета от эталона. При стабильной работе установки отклонения результатов единичных измерений от среднего значения должны лежать в пределах статистических ошибок.

В дальнейшем измерения эталона производят только для контроля за постоянством чувствительности установки. Периодичность этих измерений в зависимости от стабильности работы установки можно сократить до 1—2 раз в неделю.

Когда пробы измеряют в 7 кюветах, первую из них помещают над верхним рядом, состоящим из счетчиков СТС-6, последнюю под пятым рядом счетчиков МС-6, а остальные — между рядами счетчиков. При измерении проб в 6 кюветах верхнюю кювету убирают, в 5 кюветах — убирают нижнюю, в 4 кюветах — еще одну нижнюю и одновременно один или два нижних ряда счетчиков МС-6. Счетчиками СТС-6 в течение 25—30 мин измеряют суммарное бета-гамма-излучение, а все счетчики МС-6 — жесткое бета- и общее гамма-излучение. Поправку на гамма-излучение пробы, зафиксированное счетчиками, не вводят. Одновременно сцинтиляционным счетчиком измеряют общее гамма-излучение другой пробы в фигурном стакане; при наличии одноканального спектрометра, кроме того, проводят измерения тем же счетчиком в дифференциальном режиме в одном из следующих интервалов энергий: 0,22—0,26, 0,8—1,0, 1,80—2,62 Мэв.

После этого начинают измерение следующих двух проб. За время их измерений первые две пробы пересыпают из фигурного стакана в кюветы, а из кювет — в стакан и снова измеряют.

Для уменьшения аппаратурных ошибок и исключения возможных промахов каждую пробу желательно измерять дважды на разных установках. С целью контроля за уровнем случайных и систематических ошибок измерений следует иметь две-три естественные пробы пород с известными кларковыми (или близкими к ним) концентрациями радиоактивных элементов; одну из этих проб необходимо измерять ежедневно или через день наряду с текущими пробами. Способы обработки результатов указанного контроля изложены в части 7 настоящей работы.

Чтобы определить коэффициенты в расчетных формулах, в течение двух-трех дней измеряют эталоны урана—радия, окиси вакиси урана, тория и калия, содержащие соответственно 0,01— 0,015% U, 0,02—0,03% U, ~0,06Th и 30—50% K. По результатам измерений рассчитывают средние значения эталонных эквивалентов, составляют уравнения и определяют расчетные формулы. Относительная погрешность определения эталонных эквивалентов не должна превышать 1—2%. Для примера ниже приведен расчет эталонных эквивалентов по общему гамма-излучению, измеренному сцинтилляционным гамма-счетчиком, для урано-радиевого эталона с коэффициентом равновесия между радоном и ураном, равным 87% (табл. 3. 10).

На основании табл. 3. 10 и формул (3. 58), (3. 59), (3. 61) и (3. 62) эталонные эквиваленты урана, радона, калия и тория по общему гамма-излучению составляют

$$a = \frac{360}{6000} \frac{0.01}{0.03} = 0.02,$$

$$b = 1 - 0.02 = 0.98,$$

$$d = \frac{3260}{6000} \frac{420}{380} \frac{0.01}{52.5} = 1.15 \cdot 10^{-4},$$

$$c = \frac{\frac{15300 \cdot 420}{6000 \cdot 400} - 0.003}{0.06} = 0.4.$$

Таблица 3.10

Результаты измерений эталонов

	Эталоны				
Показатели	урано- радиевый	окиси — за- киси урана	тория	калия	
Вес, г Содержание, % .	420 0,01	420 0,03	400 0,060Th	380 52,5	
Скорость счета, имп/мин	6000	360	15 300	3260	

Аналогично рассчитывают эталонные эквиваленты этих элементов по суммарному бета-гамма-излучению, измеряемому газоразрядными счетчиками, а также по гамма-излучению в дифференциальном участке спектра. После этого составляют систему уравнений для вывода расчетных формул анализа.

В частности, при измерениях суммарного бета-гамма-излучения пробы весом 420 г в 6 кюветах с применением одного ряда счетчиков СТС-6 и пяти рядов счетчиков МС-6, а также ее общего гамма-излучения в фигурном стакане с применением сцинтилляционного счетчика и на участке спектра 0,22—0,26 Мэв система уравнений имеет следующий вид:

$$A_{\rm CTC} = 0,48Q_{\rm U} + 0,52Q_{\rm Rn} + 0,206Q_{\rm Th} + 6,40 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K},$$

$$A_{\rm MC} = 0,47Q_{\rm U} + 0,53Q_{\rm Rn} + 0,21Q_{\rm Th} + 2,60 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K}, \quad (3.\ 108)$$

$$A_{\gamma} = 0,02Q_{\rm U} + 0,98Q_{\rm Rn} + 0,40Q_{\rm Th} + 1,15 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K},$$

$$A_{0,24} = 0,02Q_{\rm U} + 0,98Q_{\rm Rn} + 0,63Q_{\rm Th} + 0,70 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K}.$$

Эталонные эквиваленты урана, радона и тория в первом и втором уравнениях системы (3. 108) почти одинаковы; благодаря этому содержание калия можно определить из этих двух уравнений по формуле

$$Q_{\rm K} = 0,262 \cdot 10^4 \, (A_{\rm CTC} - A_{\rm MC}).$$
 (3. 109)

Отношения эталонных эквивалентов радона и тория в первых трех уравнениях системы (3. 108) близки между собой, поэтому содержание урана можно рассчитать из трех уравнений. При этих условиях соответствующую формулу анализа рационально выводить в следующей последовательности: сначала в выражение (3. 75) вместо *l* подставить отношение значений ториевых эталонных эквивалентов в третьем и втором уравнениях $i_{\rm Th} = \frac{0.40}{0.21} = 1.9$:

$$Q_{\rm U} = A_{\rm MC} + 1,11 \ (A_{\rm MC} - A_{\rm y}).$$
 (3. 110)

При использовании формулы (3. 110) из результатов расчета исключаются влияние тория и в значительной мере влияние нарушения равновесия между радоном и ураном, так как отношения эталонных эквивалентов радона и тория почти полностью совпадают ($l_{\text{Rn}} = \frac{0.98}{0.53} = 1.85$).

При этом калий $\left(l_{K} = \frac{1,15}{2,60} = 0,44\right)$ согласно формулам (3. 93) и (3. 109) вносит в результат анализа погрешность

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = 1,11 \, (A_{\rm CTC} - A_{\rm MC}). \tag{3.111}$$

Вычитая указанную погрешность из выражения (3. 110), можно получить формулу для определения урана, в которой учитывается влияние тория, калия и нарушения равновесия между радоном и ураном:

$$Q_{\rm U} = 3,22A_{\rm MC} - 1,11A_{\rm y} - 1,11A_{\rm CTC} \qquad (3.\ 112)$$

В пробах коренных неизмененных горных пород с кларковыми и близкими к ним концентрациями радноактивных элементов вариации коэффициента равновесия между радоном и ураном обычно незначительны. В этом случае принимают $Q_U = 0,02Q_U +$ + 0,98 Q_{Rn} , затем на основании формул (3. 112) и (3. 109) вместо Q_U и \hat{Q}_K подставляют соответствующие им значения в третье уравнение системы (3. 108) и таким образом на основании тех же трех уравнений, составленных по результатам измерений общего излучения пробы, рассчитывают содержание тория:

$$Q_{\rm Th} = \frac{A_{\rm y} - Q_{\rm U} - 1.15 \cdot 10^{-4}}{0.4} = 5.27 A_{\rm y} + 2.03 A_{\rm CTC} - 7.3 A_{\rm MC}.$$
 (3. 113)

Для определения тория в четырехкомпонентных пробах со значительными нарушениями равновесия между радоном и ураном используют четвертое уравнение системы (3. 108). В этом случае вывод формулы для определения тория осуществляется путем вычитания третьего уравнения системы (3. 108) из четвертого; вместо $Q_{\rm K}$ подставляют его значение, найденное из выражения (3. 109):

$$Q_{\rm Th} = \frac{A_{0.240} - A_{\gamma} + 0.45 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}}{0.23} = 4.35 (A_{0.240} - A_{\gamma}) + 0.515 (A_{\rm CTC} - A_{\rm MC}). \qquad (3.114)$$

Формула для определения радона в четырехкомпонентных пробах с нарушенным равновесием между радоном и ураном образуется в результате подстановки в третье уравнение системы (3. 108) соответствующих значений $Q_{\rm K}$, $Q_{\rm U}$, $Q_{\rm Th}$ из выражений (3. 109), (3. 112) и (3. 114):

$$Q_{\rm Rn} = 2,83A_{\gamma} - 1,78A_{0,240} + 0,45A_{\rm MC} - 0,50A_{\rm CTC}.$$
 (3.115)

Если аппаратура при дифференциальных измерениях работает недостаточно стабильно, содержание радона также можно рассчитывать по формуле, не учитывающей гамма-излучения урановой группы:

$$Q_{\rm Rn} = A_{\gamma} - 0.4Q_{\rm Th} - 1.15 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K}.$$
 (3. 116)

Когда радон определяют по формуле (3. 116), при вариациях эталонных эквивалентов в дифференциальном участке спектра требуется пересчет коэффициентов только в выражении (3. 114).

При выводе расчетных формул предполагалось, что условия одновременного исключения влияния мешающих анализу элементов выполняются идеально. Фактически в связи с неполным устранением влияния мешающих анализу элементов содержание урана, радона, тория и калия вычисляют по приведенным выше формулам с некоторыми ошибками. На основании формул (3. 105) и (3. 106) при $c_1 = 0,206$, $c_2 = 0,210$, $d_1 = 6,4 \cdot 10^{-4}$, $d_2 = 2,6 \cdot 10^{-4}$, $b_1 = 0,52$, $b_2 = 0,53$ погрешности определения калия в результате влияния тория и различия коэффициентов равновесия между радоном и ураном в пробе и эталоне составляют

$$\Delta Q_{\rm K}^{\rm Th} = -7,9 \hat{Q}_{\rm Th}, \qquad (3.\ 117)$$

$$\Delta Q_{\rm K}^{\rm Rn} = -26, 4 \left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U}.$$
 (3. 118)

Если в пробе
$$\hat{Q}_{\text{Th}} = 3 \cdot 10^{-3}\%$$
, $Q_{\text{U}} = 1 \cdot 10^{-3}\%$, $\frac{k_{\pi}^{\text{Rn}}}{\frac{h_{\pi}^{\text{Rn}}}{h_{3}^{\text{Rn}}}} = 2$,

результат определения содержания калия из-за влияния тория и нарушения равновесия между радоном и ураном занижается по абсолютной величине соответственно на 0,024 и 0,026%. При $Q_{\rm U} = 1 \cdot 10^{-3}\%, \frac{\pi_{\rm n}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} = 0$ содержание калия завышается на 0,026% и погрешность, обусловленная влиянием тория, компенсируется. Когда содержание урана в пробе рассчитывают по формуле (3. 112),

погрешность в связи с нарушением равновесия между ураном и радоном согласно выражению (3. 94) (l = 1,90, $l_{R_n} = 1,85$, $b_1 = 0,53$) составляет

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm Rn} = 0,029 Q_{\rm U}^{\rm n} \left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right). \tag{3.119}$$

Как следует из выражения (3. 119), при изменении отношения $\frac{k_n^{Rn}}{k_s^{Rn}}$ от 0 до 2 относительная погрешность определения урана

не превышает 3%.

Если в формулу (3. 112) вместо отношения эталонных эквивалентов тория подставить отношение эталонных эквивалентов радона, влияние нарушения равновесия в ряду урана — радия будет полностью исключено, но возникает погрешность, обусловленная влиянием тория. Абсолютная величина этой погрешности на основании формулы (3. 92) (l = 1,85, $l_{\rm Th} = 1,90$, $c_1 = 0,21$) равна

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm Th} = -0.0124 Q_{\rm Th}. \tag{3.120}$$

При этих условиях содержание урана систематически занижается на величину, составляющую 1,2% содержания тория; поскольку же в пробах с кларковыми содержаниями радиоактивных элементов тория, как правило, в 3—4 раза больше, чем урана, результат определения этого элемента будет незначительно (на 3—5%), по систематически занижаться.

Пробы с резкими нарушениями равновесия между радоном и ураном $\left(\frac{k_{\pi}^{Rn}}{k_{s}^{Rn}} \ge 4-5\right)$ встречаются сравнительно редко, по-

этому результаты анализов проб с кларковыми содержаниями радиоактивных элементов в большинстве случаев следует рассчитывать по формуле (3. 112); при этом влияние тория полностью исключается. В принципе можно воспользоваться также средним значением отношений эталонных эквивалентов радона и тория. Например, в данном случае

$$l_{\rm cp} = \frac{l_{\rm Th} + l_{\rm Rn}}{2} = 1,875.$$

При таком коэффициенте погрешности, обусловленные влиянием тория н нарушением равновесия в ряду урана, не устраняются, но их абсолютная величина уменьшается в два раза. В частности, в рассматриваемом примеро влияние тория будет занижать содержание урана в пробе всего на 0,6% (по абсолютной величине) от содержания в ней тория, а вариации коэффициента равновесия между радоном и ураном от 0 до 2 внесут относительную погрешность, не превышающую 1,5%.

Если содержание тория определяется по формуле (3. 113), погрешность анализа при нарушении равновесия в ряду урана на основании выражения (3. 103) при $b_1 = 0.53$, $b_2 = 0.98$, $c_1 = 0.21$, $c_2 = 0.40$ составит

$$\Delta Q_{\rm Th}^{\rm Rn} = 2,36 \left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) \hat{Q}_{\rm U}. \tag{3.121}$$

При $Q_{\rm U} = 0,25Q_{\rm Th}$ и изменении коэффициента равновесия между радоном и ураном на 20% $\left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 = \pm 0,2\right)$ относитель-

ная погрешность определения тория лежит в пределах 10—12%. В связи с этим в пробах с резким нарушением равновесия в ряду урана содержание тория следует рассчитывать по формуле (3. 114), включающей результаты измерений гамма-излучения в дифференциальном участке спектра.

При расчете содержания радона по формуле (3. 116) погрешность анализа, обусловленная тем, что гамма-излучение элементов группы урана не учитывается, равна

$$\Delta Q_{\rm Rn}^{\,\rm U} = 0,02 \, (Q_{\rm U} - Q_{\rm Rn}). \tag{3. 122}$$

Если в пробе содержится уран без радия, расчетная концентрация радона составит 2% содержания урана. Если же проба содержит радон без урана, то результат определения содержания радона будет занижен относительно фактического его содержания на 2%.

Эталонные эквиваленты, а следовательно, и расчетные формулы, в которых использованы результаты измерений суммарного бетагамма- и гамма-излучения, зависят от толщины стенок счетчиков и толщины слоя пробы в кюветах (в c/cm^2), от коэффициента равновесия между радоном и ураном в эталоне, толщины фильтра на счетчиках, уровня дискриминации, а также от количества кювет. По этой причине фактические значения коэффициентов в расчетных формулах необходимо определять для каждой измерительной установки. Вместе с тем следует иметь в виду, что для эталонов с одинаковыми коэффициентами равновесия между радоном и ураном вариации эталонных эквивалентов для рассматриваемой установки не очень велики, поэтому расчетные формулы практически всегда можно выводить так же, как это сделано при решении системы уравнений (3. 108).

Для расчета содержания урана, радона, тория и калия в пробах по скоростям счета вычисляют активность пробы в единицах урано-радиевого эталона и подставляют значения активностей в соответствующие расчетные формулы.

Пример. Требуется рассчитать содержание радиоактивных элементов в пробе при измерениях ее с эталоном, содержащим 0,01% урана. Коэффициент равновесия между радоном и ураном в эталсне составляет 87%, вес эталона при гамма-измерениях равен 420 г. а пробы 400 г. Измерения суммарного бета-гамма-излучения проб осуществляют в шести кюветах; в таких же условиях измеряется эталсн; навески проб и эталонов одинаковы.

Результаты измерений пробы и эталона представлены в табл. 3. 11.

Таблица 3.11

			Скорость счета за вычетом фона, имп/мин				
Объект измерений		суммарного излучения, з ванкого газ счетч	бета-гамма- варегистриро- оразрядными чиками	гамма-излуч стрированно ционным	ения, зареги- го сцинтилля- счетчиком		
		СТС	мс	общего	в участке спектра 0,22—0,26 Мзв		
Эталон Проба		•	1000 482	4500 1320	6000 1580	550 170	

Результаты измерений пробы и эталона

По данным табл. 3. 10, активность пробы в единицах эталона составляет

$$A_{\rm CTC} = \frac{482}{1000} 0,01 = 4,82 \cdot 10^{-3} \%,$$

$$A_{\rm MC} = \frac{1320}{4500} 0,01 = 2,93 \cdot 10^{-3} \%,$$

$$A_{\gamma} = \frac{1580 \cdot 420}{6000 \cdot 400} 0,01 = 2,77 \cdot 10^{-3} \%,$$

$$A_{0,24} = \frac{170 \cdot 420}{550 \cdot 400} 0,01 = 3,24 \cdot 10^{-3} \%.$$

После подстановки значения A_{стс} и A_{мс} в формулу (3. 109) определим содержание калия:

$$Q_{\rm K} = 0.262 \cdot 10^4 \cdot 10^{-3} (4.82 - 2.93) = 4.95\%$$

Содержание урана можно определить путем подстановки значений $A_{\rm CTC}$, $A_{\rm MC}$ и $A_{\rm y}$ в уравнение (3. 112):

 $Q_{\rm U} = 10^{-3} (3,22 \cdot 2,93 - 1,11 \cdot 2,77 - 1,11 \cdot 4,82) = 1,0 \cdot 10^{-3} \%$

Если коэффициенты равновесия между радоном и ураном в пробе и эталоне одинаковы, содержание тория можно определить по формуле (3. 113):

 $Q_{\text{Th}} = 10^{-3} (5,27 \cdot 2,77 + 2,03 \cdot 4,82 - 7,3 \cdot 2,93) = 3,0 \cdot 10^{-3} \%.$

При неопределенном коэффициенте равновесия между радоном и ураном содержание тория следует рассчитывать по формуле (3. 114):

$$\begin{aligned} Q_{\mathsf{Th}} &= 4,35 \cdot 10^{-3} \left(3,24 - 2,77 \right) + 0,515 \cdot 10^{-3} \left(4,82 - 2,93 \right) = \\ &= 3,0 \cdot 10^{-3} \%. \end{aligned}$$

В тех пробах, где равновесие в ряду урана нарушено, радон определяют по выражению (3. 116):

$$Q_{\rm Rn} = 10^{-3} (2,77 - 0,4 \cdot 3 - 1,15 \cdot 0,495) = 1,0 \cdot 10^{-3} \%$$

Поскольку коэффициент равновесия между радоном и ураном в эталоне равен 87%, содержание радона в пробе (в единицах равновесного урана) составит

$$Q_{\rm hn} = 1,0.10^{-3} \cdot 0.87 = 0.87 \cdot 10^{-3} \%,$$

а коэффициент равновесия

$$k_{\pi}^{\mathrm{Rn}} = \frac{0.87 \cdot 10^{-3}}{1.0 \cdot 10^{-3}} 100 = 87\%.$$

В связи с тем, что в пробе и эталоне коэффициенты равновесия между радоном и ураном одинаковы, результаты расчета количества тория по формулам (3. 113) и (3. 114) совпадают.

Содержание урана и калия определяется по общему излучению без применения дискриминационных устройств, поэтому коэффициенты в формулах для расчета этих элементов вычисляют один раз и не контролируют до смены счетчиков.

Стабильность чувствительности при измерениях общего бетагамма-излучения дает возможность упростить расчеты, так как позволяет выразить результаты измерений проб при расчете содержания радиоактивных элементов по соответствующим формулам непосредственно в скоростях счета:

$$A_{MC} = \frac{I_{\pi}^{MC}}{I_{9}^{MC}} Q_{U}^{3},$$

$$A_{CTC} = \frac{I_{\pi}^{CTC}}{I_{5}^{CTC}} Q_{U}^{3},$$

$$A_{\gamma} = \frac{I_{\pi}^{\gamma}}{I_{9}^{\gamma}} \frac{P_{3}}{P_{\pi}} Q_{U}^{9},$$

$$A_{0,240} = \frac{I_{\pi}^{0,240}}{I_{9}^{0,240}} \frac{P_{9}}{P_{\pi}} Q_{U}^{3}.$$
(3. 123)

Например, при измерениях проб в 6 кюветах, используя данные табл. 3. 10, получаем

$$A_{\rm MC} = \frac{1}{4.5} \, 10^{-5} I_{\rm n}^{\rm MC},$$
$$A_{\rm CTC} = 1.0 \cdot 10^{-5} I_{\rm n}^{\rm CTC},$$
$$A_{\gamma} = \frac{1}{6} \, 10^{-5} \, \frac{P_3}{P_{\rm n}} \, I_{\rm n}^{\gamma},$$
$$\dot{A}_{0.240} = \frac{1}{5.5} \, 10^{-4} \, \frac{P_3}{P_{\rm n}} \, I_{\rm n}^{0.240}.$$

После подстановки соответствующих значений $A_{\rm CTC}$, $A_{\rm MC}$ и A_{γ} в формулы (3. 109), (3. 112) и (3. 113) они приобретают более удобный для расчета вид:

$$Q_{\rm K} = 0,0262 \left(I_{\rm m}^{\rm CTC} - 0,2222 I_{\rm m}^{\rm MC} \right),$$
 (3. 124)

$$Q_{\rm U} = 10^{-5} \left(0,715 I_{\rm n}^{\rm MC} - 0,185 I_{\rm n}^{\rm \gamma} \frac{P_{\rm s}}{P_{\rm n}} - 1,11 I_{\rm n}^{\rm CTC} \right), \quad (3.\ 125)$$

$$Q_{\rm Th} = 10^{-5} \left(0.083 I_{\pi}^{\gamma} \frac{P_{\vartheta}}{P_{\pi}} + 2.03 I_{\pi}^{\rm CTC} - 1.62 I_{\pi}^{\rm MC} \right). \quad (3. 126)$$

При неопределенном коэффициенте равновесия между радоном и ураном в формулы для расчета содержания тория и радона входят результаты измерений в дифференциальном участке спектра. Если установлено, что спектрометр работает так же стабильно, как установки, измеряющие общую скорость счета, то в уравнения (3.114) и (3.115) для определения содержания радона и тория также можно подставить скорости счета от пробы:

$$Q_{\rm Th} = 10^{-5} \left[(7,900I_{\rm n}^{0,240} - 0,725I_{\rm n}^{\gamma}) \frac{P_{\rm s}}{P_{\rm n}} + 0,515I_{\rm n}^{\rm CTC} - 0,114I_{\rm n}^{\rm MC} \right], \qquad (3.127)$$

$$Q_{\rm Rn} = 10^{-5} \left[(0,471I_{\rm n}^{\gamma} - 3,24I_{\rm n}^{0,240}) \frac{P_{\rm s}}{P_{\rm n}} + 0,1I_{\rm n}^{\rm MC} - 0,5I_{\rm n}^{\rm CTC} \right]. \qquad (3.128)$$

Для ускорения расчетов можно пользоваться номограммами, построенными на принципе выравнивания точек (см. раздел XXV). Расчеты по номограммам и формулам, содержащим величины скоростей счета, возможны только при идеально стабильной работе установки, когда ее чувствительность и эталонные эквивалешты не меняются.

Порог чувствительности установки для анализа пород с кларковым содержанием радиоактивных элементов зависит от величины навески, количества кювет с пробой и числа рядов счетчиков.

В табл. 3. 12 и 3. 13 приведены данные о порогах чувствительности установки для анализа пород с кларковыми содержаниями радиоактивных элементов, рассчитанные по формулам (2.65) (2. 87)—(2. 90), условия измерений и навески различны, продолжительпость измерений 60 мин.

Таблица 3.12

Порог чувствительности измерений на установке для анализа пород с кларковыми содержаниями радиоактивных элементов

	Навеска	Измерени ного бет излучени ка	я суммар- а-гамма- я счетчи- ми	Измерени излу	я гамма- Ченля
Параметры установки	пробы, г	CTC-6	MC-6	общего	в областя энергий 0,22—0,26 Мээ

Один ряд из 8 счетчиков СТС-6; 5 рядов по 7 счетчиков МС-6; 6 кювет. Сцинтилляционный гамма-счетчик; фигурный стакан

Чувствительность, $n \times 10^4$ имп-/мин	600	12,0	54,0	80,0	7,5
Порог чувствительности, $n \cdot 10^{-4} \%$		0,660	0,280	0,165	0,435
Чувствительность, $n \cdot 10^4$ имп/мин Порог чувствительности, $n \cdot 10^{-4}$ %	420	10,0 0,780	45,0 0,340	60,0 0,220	5,5 0,600

Один ряд из 8 счетчиков СТС-6; 3 ряда по 7 счетчиков МС-6; 4 кюветы. Сцинтилляционный гамма-счетчик; фигурный стакан

Чувствительность, $n \times 10^4$ имп/мин		10,0	27,0	45,0	4,0
Порог чувствительности, $n \cdot 10^{-4}$ %		0,780	0,480	0,300	0,810
Чувствительность, $n \times 10^4$ имп/мин	200	8,5	22,0	30,0	2,5
Порог чувствительности, $n \cdot 10^{-4}$ %		0,930	0,600	0,450	1,320

Примечания: 1. Чувствительность рассчитана на 1% урана в урано-радневом

эталоне. 2. Фон счетчиков СТС-6, сцинтилляционного гамма-счетчика по общему гамма-излу-чению и в области энергий 0,22—0,26 Мэв составляет соответственно 200, 580, 35 имп/жин, фон пяти и трех рядов счетчиков МС-6—770 и 550 имп/жин. Порог чувствительности определен для урана в равновесии с продуктами распада.

Таблица 3.13

Навеска	Количество	Порог чувствительности, <i>n</i> ·10 ⁻⁴ %, при опре					
пробы, г	кювет, шт.	урана	радона	тория	калия		
700 600 490 420 350 280 250 200	7 6 7 6 5 4 5 4	1,00 1,17 1,20 1,32 1,65 1,80 2,08 2,25	0,80 0,96 1,10 1,30 1,35 1,70 2,20 2,70	1,80 2,10 2,40 2,80 3,00 3,75 4,80 6,00	1100 1800 1400 2100 2600 2400 2000 2700		

Порог чувствительности определений урана, радона, тория и калия на установке для анализа пород с кларковыми содержаниями радиоактивных элементов

Когда анализ пробы производят в 7 кюветах, седьмая кювета расположена над счетчиками СТС-6, чувствительность измерений этими счетчиками возрастает в 2 раза, а фон не меняется; чувствительность гамма-измерений увеличивается приблизительно пропорционально возрастанию навески, а чувствительность измерений счетчиками МС-6 при этом практически не изменяется; однако порог чувствительности анализов на уран, радон и торий улучшается па 10—20%, а на калий на 30—40%.

§ 16. Особенности измерений на установке для анализа руд и пород с бедной урано-торневой минерализацией

Установка для анализа руд и пород с бедной урано-ториевой минерализацией обладает меньшей чувствительностью, чем установка для анализа пород с кларковыми и близкими к ним концентрациями радиоактивных элементов. Конструктивно (рис. 19) установка отличается тем, что в ней приемник бета-излучения смонтирован над сцинтилляционным гамма-счетчиком, в крышке цилиндрического экрана, а не в отдельном экране. Бета-датчик состоит из трех рядов газоразрядных счетчиков: в верхнем ряду б счетчиков СТС-6, а во втором и третьем по 5 счетчиков МС-4. Пробу помещают в несколько кювет размером $10 \times 10 \times 0.3$ см с тонким диом, минимально поглощающим бета-лучи; одновременно измеряют ее суммарное бета-гамма-излучение счетчиками СТС-6 и МС-4, а также гамма-излучение сцинтилляционным счетчиком.

При измерениях фона между рядами счетчиков помещают перадноактивные пластинки, толщина которых примерно равна толщине слоя пробы в кюветах. При измерениях концентрации урана от тысячных до первых сотых долей процента пробы насыпают в три кюветы, расположенные между рядами счетчиков: нижняя — между сцинтилляционным счетчиком и рядом счетчиков МС-4, средняя — между рядами счетчиков-МС-4, верхняя между рядами счетчиков МС-4 и СТС-6.

Навески проб в кюветах и эталоны должны быть одинаковыми (20—40 г); необходимая для анализа навеска составляет 60—120 г. При анализах проб с более высоким содержанием урана (до нескольких процентов) влиянием калия можно пренебречь, так как 1% калия завышает со-

держание урана всего на $4,5 \cdot 10^{-4}$ % (по абсолютной величине); в этом случае счетчики СТС-6 можно отключить и измерять пробу (навеска 20-40 e) в одной или в двух кюветах.

Если измерения производят в двух кюветах, верхнюю кювету снимают, а если в одной, оставляют лишь нижнюю или среднюю кювету с пробой. При этом следует иметь в виду, что с изменением количества кювет и навесок пробрасчетные формулы изменяются.

При выводе расчетных формул содержание урана в эталонах урана—радия и окиси—закиси урана обычно составляет соответственно 0,08—0,1и0,15—0,20%, а содержание тория в ториевом эталоне 0,4— 0,5%. Рис. 19. Схематический разрез датчика для анализа руд и пород.

1 — предусилитель; 2- — свинцовая защита; 3-кожух сцинтилляционного счетчика; 4 — фотоумножитель; 5 — кристалл (NaJ (Tl); 6, 8, 10 — кюветы с пробой; 7, 9 — ряд из 5 счетчиков MC-4; 11—ряд из 6 счетчиков СТС-6; 12 — пластинка, экранирующая счетчики СТС-6 от счетчиков MC-4; 13—экранированный провод для подключения счетчиков СТС-6 к пересчетной установке; 14 — экранпрованный провод для подключения двух рядов счетчиков МС-4 к другой пересчетной установке; 15 — полочка для проб; 16 — фишка для подключения сцинтилляционного счетчика к третьей пересчетной установке.

Эталонные эквиваленты, а следовательно, и коэффициенты в расчетных формулах для обработки результатов анализа четырех-компонентных проб на этой установке примерно такие же, как и на установке для анализа пород с кларковыми содержаниями радиоактивных элементов.

устаприведены пороги чувствительности табл. 3.14 В проб 120 e 3 кюветах, В весом измерениях при НОВКИ измерений времени формуле (2.65)для рассчитанные ПО 60 мин.

	Измерени: иого бет излучени ка	я суммар- а-гамма- ія счетчи- ми	Измерення гамма- излучения	
Параметры установки	CTC-6	MC-4	общего	в области энергий 0,22-0,26 <i>М за</i>
Фон, имп/мин Чувствительность на 1% U, n × × 10 ⁴ имп/мин Порог чувствительности, n·10 ⁻⁴ %	160	210	800	60
	8,0 0,87	8,0 1,05	7,0 2,25	0,7 6,0

Порог чувствительности измерений на установке для анализа руд и пород с бедной урано-ториевой минерализацией

Порог чувствительности анализов на уран, радон, торий и калий согласно дашным табл. 3. 14 составляет соответственно 4,5 · 10⁻⁴, 12,0 · 10⁻⁴, 24,0 · 10⁻⁴ и 0,34%.

§ 17. Определение содержания урана, радона, тория и калия по спектрометрическим гамма-измерениям на установке ЛСУ-5К¹

Спектрометрический метод анализа горных пород на уран, радоп, торий и калий основан на измерениях проб в дифференциальном режиме по гамма-излучению с энергиями 0,093 M_{38} (UX₁), 0,35 M_{38} (RaB), 0,24 M_{38} (ThB) и 1,45 M_{38} (K⁴⁰). Излучение калия можно выделять также путем измерения интенсивности общего бета-излучения.

Для анализа применяют 5-канальный спектрометр типа ЛСУ-5К который состоит из комбинированного сцинтилляционного датчика гамма- и бета-излучения и пульта, содержащего усилительнорегистрационные устройства (рис. 20). Схематический разрез комбинированного датчика установки изображен на рис. 21. Исследуемую порошковую пробу насыпают в фигурный стакан и измеряют одновременно в четырех энергетических интервалах: 0,095—0,11, 0,32—0,38, 0,22—0,26 и 1,4—1,5 Мэв. Если кристалл снабжен реперным стабилизирующим источником, измерения в области энергий 1,4—1,5 Мэв заменяют измерениями общего бета-излучения.

¹ Метод, разработанный С. Л. Якубовичем, В. В. Аносовым, Е. И. Зайцевым, опубликован в следующих работах: С. Л. Якубович, Е. И. Зайцев (1961) и С. Л. Якубович, В. В. Аносов, Е. И. Зайцев (1963). При составлении настоящего раздела использованы материалы по экспериментальной проверке метода Е. И. Железновой.

В сцинтилляционном гамма-датчике в качестве люминофора использован кристалл NaJ (Tl), а в бета-датчике — слой стильбена с поверхностью 50 см², нанесенный на свето-

сповержностью сосож, нанесенный на светопровод тонким слоем (50-60 *мг/см²*); для защиты от света стильбен закрыт тефлоновой пленкой толщиной 8 *мг/см²* с напыленным на нее алюминием. Бета-счетчик фиксирует бета-частицы, начиная с энергий примерно 0,1 *Мэв*.

Помимо цилиндрического спектрометрического кристалла NaJ (Tl) с разреше-

нием по линии Cs¹³⁷ не хуже 11%, установка ЛСУ-5К комплектуется кристаллами с внутренним отверстием и реперным альфа-источником; разрешение этих кристаллов по линии Cs¹³⁷ должно быть хуже 14%.

Общее разрешение сцинтилляционного гамма-датчика с учетом разрешения применяемых фотоумножителей составляет по линии Cs¹³⁷ при использовании кри-



Рис. 20. Общий вид установки ЛСУ-5К.

сталла без альфа-репера 12—13%, а с альфа-репером 15—16%. В качестве репера используют препарат Ри²³⁹, нанесенный тонким

Рис. 21. Схематический разрез комбинированного бета-гамма-датчика.

1 — гильза бета-счетчика; 2, 8 — фотоэлектронные умножители ФЭУ-13; 3 — светопровод (пластина из плексигласа); 4 — зазор; 5 — сцинтиллятор; 6 — анализируемая проба; 7 — гильза гамма-счетчика; 9 — кристалл NaJ (Tl); свинцовый экран: 10 — неподвижная часть, 11 — подвижная часть, 12 — ось вращения.



слоем на укрепленную на торцевой части счетчика подложку. Альфа-частицы репера вызывают в кристалле такие же сцинтилляции, как гамма-кванты с энергией 3 Мэв. Пик в области З Мэв в левой части спектра амплитудного распределения в значительной степени размыт, поэтому при на. личии репера измерения в области энергий выше 1 Мэв затруднены.

В области энергий 0,1—0,4 Мэв импульсы от альфа-репера повышают фон примерно в 2 раза.

В области энергий меньше 0,07 Мэв влияние реперного источника снова резко возрастает, что объясняется его собственным гамма-излучением. Поэтому применение альфа-реперного источника Pu²³⁰ допустимо при счете гамма-квантов в интервале энергий 0,1—0,8 Мэв.

7. Выбор условий измерений

После подачи высокого напряжения на ФЭУ прибор калибрируют, подбирая коэффициенты усиления так, чтобы фотопик Cs^{137} (0,660 *Мэв*) установился в IV канале на уровне 10—15 в, или фотопик тория, соответствующий энергии (0,24 *Мэв*), в ПІ канале в области 25—30 в.

Для выбора нужного усиления препарат Cs¹³⁷ в IV канале или эталон тория в III канале измеряют, последовательно измеияя уровень дискриминации через 2 в при постоянной ширине окна, равной 2 в (рис. 22).

После выбора усиления определяют рабочие участки в спектре гамма-излучения. С этой целью измеряют урано-радиевый эталон по всем четырем каналам и, кроме того, по I каналу — эталон окиси-закиси урана, по II и III - тория, по IV - калия. Требования к этим эталонам такие же, как и при анализе руд и пород с бедной урановой минерализацией по общему излучению. Измерения выполняют при изменении уровня дискриминации через 2 в и ширине окна 2 в; продолжительность измерения при каждом положении уровня дискриминации 1-2 мин. По данным этих измерений строят дифференциальные кривые спектров гаммаизлучения: по оси абсцисс откладывают уровень дискриминации в вольтах, а по оси ординат скорость счета в импульсах в минуту. Поскольку фон значительно меньше скоростей счета от измеряемых активностей, при построении кривых его можно не учитывать. Для иллюстрации на рис. 23-26 приведены дифференциальные кривые спектров гамма-излучения эталонов урана-радия, окисизакиси урана, тория и калия; кроме того, по І каналу снят спектр таллия T1240 (0,071 Мэв), позволяющий контролировать стабильность установки по этому каналу (рис. 23).

По дифференциальным кривым выбирают примерные рабочие участки спектра. Для выбора оптимальных уровней дискриминации по каждому каналу повторно снимают дифференциальные спектры гамма-излучения в выбранных интервалах энергий при другой ширине окна. Достаточно высокие коэффициенты разцеления компонентов при максимальной чувствительности дости-



Рис. 22. Дифференциальный спектр гаммаизлучения Сs¹³⁷ в IV измерительном канале при ширине окна 2 в.



Рис. 23. Дифференциальные кривые гамма-спектров эталонов равновесного урана ($Q_{\rm U} = 0.083\%$, P = 300°с), окиси—закиси урана ($Q_{\rm U_0} = 0.943\%$, P == 340 с) и таллия для области эпергий 0—120 кзв, записанные по I каналу; ширина окна 2 в.



15 E M30

IV каналу; ширина окна 2 е.

гаются примерно при следующей ширине окна для каждого канала:

I канал 15 кэв (90—105 кэв);

II канал 60 кэв (320—380 кэв);

III канал 40 кэв (220—260 кэв);

IV канал 100 кэв (1,4—1,5 Мэв).

По І каналу производят измерения урано-радиевого эталона и эталона из окиси—закиси урана при изменении уровня дискри-



Рис. 27. Дифференциальные слектры гамма-излучения эталонов окиси — закиси урана ($Q_{U_sC_s} = 0.943\%$. P = 340 e) и равновесного урана ($Q_{U_p} = 0.083\%$, P = 300 e), записанные по I измерительному каналу; ширина окна 8 в.



Рис. 28. Дифференциальные спектры гамма-излучения равновесного урана $(Q_{U_p} = 0.083\%, P = 300 \ e)$, тория $(Q_{Th} = 0.2\%, P = 340 \ e)$, записанные по II измерительному каналу, ширина окна 6 e.

минации через 1 в и ширине окна, равной примерно 8 в. Оптимальным для I канала является такой уровень дискриминации, при котором доля урана (отношение скоростей счета импульсов для эталонов окиси—закиси урана и урана—радия) имеет наибольшее значение (см. рис. 23 и 27).

Уровень дискриминации по II каналу (см. рис., 24 и 28) выбирают в области энергий ~320—340 кэв, где наблюдаются два пика в спектре равновесного урана. Ширина окна выбирается равной 6 в, что соответствует примерно 60 кэв по энергетической шкале. В указанных интервалах измеряют равновесный урановый
и ториевый эталоны с изменением уровня дискриминации через 1 в при ширине окна 6 в. Оптимальным является уровень дискриминации, при котором величина, обратная урановому эквиваленту тория (отношение скоростей счета импульсов от равновесного уранового и ториевого эталонов), имеет максимальное значение (см. рис. 28).

По III каналу уровень дискриминации (см. рис. 25 и 29) выбирается в области энергий 220—240 кэс, где в спектре тория



Рис. 29. Дифференциальные спектры гамма-излучения равновесного урана ($Q_{U_p} = 0,083\%$, P = 300 c) и тория ($\hat{U}_{Th} = 0.2\%$, P = 340 c), записанные по III измерительному каналу; ширина окна 6 с.

наблюдается пик ThB (240 кэв). Ширина окна равна примерно 6 в, что соответствует 40-60 кэв по энерге-



Рис. 30. Дифференциальный спектр гамма-излучения калия ($Q_{\rm K} = 52,4\%$, $P = 264 \, \epsilon$), записанный по IV измерительному каналу; ширина окна 8 ϵ .

тической шкале. В этих интервалах измеряют равновесный урановый и ториевый эталоны при изменении уровня дискриминации через І в и ширине окна около 6 в. Оптимальным является такой уровень дискриминации, при котором урановый эквивалент тория (отношение скоростей счета импульсов от ториевого и равновесного уранового эталонов) наибольши і.

Уровень дискриминации по IV каналу (рис. 30) выбирают в области энергий 1,4—1,5 *Мэв* (30—38 в), где в спектре калия наблюдается пик К⁴⁰ (1,46 *Мэв*). Ширина окна примерно 8 в. В этих условиях измеряют калиевый эталон при изменении уровня дискриминации через 1 в. Оптимальным уровнем дискриминация является уровень, соответствующий максимальной скорости счета от эталона.

В случае необходимости замены гамма-измерений в IV канале бета-измерениями бета-излучение регистрируют по V каналу в интегральном режиме при уровне дискриминации 1 в.

Высокое напряжение на ФЭУ в бета-приемнике устанавливают таким, чтобы в интегральном режиме для нулевого уровня дискриминации темновой фон ФЭУ составлял 1—2 имп/мин, а естественный фон около 60 имп/мин.

Следует отметить, что приведенные выше значения ширины окон дискриминации являются ориентировочными.

После выбора рабочих участков спектра уточняют рабочую ширину окна в каждом канале: незначительно изменяя верхний и нижний уровень дискриминации в I и IV каналах, добиваются таких условий измерений, чтобы отношение соответствующих порогов чувствительности к урановому эталонному эквиваленту в I канале $\frac{L_1}{a_1}$ и к эталонному эквиваленту калия в IV канале $\frac{L_4}{d_4}$ было минимальным.

Ширину окон во II и III каналах выбирают так, чтобы отношение корня квадратного из суммы квадратов порогов чувствительности по этим каналам к разности эталонных эквивалентов тория было минимальным:

$$\frac{\sqrt{L_3^2 + L_2^2}}{c_3 - c_2}$$

8. Определение эталонных эквивалентов и расчет рабочих формул

Эталонные эквиваленты для каждого канала рассчитывают на основании формул (3. 58) — (3. 62) по результатам измерений эталонов урана—радия, окиси—закиси урана, тория и калия. При измерениях необходимо сохранять одинаковые объемы всех эталонов, не допуская различий в весе более чем на 15%.

После расчета эталонных эквивалентов составляют систему уравнений с четырьмя неизвестными, которую далее решают относительно урана, радона, тория и калия по схеме, представленной в табл. 3. 9.

Ниже приводится пример составления формул и расчета эталонных эквивалентов для определения содержаний урана, радия, тория и калия.

Эталонные эквиваленты (табл. 3. 16) рассчитаны по формулам (3. 58)—(3. 62); исходные данные для расчетов взяты из табл. 3. 15, где приведены чувствительности измерений установки ЛСУ-5К для навесок 300 г, а также величина фона в разных каналах.

Примерные чувствительности измерений по пяти каналам установки ЛСУ-5К при навеске 300 г

	Чувствительность, имп/мин на 1% в каналах							
Элемент или группа	$ \begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $		IV (1,4	V бета-				
элементоп			-1,5 M 96)	взмерения				
Уран в равновесии .	26 400	42 000	39 000	3800	24 800			
Окись—закись урана	5 950	380	840	16,0	10 700			
Торий в равновесии	11 300	9 800	26 800	750	5 800			
Калий	2,04	1,94	3,30	3,00	1,630			
Фон без альфа-репера	25	37	48	8,5	40			

Таблица 3.16

Примерные значения эталонных эквивалентов урана, радона, тория и калия на установке ЛСУ-5К

Интервалы эпергий.	Номер	Эталонные эквиваленты					
Мэв	канала	урана	радона	тория	калия		
Гамма измерения: 0,095-0,110 0,320-0,380 0,220-0,260 1,4-1,5 Бета-измерения	I II III IV V	0,225 0,009 0,023 0,004 0,434	0,775 0,991 0,977 0,996 0,566	0,425 0,233 0,676 0,198 0,206	$\begin{array}{c} 0,741 \cdot 10^{-4} \\ 0,463 \cdot 10^{-4} \\ 0,855 \cdot 10^{-4} \\ 7,955 \cdot 10^{-4} \\ 6,6 \cdot 10^{-4} \end{array}$		

По полученным значениям эталонных эквивалентов составляют систему уравнений:

 $A_1 = 0,225Q_U + 0,775Q_{Rn} + 0,425Q_{Th} + 0,741 \cdot 10^{-4}Q_K,$ $A_2 = 0,009Q_U + 0,991Q_{Rn} + 0,233Q_{Th} + 0,463 \cdot 10^{-4}Q_K,$ $A_3 = 0,023Q_U + 0,977Q_{Rn} + 0,676Q_{Th} + 0,855 \cdot 10^{-4}Q_K,$ $A_4 = 0,004Q_U + 0,996Q_{Rn} + 0,198Q_{Th} + 7,955 \cdot 10^{-4}Q_K,$ (3. 129) где A_1, A_2, A_3, A_4 — результаты измерений пробы в соответствующих каналах, выраженные в % урана.

Для решения системы уравнений (3. 129) эталонные эквиваленты записывают в удобном для расчетов виде (табл. 3. 17).

Пользуясь такой записью, по схеме (см. табл. 3. 9) рассчитывают соответствующие произведения и разности произведений эталонных эквивалентов (табл. 3. 18). Затем, подставляя значе-

		Эталонные	эквнеаленты	
Канал	b	d·10 ⁻⁴		a
I II III IV	0,775 0,991 0,977 0,996	0,741 0,463 0,855 7,955	0,425 0,233 0,676 0,198	0,225 0,009 0,023 0,004

Эталонные эквиваленты урана, радона, тория и калия

ния произведений и их разностей в выражения (3. 66)—(3. 69), определяют коэффициенты в формулах

 $L_1 = +3,3265, L_2 = -0,008, L_3 = -0,106, L_4 = +0,0019,$ $M_1 = -0,7397, M_2 = +1,094, M_3 = -1,433, M_4 = -0,1010,$ $N_1 = -1,8157, N_2 = -0,3643, N_3 = +1,620, N_4 = +0,0063,$ $F_1 = -0,0714, F_2 = -0,0238, F_3 = -0,081, F_4 = +0,0928,$ D = +0,6997.

На основании этих данных формулы анализа на уран, радон, торий и калий получают следующий вид:

$$\begin{split} Q_{\rm U} &= 4,754A_1 - 1,057A_2 - 2,594A_3 - 0,1020A_4, \quad (3.\ 130)\\ Q_{\rm Rn} &= -0,011A_1 + 1,563A_2 - 0,520A_3 - 0,034A_4, \quad (3.\ 131)\\ Q_{\rm Th} &= -0,151A_1 - 2,048A_2 + 2,315A_3 - 0,116A_4, \quad (3.\ 132)\\ Q_{\rm K} &= 27,15A_1 - 1443,5A_2 + 90,04A_3 + 1326A_4. \quad (3.\ 133) \end{split}$$

Правильность расчета коэффициентов в формулах проверяют по суммам коэффициентов:

$$\sum_{\text{III}} = 4,754 - 1,057 - 2,594 - 0,102 = 1,001,$$

$$\sum_{\text{Rn}} = -0,011 + 1,563 - 0,520 - 0,034 = 0,998,$$

$$\sum_{\text{Th}} = -0,151 - 2,048 + 2,315 - 0,116 = 0,$$

$$\sum_{\text{K}} = 27,15 - 1443,5 + 90.04 + 1326,3 = 0.$$

Отклонения суммы коэффициентов в формулах апализа на уран и радон от единицы равны по абсолютной величине +0,001 и -0,002, а сумма коэффициентов как в формуле анализа на торий, так и в формуле анализа па калий точно равна нулю. Следовательно, во всех формулах коэффициенты рассчитаны правильно.

Если абсолютные отклонения суммы коэффициентов от единицы или нуля в соответствующих формулах незначительны,

13
<i></i>
plinv
T a6.

Пример расчета произведений и развостей произведений эталонных эквивалентов

ностей на эталонные	аленты	$n_1c_3 = -1,260$	$n_2 c_3 = -5,0100$	$n_3c_1 = -2.9400$	$n_{i c_1} = +0.0120$	$n_b c_1 = -0,1670$	$n_{6}c_{3} = \pm 0,2540$	$m_1d_2 = -0,0200$	$m_2 d_3 = -0,0008$	$m_3d_1 = -0,0014$	$m_4 d_4 = -1,1296$	$m_5d_1 = -0,0004$	$m_{\rm B} d_{\rm 3} = -0.0410$	
Произнедения разн	9K8N6	$n_1c_3 = -3,6600$	$n_2c_1 = -3,1600$	$n_{3}c_{2} = -1,6100$	$n_4c_2 = +0,0140$	$n_5c_4 = -0,0780$	$n_{6}c_{1} = +0,0740$	$m_1 d_3 = -0,0370$	$m_2 d_1 = -0,0007$	$m_3d_2 = -0,0009$	$m_4d_2 = -0,0660$	$m_{\rm b}d_4 = -0,0050$	$m_6 d_4 = -0,3820$	
Развость между произведениями	1—11	$n_1 = b_4 d_1 - d_4 b_1 = -5,427$	$n_2 = b_4 d_2 - d_4 b_2 = -7,422$	$n_3 = b_4 d_3 - d_4 b_3 = -6,921$	$n_4 = b_3 d_1 - d_3 b_1 = +0,061$	$n_5 = b_3 d_2 - d_3 b_2 = -0,395$	$n_6 = b_2 d_1 - d_2 b_1 = \div 0,375$	$m_1 = a_4 c_1 - c_4 a_1 = -0,0433$	$m_2 = a_4 c_3 - c_1 a_2 = -0.0009$	$m_3 = a_4 c_3 - c_4 a_3 = -0,0019$	$m_4 = a_3c_1 - c_3a_1 = -0,1422$	$m_b = a_3 c_2 - c_3 a_2 = -0,0006$	$m_6 = a_2 c_1 - c_2 a_1 = -0,0482$	
ных эквивалентов	11	$d_4b_1 = 6,165$	$d_4b_2 = 7,883$	$d_4b_3 = 7,772$	$d_3b_1 = 0,663$	$d_3b_2 = 0,847$	$d_2b_1 = 0,359$	$c_4 a_1 = 0,0450$	$c_4a_2=0,0018$	$c_{4}a_{3} = 0,0046$	$c_{3}a_{1}=0,152$	$c_3a_2=0,006$	$c_2 a_1 = 0,052$	
Произведения эталов	-	$b_4 d_1 = 0,738$	$b_4 d_2 = 0,461$	$b_4d_3 = 0,851$	$b_3d_1 = 0,724$	$b_3d_2 = 0,452$	$b_2d_1 = 0,734$	$a_4c_1 = 0,0017$	$a_4c_2 = 0,0009$	$a_4c_3 = 0,0027$	$a_3c_1 = 0,0098$	$a_3c_2 = 0,0054$	$a_2c_1 = 0,0038$	

l

исключение погрешностей осуществляется путем соответствующего округления коэффициентов в этих формулах. На практике коэффициенты округляют до третьего знака после запятой. В случае, когда в используемом эталоне нарушено равновесие между ураном и радоном, для определения радона (в % урана) результат расчета по формуле (3. 131) умножают на коэффициент равновесия между радоном и ураном в эталоне. Когда вместо гамма-измерений в области энергий 1,4—1,5 *Мэв* измеряют общее бета-излучение, в формулах для расчета результатов анализа вместо эталонных эквивалентов по IV каналу (область энергий 1,4—1,5 *Мэв*) используют эталонные эквиваленты по V каналу (общее бета-излучение).

Для измерения пробу, измельченную до 100 меш, насыпают в фигурный стакан до полного заполнения его объема и помещают в датчик. Длительность измерения пробы 60 мин (два замера по 30 мин). При определении бета-излучения пробы сцинтилляциопным бета-счетчиком учет гамма-фона осуществляется путем двойных измерений (30 мин без экрана и 30 мин с экраном толщиной 1,5 г/см²).

С целью контроля за стабильностью работы установки уранорадиевый эталоп измеряют 2—3 раза в день по всем каналам и рассчитывают средние арифметические значения скоростей счета. Естественный фон измеряют ежедневно: в начале и в конце работы; средние скорости счета вычисляют с точностью до 0,1 имп/мин.

Активность пробы при гамма-измерениях рассчитывают по формуле (3. 11), а при бета-измерениях с помощью выражения:

$$A_{5} = \frac{I_{\bar{n}}^{\beta+\gamma} - 1, I_{\bar{n}}^{\gamma}}{(I_{3}^{\beta+\gamma} - 1, I_{3}^{\gamma})} Q_{9}, \qquad (3. 134)$$

где $I_{\pi}^{\beta+\gamma}$, $I_{3}^{\beta+\gamma}$ — скорости счета от пробы и урано-радиевого эталона при измерениях сцинтилляционным бета-счетчиком без дополнительного фильтра в *имп/мин*; I_{π}^{γ} , I_{3}^{γ} — скорости счета при гамма-измерениях тем же счетчиком с алюминиевым фильтром толщиной 1,5 *г/см*² в *имп/мин*.

Активность рассчитывают до пятого знака включительно после запятой.

Содержание радиоактивных элементов в пробе определяют по формулам типа (3. 130)—(3. 133).

Установка укомплектована стаканами, позволяющими измерять пробу при толщине слоя 8 и 12 мм. Если вещественный состав пробы и эталона одинаков, измерения можно выполнять при толщине слоя 12 мм; в противном случае толщина слоя пробы не должна превышать 8 мм. Относительная ошибка взвешивания проб должна быть не больше 1%.

Пороги чувствительности измерений гамма-активности проб и анализов на уран, радон, торий и калий при измерениях навесок проб 300 г в дифференциальных участках гамма-спектра при продолжительности измерений 60 мин приведены в табл. 2.4 (см. выше).

Следует иметь в виду, что на измерения кристаллом NaJ (Tl) без альфа-репера, как и на измерения сцинтилляционным бетасчетчиком, окружающая температура и другие дестабилизирующие факторы влияют в значительно большей степени, чем на гаммаизмерения с альфа-репером. При измерениях с альфа-реперным источником установка ЛСУ-5К работает более стабильно, но вследствие увеличения фона порог чувствительности анализов ухудшается примерно в 1,5 раза.

XXIII. АНАЛИЗ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ

Практически трехкомпонентному анализу подвергают пробы неизмененных горных пород с кларковыми и близкими к ним концентрациями радиоактивных элементов, а также пробы ураноториевых руд.

Анализ выполняют на тех же установках, что и в случае четырехкомпонентных проб, однако техника анализа упрощается. При анализах по комплексу суммарного бета-гамма- и гаммаизлучения исключаются спектрометрические измерения, а при спектрометрическом анализе — измерения в области энергий 0,095—0,110 *Мэв*, т. е. как раз те измерения, которые наиболее усложняют анализ и удорожают аппаратуру. Исключение измерений в области мягкого гамма-излучения (0,095—0,100 *Мэв*) дает возможность применять более толстые слои проб и уменьшает влияние их вещественного состава на результаты анализов.

Если анализируются рудные урано-ториевые пробы с неопределенным коэффициентом равновесия между радоном и ураиом, требования к чувствительности установок могут быть снижены. При апализах проб такого типа определяют уран, радон и торий. Методы апализа этих проб основаны на сочетании трех измерений активности пробы: одно по бета-излучеиню или суммариому бета-гамма-излучению, второе — в одном из выбранных эпергетических интервалов гамма-излучения в условиях максимального выделения излучения тория (0,24 или 2,62 Мэв) и третье — либо по общему гамма-излучению, либо в дифференциальном режиме в той энергетической области, где гамма-излучение тория минимально (например, в области линии 0,35 Мэв).

Для анализа малых навесок проб применяют методику, основанную на спектрометрических гамма-измерениях в области линий 0,1; 0,35 и 0,24 *Мэв*; при этом пробу в капсуле помещают в углубление кристалла. Другой способ анализа используют, когда установка не имеет устройств для измерений гамма-излучения в дифференциальном режиме. В этом случае пробу измеряют по суммарному бета-гамма-излучению, общему гамма-излучению и жесткому бета-излучению с фильтром толщиной 0,45—0,5 г/см²; описываемый способ основан на различии максимальных энергий бета-излучения элементов уранового и ториевого рядов.

В некоторых случаях вместо измерений пробы по жесткому бета-излучению определяют ее общее гамма-излучение после прокаливания при 1000° С, когда интенсивность ее гамма-излучения, обусловленная торием, практически не изменяется, а интенсивность гамма-излучения элементов ряда урана уменьшается пропорционально потере радона.

Для анализов трехкомпонентных проб на уран, радон и торий применяют установки трех типов: ЛСУ-5К, ЛАС и многосчетчи-ковую.

§ 18. Определение содержания урана, тория и калия по суммарному бета-гамма- и гамма-излучению

При анализах трехкомпонентных проб на уран, торий и калий предполагается, что коэффициенты равновесия между радоном и ураном в пробах и урано-радиевом эталоне равны.

Метод анализа и формулы для расчета содержания урана и калия точно такие же, как и при анализе четырехкомпонентных проб; как уже упоминалось, из комплекса измерений исключаются измерения дискриминированного гамма-излучения.

На основании выражений (3. 83) и (3. 108) составим уравнения

$$A_{\rm CTC} = Q_{\rm U} + 0,206Q_{\rm Th} + 6,4 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K},$$

$$A_{\rm MC} = Q_{\rm U} + 0,210Q_{\rm Th} + 2,60 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K},$$

$$A_{\rm \gamma} = Q_{\rm U} + 0,400 Q_{\rm Th} + 1,15 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K}.$$
 (3. 135)

Решая систему уравнений (3. 135) относительно урана, тория и калия, можно получить расчетные формулы типа (3. 109), (3. 112) и (3. 113).

При анализах трехкомпонентных проб эталон окиси—закиси урана не требуется, так как предполагается, что элементы уранового ряда находятся в равновесии.

§ 19. Определение содержания урана, тория и калия по спектрометрическим гамма-измерениям на установке ЛСУ-5К

Анализ на уран, торий и калий проб, имеющих такой же коэффициент равновесия между ураном и радоном, как урано-радиевый эталон, производят на установке ЛСУ-5К по гамма-лучам в области энергий 0,32—0,38, 0,22—0,26 и 1,4—1,5 Мэв. Измерения проб, выбор рабочих интервалов и определение эталонных эквивалентов выполняют точно так же, как при спектрометрическом анализе четырехкомпонентных проб. Для расчетов эталонных эквивалентов, как и в предыдущей методике, результатов измерения скорости счета от эталона из окиси-закиси урана не требуется.

В качестве примера приведем уравнения, полученные из выражений (3. 83) и (3. 129):

$$A_{2} = Q_{U} + 0,233Q_{Th} + 0,463 \cdot 10^{-4}Q_{K}, \qquad (3. 136)$$

$$A_{3} = Q_{U} + 0,676Q_{Th} + 0,855 \cdot 10^{-4}Q_{K}, \qquad A_{4} = Q_{U} + 0,198Q_{Th} + 7,955 \cdot 10^{-4}Q_{K},$$

где A₂, A₃, A₄ — гамма-активности пробы в интервалах энергий 0,32—0,38, 0,22—0,26 и 1,4—1,5 Мэв.

Решая эти уравнения с учетом выражений (3. 84)—(3. 86), находим

$$Q_{\rm U} = 1,57A_2 - 0,532A_3 - 0,038A_4, \qquad (3.\ 137)$$

$$Q_{\rm Th} = -2,126A_2 + 2,260A_3 - 0,134A_4, \qquad (3. 138)$$

$$Q_{\rm K} = -1620A_2 + 120A_3 + 1500A_4. \tag{3.139}$$

Поскольку 98—99% всего гамма-излучения элементов уранорадиевого ряда в указанных выше энергетических интервалах принадлежит радону, по формуле (З. 137) рассчитывается по существу не уран, а радон. Если коэффициент равновесия в пробах изменяется, содержание урана при расчетах по формуле (З. 137) искажается почти во столько же раз, во сколько различаются коэффициенты равновесия в пробе и эталоне $\left(\frac{k_n^{Rn}}{k_s^{Rn}}\right)$. На определе-

ние содержания радона, тория и калия эти вариации влияния практически не оказывают.

Таким образом, спектрометрический метод анализа трехкомпонентных проб позволяет рассчитывать содержание радона, тория и калия при неопределенном коэффициенте равновесия между радоном и ураном, а содержание урана — только при известном коэффициенте равновесия. Порог чувствительности анализа на радон, торий и калий примерно такой же, как при анализе четырехкомпонентных проб. Анализ этих проб по суммарному бета-гамма-излучению при неопределенном коэффициенте равновесня между радоном и ураном позволяет определять содержание урана и калия, а при известном коэффициенте равновесия, кроме того, тория и радона.

Иногда при анализах сильно эманирующих проб их перед измерениями герметизируют или прокаливают при температуре 1000° С. Через 2 суток после герметизации (или прокаливания) торон приходит в равновесие с радиоторием, а через 15 суток радои с радием (с точностью до 97%). Благодаря этому при измерениях проб через 2 суток после их герметизации исключаются погрешности анализа на торий, обусловленные эманированием торопа, а при измерениях через 15 суток можно определить содержание радия. Более подробно анализ герметизированных проб на радий описан в настоящей главе ниже.

§ 20. Определение содержания урана, радона и тория по суммарному бета-гамма- и гамма-излучению

Для определения урапа, радона и тория по суммарному бетагамма-излучению применяют две методики; обе они включают измерение суммарного бета-гамма-излучения пробы счетчиками MC-4 и ее общего гамма-излучения сцинтилляционным счетчиком. Когда установка укомплектована одноканальным спектрометром, при третьем измерении определяют интенсивность дискриминированного гамма-излучения в области энергий 0,22—0,26 или 2,62*Мэв*. При отсутствии установки с дискриминатором измеряют суммарное бета-гамма-излучение пробы счетчиками MC с дополнительным фильтром толщиной 0,25—0,30 *г/см*² или общее гамма-излучение пробы после ее прокаливания при 1000° С.

9. Анализ с измерением дискриминированного гамма-излучения

При анализах по суммарному бета-гамма-излучению, общему гамма-излучению и дифференциальным гамма-измерениям в интервале энергий 0,22—0,26 *Мэв*, пользуясь выражениями (3. 79) и (3. 108), необходимо составить систему уравнений:

$$A_{MC} = 0,48Q_{U} + 0,52Q_{Rn} + 0,21Q_{Th},$$

$$A_{\gamma} = 0,02Q_{U} + 0,98Q_{Rn} + 0,40Q_{Th},$$
 (3. 140)

$$A_{0,240} = 0,02Q_{U} + 0,98Q_{Rn} + 0,63Q_{Th}.$$

Благодаря тому, что отношения эталонных эквивалентов тория и радона в первом и втором уравнениях системы (3. 140) практически совпадают ($l_{Rn} = 1,88$, $l_{Th} = 1,90$), при расчете содержания урана по формуле (3. 75) одновременно исключается влияние и нарушения равновесия, и излучения тория:

$$Q_{\rm U} = A_{\rm MC} + \frac{1}{1,89-1} (A_{\rm MC} - A_{\rm y}) = 2,12A_{\rm MC} - 1,12A_{\rm y}.$$
 (3. 141)

Вычитая из третьего уравнения системы (3. 140) второе, получаем формулу для расчета содержания тория:

$$Q_{\rm Th} = 4.35 \ (A_{0,240} - A_{\gamma}).$$
 (3. 142)

Подставив значение Q_{Th} из формулы (3. 142) во второе уравнение системы (3. 140) и пренебрегая гамма-излучением элементов урановой группы, рассчитываем формулу анализа на радон:

$$Q_{\rm Rn} = A_{\gamma} - 0,40 Q_{\rm Th} = 2,74 \dot{A}_{\gamma} - 1,74 \dot{A}_{0,240}.$$
 (3. 143)

Таким образом, уран определяют без спектрометрических из-

Торий чаще всего можно рассчитать из двух последних уравнений, так как эталонные эквиваленты радона и урана при измерениях общего гамма-излучения и гамма-излучения в дифференциальных участках спектра либо совпадают, как в данном случае, либо различаются незначительно. Радон также определяют в большинстве случаев на основании двух измерений, так как пренебрежение гамма-излучением урановой группы не вносит существенных погрешностей в результат анализа. Например, в рассматриваемом случае абсолютные погрешности анализа на радон будут равны

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm Rn} = 0.02 Q_{\rm U} \left(1 - \frac{k_{\rm \pi}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} \right). \tag{3.144}$$

Таким образом, после оценки возможных погрешностей анализа можно большей частью применять упрощенные формулы расчета и благодаря этому сокращать необходимое количество измерений одной пробы в различных условиях.

Вследствие того, что в расчетных формулах (3. 141)—(3. 143) не учитывается влияние калия, погрешности анализа на уран, торий и радон можно оценить из выражений (3. 93) и (3. 104) или путем подстановки в расчетные формулы вместо $A_{\rm CTC}$, $A_{\rm MC}$, $A_{0,240}$ эталонных эквивалентов калия¹.

Например, еслп на основании системы уравнений (3. 108) эталонные эквиваленты калия принять равными 2,60 · 10⁻⁴, 1,15 · 10⁻⁴ и 0,7 · 10⁻⁴, то абсолютные погрешности анализов будут равны:

$$\Delta Q_{U}^{K} = Q_{K} \cdot 10^{-4} (2, 12 \cdot 2, 6 - 1, 12 \cdot 1, 15) = + 4, 12 \cdot 10^{-4} Q_{K},$$

$$\Delta Q_{Th}^{K} = Q_{K} \cdot 4, 35 \cdot 10^{-4} (0, 70 - 1, 15) = - 1, 95 \cdot 10^{-4} Q_{K},$$

$$\Delta Q_{Rn}^{K} = Q_{K} \cdot 10^{-4} (2, 74 \cdot 1, 15 - 1, 74 \cdot 0, 7) = + 1, 92 \cdot 10^{-4} Q_{K}.$$

Если проба содержит 5% калия, результаты анализов на уран и радон завышаются по абсолютной величине соответственно на $2,6\cdot10^{-3}$ % и $0,96\cdot10^{-3}$ %, а на торий занижаются на $0,97 \times 10^{-3}$ %. Отсюда следует, что когда анализы на уран и торий требуется выполнять с точностью не более 5% отн., а содержание калия в пробах достигает 5%, его влияние можно не учитывать только в пробах, содержащих не менее 0,050% урана или 0,02% тория. Если бета-измерения пробы выполнять тонкостенными счетчиками (например, типа СТС), то чувствительность анализов на уран при прочих равных условиях повышается примерно в 3

¹ Такой спосоо можно применять для оценки влияния на результат анализа любого элемента.

раза. Однако при этом систематическая погрешность анализа на уран из-за неопределенного содержания калия в пробах увеличивается в 3 раза по сравнению с измерениями счетчиками МС. Например, если при рассматриваемых измерениях вместо счетчиков МС применять счетчики СТС, формулы анализа на уран, торий и радон не изменятся, а систематическая погрешность анализа па уран, учитывая, что эталонный эквивалент калия для счетчиков СТС равен $\sim 6,4\cdot 10^{-4}$, составит

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = (2, 12 \cdot 6, 4 - 1, 1 \cdot 1, 15) \, 10^{-4} Q_{\rm K} = 1, 23 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}.$$

В этом случае содержание калия в количестве 5% завышает содержание урана на 6,15.10⁻³%.

Максимальную погрешность анализа на уран вследствие неопределенного содержания в пробе RaE (принимая во внимание, что урановый бета-эквивалент RaE при измерении счетчиками СTC равен 0,07) можно оцепить на основании формулы (3.96) из выражения

$$\Delta Q_{U}^{\text{RaE}} = 0,149 \left(\frac{\alpha_{\text{n}} - \alpha_{\text{s}}}{1 - \alpha_{\text{s}}} \right) \frac{h_{\text{n}}^{\text{Ra}}}{h_{\text{s}}^{\text{Ra}}} Q_{U}.$$
(3.145)

В урано-радиевом эталоне, данные по которому использованы при выводе формулы (3. 141), коэффициент эманировация равен 13% ($\alpha_3 = 0,13$), а коэффициент равновесия между радием и ураном 100% ($k_3^{\bar{\kappa}a} = 1$), поэтому выражение (3. 145) преобразуется к виду

$$\Delta \hat{Q}_{U}^{RaE} = 0, 17 \left(\alpha_{\pi} - 0, 13 \right) \hat{\kappa}_{\pi}^{Ra} \hat{Q}_{U}.$$
 (3. 146)

Эталонный бета-эквивалент RaE при измерении счетчиками MC в 3,5 раза меньше, чем при измерении счетчиками CTC. Погрешность, обусловленная неопределенным содержанием RaE в пробе, при бета-измерениях счетчиками MC будет соответственно в 3,5 раза меньше. Например, при коэффициенте эманирования пробы 50% ($\alpha_n = 0,5$) и коэффициенте равновесия между радием и ураном 200% ($k_n^{Ra} = 2$) относительная погрешность анализа на уран при измерении бета-излучения счетчиками CTC может достигать 13%, а счетчиками MC всего 3,7%.

10. Анализ с измерением жесткого бета-излучения

Методика анализа с применением измерений жесткого бетаизлучения основана на различии в максимальной энергии спектров бета-излучения ряда урана ($E_{max} = 3,15-M_{\partial\theta}$) и тория ($E_{max} = 2,25~M_{\partial\theta}$). Благодаря этому при измерениях счетчиками MC с фильтром толщиной $\sim 0,27~c/cm^2$ в значительной мере поглощается бета-излучение тория, но остается заметное бета-излучение группы радона. Эта особенность позволяет применять измерения общего гаммаизлучения в комплексе с определением общего и жесткого бетаизлучения для анализа на уран, торий и радон неравновесных комплексных проб. Чтобы по возможности уменьшить коэффициенты, в формуле для расчета содержания тория следует, во-первых, уменьшить толщину слоя пробы в кюветах (сделать минимальным вклад гамма-излучения в суммарное бета-гамма-излучение) и, во-вторых, при измерении общего гамма-излучения уменьшить толщину фильтра на сцинтилляционном счетчике, чтобы увеличить эталонный гамма-эквивалент урана до 0,07—0,08.

В табл. 3. 19 приведены результаты измерений эталонов урана—радия, окиси—закиси урана, тория и калия. Скорость счета от эталона калия приведена к 100% его содержания, а остальных эталонов к 0,1%. Измерения выполнялись в трех кюветах при навеске по 30 г в каждой кювете (насыпная плотность проб 0,3 г/см²).

Таблица 3.19

_	Скорость ся бета-гамма иж	Скорость счета суммарного бета-гамма-излучення, имп/мин			
Эталон	2 рядами по 5 счетчяков MC-4	2 рядами по 5 счетчиков МС-4 с фильт- ром толщиной 0,27 г/см ²	СЦИНТИЛЛЯ- ЦИОВНЫМ Гамма-счет- ЧИКОМ		
Урана—радия, 0,1% U Окиси—закиси урапа, 0,1% U Тория, 0,1% Th Калия, 100% К	6550 3228 1300 1650	1660 440 410 176	6200 476 2350 670		

Скорости счета от эталонов при измерениях на установке для анализа руд и пород с бедной урано-ториевой минерализацией

По данным табл. 3. 19, отношение скоростей счета от тория при измерении по бета-гамма-излучению счетчиками МС-4 с фильтром толщиной 0,27 г/см² и по гамма-излучению сцинтилляционным счетчиком равно $n = \frac{410}{2350} = 0,173$.

Следовательно, если при данных условиях измерений умножить скорость счета гамма-излучения от пробы на коэффициент 0,173 и вычесть полученную величину из суммарной скорости счета бета-гамма-излучения с фильтром толщиной 0,27 e/cm^2 , то влияние излучения тория полностью исключается. Одновременно с этим изменяются эталонные эквиваленты урана. Для рассматриваемого случая имеем: скорость счета от эталона урано-радиевого $I_{,} = 1660 - 6200 \cdot 0,173 = 590$ имп/мин, от окиси—закиси урана

 $I_{\text{ок}} = 440 - 476 \cdot 0,173 = 358$ имп/мин, от тория $i_{\text{Th}} = 410 - 2350 \cdot 0,173 = 0$ имп/мин, от калия $i_{\text{K}} = 176 - 670 \cdot 0,173 = 60$ имп/мин.

По этим данным эталонные эквиваленты получают следующие значения (табл. 3. 20).

Таблица 3.20

	Эталонные эквиваленты						
Вид измерений	a	ь	c	d.10 ⁻⁴			
Счет суммарного бета-гамма-излу- чения счетчиками МС без фильтра	0,49	0,51	0,200	2,50			
тилляционным счетчиком	0,07	0,93	0,38	1,07			
бета-гамма-излучения с фильтром тол- щиной 0,27 г/см ² и умноженным на 0,173 счетом гамма-излучения, зареги-							
стрированным сцинтилляционным счет-	0,60	0,40	0,00	1,00			

Примерные эталонные эквиваленты для анализа комплексных руд по жесткому бета-излучению

При анализе рудных проб влиянием калия пренебрегают, поэтому систему уравнений, записанных по данным табл. 3. 20, можно представить следующим образом:

$$A_{MC} = 0,49Q_{U} + 0,51Q_{Rn} + 0,20Q_{Th};$$

$$A_{\gamma} = 0,07Q_{U} + 0,93Q_{Rn} + 0,38Q_{Th},$$
 (3. 147)

$$A_{\phi} = 0,60Q_{U} + 0,40Q_{Rn},$$

где A_{ϕ} — активность, измеренная счетчиками МС-4 при дополнительном фильтре.

Поскольку отношения эталонных эквивалентов радона и тория в первом и втором уравнениях равны между собой ($l_{Rn} = l_{Th} = 1,84$), уран определяют, как и по предыдущей методике, из двух первых уравнений по формуле

$$Q_{\rm U} = 2,2A_{\rm MC} - 1,2A_{\gamma}.$$
 (3. 148)

Подставив это выражение в третье уравнение, выводят формулу для расчета содержания радона:

$$Q_{\rm Rn} = 2,5A_{\rm \phi} - 3,3A_{\rm MC} + 1,8A_{\rm \gamma}.$$
 (3. 149)

Подставив значение содержания урана и радона из выражений (3. 148) и (3. 149) в третье уравнение системы (3. 147), определяют формулу анализа на торий:

$$Q_{\rm Th} = 7,33A_{\rm MC} - 5,85A_{\phi} - 1,48A_{\gamma}.$$
 (3. 150)

157

Измерения, как и по предыдущей методике, выполняют одновременно по трем каналам. Для этого кассету из 6 счетчиков СТС-6 заменяют кассетой из 5 счетчиков МС-4 или экранируют счетчики СТС-6 фильтром толщиной 0,2 г/см²; этими счетчиками измеряют суммарное бета-гамма-излучение пробы.

Для измерения гамма- и жесткого бета-излучения два ряда счетчиков МС-4 экранируют фильтром толщиной 0,27 *г/см*³. Одновременио сцинтилляционным счетчиком измеряют гамма-излучение от проб во всех трех кюветах. Для улучшения порога чувствительности анализа на уран над верхним рядом счетчиков можно расположить четвертую кювету с пробой.

Основной недостаток этой методики по сравнению с предыдущей заключается в более низкой чувствительности анализов на торий и радон вследствие малой чувствительности измерения жесткого бета-излучения. Однако она имеет преимущество, состоящее в том, что все измерения выполняются по общему бета-гамма-излучению без применения спектрометрической аппаратуры.

В табл. 3. 21 сравниваются пороги чувствительности анализов при использовании в качестве третьего параметра жесткого бетаизлучения и дискриминированного гамма-излучения пробы для времени измерений 60 *мин*.

Таблица 3.21

	Порог чувствительности анализо <i>n</i> ·10 ⁻³ %				
Элемент	при фильтрации бета-излучения	при дискриминации гамма-излучения			
Уран - Радон - Торий -	0,45 3,60 8,40	0,45 1,20 2,40			

Порог чувствительности анализов по методикам с применением измерений жесткого бета-излучения и дискриминированного гамма-излучения

Примечание. Естественный фон при измерении жесткого бета-излучения и дискриминированного гамма-излучения равен соответствению 240 и 60 имп/мин, а скорость счета от урано-радневого эталона, содержащего 1.10⁻²% урана, 6 и 7 имп/мин.

11. Анализ с применением прокаливания

При высоких температурах пробы теряют радон. В этом случае интенсивность гамма-излучения, обусловленная продуктами распада радона, уменьшается пропорционально потере радона, а интенсивность гамма-излучения элементов урановой группы, калия и тория не изменяется. Эту особенность можно использовать для определения радона и тория в пробах по результатам их гамма-из-

мерений сцинтилляционным гамма-счетчиком до и после прокаливания.

Измерения и прокаливание выполняют в огнеупорных тарелках диаметром 60 *мм* и высотой 10 *мм* из жаропрочной нержавеющей стали.

Измерения производят после прокаливания, спустя 2,5 *ч.* За это время Ra (B + C) приходит в равновесие с оставшимся в пробе радоном.

В табл. 3. 22 приведена гамма-активность проб весом 40 г с крупностью зерна 100 меш до и после прокаливания при температуре 1000° С в муфельной печи МП-2 с терморегулятором. При расчете гамма-активности вводилась поправка на гамма-излучение элементов урановой группы.

Таблица 3.22

_		Интенсивн излучеви	Потери радона при	
Вещественный состав пробы		до прокали- вания	после прокалнвавия	прокаливании Р. отн. ед.
Силикатная I Силикатная II Карбонатная Угли Гематитово-магнетитовая	•	100 100 100 100 100	30 28 26 25 20	0,70 0,72 0,74 0,75 0,80

Потери радона при прокаливании проб

Из табл. 3. 22 видно, что потери радона при прокаливании проб различного вещественного состава различаются незначительно. Это позволяет принять экспериментально определенный коэффициент P для проб близкого вещественного состава (при данном режиме и условиях прокаливания) постоянным и по результатам измерения гамма-излучения пробы до (A_{γ}) и после $(A_{\gamma n})$ прокаливания составить систему уравнений

$$A_{\gamma} = aQ_{U} + bQ_{Rn} + cQ_{Th} + dQ_{K}, \qquad (3. 151)$$
$$A_{\gamma n} = aQ_{U} + (1 - P) bQ_{Rn} + cQ_{Th} + dQ_{K}.$$

Решение уравнений (3. 151) имеет следующий вид:

$$Q_{\rm Rn} = \frac{1}{bP} (A_{\gamma} - A_{\gamma n}),$$
 (3. 152)

$$Q_{\rm Th} = \frac{A_{\gamma} - aQ_{\rm U} - bQ_{\rm Rn} - dQ_{\rm K}}{c}.$$
 (3. 153)

При гамма-измерениях сцинтилляционным счетчиком с фильтром из свинца толщиной 2 мм влиянием гамма-излучения элемен-

тов урановой группы можно пренебречь (a = 0,02) и принять в формуле (3. 153) эталонный эквивалент радона равным единице (b = 1). При измерении рудных проб гамма-излучение калия также можно не учитывать ($d = 1,5-1,7\cdot10^{-4}$). В этом случае содержание не только радона, но и тория определяется из двух измерений пробы по гамма-лучам — до и после ее прокаливания:

$$Q_{\rm Th} = \frac{1}{bPc} \left[A_{\gamma} \left(bP - 1 \right) + A_{\gamma n} \right]. \tag{3. 154}$$

Коэффициент $\frac{1}{bF}$ в формуле (3. 152) определяют по результатам гамма-измерений проб с известным содержанием радона до и после их прокаливания из выражения

$$\frac{1}{bP} = \frac{Q_{\mathrm{Rn}}}{A_{\gamma} - A_{\gamma \pi}}.$$
 (3. 155)

С этой целью до и после прокаливания следует измерить гаммаактивность нескольких проб соответствующего вещественного состава с известным содержанием радона и по этим данным рассчитать среднее арифметическое значение коэффициента $\frac{1}{bP}$.

Система уравнений (3. 151) в сочетании с двумя выражениями, составленными по измерениям суммарного бета-гамма-излучения счетчиками СТС и МС, позволяет рассчитать содержание всех четырех радиоактивных элементов: урана, радона, тория и калия.

Метод прокаливания может быть использован также для диагностики природы радиоактивности рудных проб, гамма-активность которых (в %-экв урана) больше бета-активности $(A_{\gamma} > A_{\beta})^{1}$. Если после прокаливания при 1000° С активность пробы резко падает, она содержит преимущественно радий; если гамма-активность уменьшается незначительно или совсем не изменяется, проба содержит в основном торий.

Прокаливание используют также для восстановления равновесия между тороном и радиоторием и между радоном и радием в эманирующих пробах.

В связи с тем, что после прокаливания при температуре 1000° С проба практически не эманирует, равновесие между тороном и радиоторием восстанавливается через 2—3 суток (период полураспада ThB равен 10,6 ч), а между радоном и радием через 25—30 суток.

Преимущество такого способа восстановления равновесия перед обычным способом герметизации заключается, во-первых, в том, что накапливающиеся радон и торий распределяются в пробе равномерно по всему ее объему, во-вторых, после восстановления радноактивного равновесия в пробе можно измерять не только ее

¹ Пробы с соотношением $A_{\gamma} \leqslant A_{\beta}$ являются большей частью урановыми.

гамма-излучение, но также и бета-излучение и, в-третьих, отпадает необходимость в специальных герметических сосудах. Подчеркнем, что метод прокаливания можно применять для количественного определения тория и радона, только если коэффициент *Р* для пород данного типа изменяется не более чем на 2—3%.

§ 21. Оценка влияния калия и радия Е на результаты анализов

Влияние калия и RaE на результаты анализов можно оценить по результатам измерений счетчиками СTC и MC суммарного бетагамма-излучения проб в промежуточных для бета-лучей слоях, для которых эталонные эквиваленты RaE равны соответственно 0,07 и 0,02.

С учетом влияния бета-излучения RaE уравнения при измерениях счетчиками СТС и МС имеют следующий вид:

 $A_{\rm CTC} = 0.48 Q_{\rm U} + 0.45 Q_{\rm Rn} + 0.07 Q_{\rm RaE} + 0.206 Q_{\rm Th} + 6.40 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K};$ $A_{\rm MC} = 0.47 Q_{\rm U} + 0.51 Q_{\rm Rn} + 0.02 Q_{\rm RaE} + 0.210 Q_{\rm Th} + 2.6 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}.$

Если из первого уравнения вычесть второе, получим

$$A_{\rm CTC} - A_{\rm MC} = 0,01 (Q_{\rm U} - Q_{\rm Rn}) + 0,05 (Q_{\rm RaE} - Q_{\rm Rn}) - 0,004 Q_{\rm Th} + 3,8 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}.$$

Пренебрегая первым и третьим членами правой части уравнения и находим:

 $A_{\rm CTC} - A_{\rm MC} = 0.05 (Q_{\rm RaE} - Q_{\rm Rn}) + 3.8 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}.$

Таким образом, если, например, в пробе содержится 5% калия, то $A_{\rm CTC}$ будет больше $A_{\rm MC}$ по абсолютной величине на $1.9 \times 10^{-3}\%$ U.

Когда в пробе содержится 0,1% радона и 0,2% RaE, результат измерения счетчиками СТС завышается по абсолютной величине на 0,005%.

В случае сдвига равновесия в сторону недостатка RaE по сравнению с радоном результат измерений счетчиками СТС занижается. Если результаты измерений активности счетчиками СТС и МС совпадают, калий в пробах отсутствует и между RaE и радоном имеет место равновесие. При анализах таких проб вместо толстостенных счетчиков можно применять более чувствительные тонкостенные бета-счетчики.

¹ При необходимости можно добиться полного совпадения эталонных эквивалентов урановой группы путем изменения толщины слоя пробы и тем самым полностью исключить первый член уравнения.

§ 22. Определение содержания урана, радона и тория по спектрометрическим гамма-измерениям на установках ЛСУ-5К и-ЛАС

Для спектрометрических методов исследований проб применяют установки ЛСУ-5К и ЛАС. Методические приемы анализов на этих установках в основном одинаковы; отличия заключаются лишь в некоторых деталях техники измерений. В связи с этим далее излагаются методики анализа трехкомпопентных проб только на установке ЛСУ-5К¹.

12. Анализ проб по бета-измерениям и дифференциальным гамма-измерениям

Методика анализа основана на измерениях общего бета-излучения пробы, а также в дифференциальном режиме — на участках спектра 0,32—0,38 и 0,22—0,26 *Мэв*. При анализах малых навесок бета-измерения заменяют гамма-измерениями в области энергии 0,095—0,110 *Мэв*.

Условия измерений по всем каналам, выбор необходимых участков спектра и расчет эталонных эквивалентов аналогичны таковым при анализе четырехкомпонентных проб.

Для гамма-измерений используют кристалл с альфа-реперным источником; это повышает стабильность результатов измерений, а следовательно, и точность анализов; более высокий фон (за счет реперного источника) практически не увеличивает погрешности анализа рудных проб, так как величина фона незначительна по сравнению с активностью проб. В зависимости от навески пробы и ее активности измерения выполняют в фигурных стаканах или в круглых тарелках, которые входят в комплект прибора ЛСУ-5К. Эталонные эквиваленты урана, радона и тория определяют для тех же геометрических условий, при которых измеряется активность проб.

После подстановки соответствующих значений эталонных эквивалентов в систему уравнений (3. 79) и ее решения по формулам (3. 80)—(3. 82) рассчитывают коэффициенты в формулах для определения урана, тория и радона.

Пример. Требуется рассчитать коэффициенты в формулах для определения урана, радона и тория и оценить возможные систематические погрешности анализов.

Если записать результаты измерений активностей A_1 , A_2 , A_3 , A_5 проб в дифференциальном режиме, на участках гамма-спектра в интервале энергий 0,095—0,110, 0,32—0,38, 0,22—0,26 *Мэв* и по бета-излучению с помощью сцинтилляционного бета-счетчика, то

¹ Методика определения урана, радона, тория на установке ЛАС подробно изложена Д. В. Токаревой (1961).

с учетом эталонных эквивалентов, приведенных в табл. 3. 16, уравнения баланса активностей приобретут следующий вид:

$$A_{1} = 0,225Q_{U} + 0,775Q_{Rn} + 0,425Q_{Th},$$

$$A_{2} = 0,009Q_{U} + 0,991Q_{Rn} + 0,233Q_{Th},$$

$$A_{3} = 0,023Q_{U} + 0,977Q_{Rn} + 0,676Q_{Th};$$

$$A_{5} = 0,430Q_{U} + 0,570Q_{Rn} + 0,206Q_{Th}.$$
(3. 156)

Пренебрегая гамма-излучением урановой группы во II и III каналах, из первых трех уравнений (3. 156) находим

$$\hat{Q}_{U} = 4,45A_{1} - 1,03A_{2} - 2,42A_{3},$$
 (3. 157)

$$Q_{\rm Rn} = 1,53A_2 - 0,53A_3, \qquad (3.158)$$

$$Q_{\rm Th} = 2,26 \ (A_3 - A_2).$$
 (3. 159)

Аналогично из второго, третьего и четвертого уравнений системы (3.156) при замене гамма-измерений в области 0,095— 0,110 *Мэв* бета-измерениями содержание урана можно определить по формуле

$$Q_{\rm U} = 2,33A_5 - 0,93A_2 - 0,40A_3. \tag{3.160}$$

При расчете коэффициента формулы (3. 159) пренебрегли величиной 0,014 ($Q_U - \hat{Q}_{Rn}$), а при расчете коэффициентов формулы (3. 158) — величиной 0,009 ($Q_U - Q_{Rn}$). Формулы (3. 157) и (3. 160) получены путем подстановки

Формулы (3. 157) и (3. 160) получены путем подстановки выражений (3. 158) и (3. 159) в первое и четвертое уравнения системы (3. 156). При таком решении погрешность анализа на торий на основании выражения (3. 103) составляет

$$\Delta Q_{\rm Th}^{\rm Rn} = -0,032 \left(\frac{k_{\rm n}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U}.$$
 (3. 161)

Если пренебречь величиной 0,009 ($Q_U - Q_{Rn}$), погрешность определения радона будет равна

$$\Delta Q_{Rn}^{U} = 0,233 \cdot 0,032 \left(\frac{k_{Rn}^{Rn}}{k_{9}^{Rn}} - 1 \right) Q_{U} + 0,009 \times \left(\frac{k_{Rn}^{Rn}}{k_{9}^{Rn}} - 1 \right) Q_{U} = 0,016 \left(\frac{k_{Rn}^{Rn}}{k_{9}^{Rn}} - 1 \right) Q_{U}. \quad (3. 162)$$

При расчете содержания урана по формулам (3. 157) и (3. 160) абсолютные погрешности анализов вследствие того, что гамма-из-

лучение урана во втором и третьем уравнениях системы (3. 156) не учитывается, следующие:

$$\Delta Q_{\rm U} = -\frac{0.775}{0.225} \, 0.016 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} + \frac{0.425}{0.225} \, 0.032 \times \\ \times \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U}, \qquad (3. 163)$$
$$\Delta Q_{\rm U} = -\frac{0.57}{0.43} \, 0.016 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} + \frac{0.206}{0.43} \, 0.032 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k_{\rm R}^{\rm Rn}}{k_{\rm s}^{\rm Rn}} - 1 \right) Q_{\rm U} = 0.005 \left(\frac{k$$

$$= -0,002 \left(\frac{k_{n}^{Rn}}{k_{s}^{Rn}} - 1 \right) Q_{U}.$$
 (3. 164)

На основании выражений (3. 161)—(3. 164) можно заключить, что в большинстве случаев погрешности анализов на уран, радон и торий будут пренебрежимо малы. Если подобными ошибками пренебречь нельзя, систему уравнений (3. 156) следует решать обычным способом — по формулам (3. 80)—(3. 82).

Из формул (3. 157) и (3. 160) видно, что замена гамма-измерений в области энергий 0,095—0,110 Мэв бета-измерениями приводит к тому, что в формуле для определения урана коэффициент величины А₅ уменьшается в 2 раза по сравнению с коэффициенвеличины A₁, а коэффициент величины A₃ — в 6 раз. TOM Благодаря этому при прочих равных условиях уменьшается и случайная погрешность определения урана. Кроме того, результаты бета-измерений более стабильны и на них практически не влияет вещественный состав проб. Вследствие этого для выделения излучений урана при работе по рассматриваемой методике целесообразнее применять бета-измерения. Однако следует иметь в виду, что при бета-нзмерениях тонкостенными или сцинтилляционными бета-счетчиками без дополнительного фильтра могут возникнуть ошибки из-за влияния излучения калия и неопределенного содержания в эманирующих пробах RaE.

Влияние излучения калия можно оценить путем подстановки его эталопных эквивалентов в соответствующие расчетные формулы. Например, при расчете урана, радона и тория по формулам (3. 157)—(3. 159) и урана по формуле (3. 160) погрешности, обусловленные калием, равны

$$\Delta Q_{U}^{K} = Q_{K} \cdot 10^{-4} (4,45 \cdot 0,74 - 1,03 \cdot 0,46 - 2,42 \cdot 0,86) = 0,73 \cdot 10^{-4} Q_{K},$$

$$\Delta Q_{Rn}^{K} = Q_{K} \cdot 10^{-4} (1,53 \cdot 0,46 - 0,53 \cdot 0,86) = 0,25 \cdot 10^{-4} Q_{K},$$

$$\Delta Q_{Th}^{K} = Q_{K} \cdot 2,26 \cdot 10^{-4} (0,86 - 0,46) = 0,9 \cdot 10^{-4} Q_{K},$$

$$\Delta Q_{U}^{K} = Q_{K} \cdot 10^{-1} (2,33 \cdot 6,6 - 0,93 \cdot 0,46 - 0,40 \cdot 0,86) = 14,62 \cdot 10^{-4} Q_{K}.$$

164

Для сцинтилляционных и торцовых бета-счетчиков эталонный эквивалент RaE приблизительно равен 0,13, поэтому при расчетах по формуле (3. 160) погрешность анализа эманирующей пробы вследствие неопределенного содержания в ней RaE на основании выражения (3. 96) ¹ может достигать следующей величины:

$$\Lambda Q_{U}^{\text{RaE}} = 2,33 \cdot 0,13 \left(\frac{\alpha_{\text{m}} - \alpha_{\text{s}}}{1 - \alpha_{\text{s}}} \right) \frac{k_{\text{m}}^{\text{Ra}}}{k_{\text{s}}^{\text{Ra}}} Q_{U}. \quad (3. 165)$$

Для эталона с коэффициентом эманирования 13% и коэффициентом равновесия между радием и ураном 100% выражение (3. 165) принимает вид:

$$\Delta Q_{II}^{RaE} = 0,35 (a_{\pi} - 0,13) k_{\pi}^{Ra} Q_{U}. \qquad (3. 166)$$

Таким образом, при использовании только гамма-излучения влиянием калия можно пренебречь, а влияние RaE исключается полностью. В случаях анализов по комплексу гамма-измерений в двух дифференциальных режимах и одному бета-измерению сцинтилляционным бета-счетчиком ошибки, обусловленные влиянием излучения калия и RaE, могут быть значительными. В этом случае, например, содержание калия в количестве 5% завышает содержание урана по абсолютной величине на 7,3 · 10⁻³%, а относительная ошибка анализа пробы, имеющей коэффициент эманирования 50% ($\alpha_{\rm n} = 0,5$) и коэффициент равновесия между радием и ураном 200% ($k_{\rm n}^{\rm Ra} = 2$), может достигать 20—25%. Большие погрешности анализов из-за влияния калия и эмани-

Большие погрешности анализов из-за влияния калия и эманирования ограничивают применение тонкостенных газоразрядных и сцинтилляционных бета-счетчиков. Если детекторы такого типа экранировать фильтром толщиной $0,25 \ e/cm^2$, эталонные бета-эквиваленты калия и RaE уменьшатся соответственно до $2,5 \cdot 10^{-4}$ и 0,02. Поэтому погрешности анализов на уран уменьшаются в связи с влиянием калия примерно в $\frac{6,6}{2,5} = 2,6$ раза, в связи с влиянием RaE в $\frac{0,13}{0.02} = 6,5$ раза. Однако при этом порог чувствительности бета-измерений при измерении сцинтилляционным бета-счетчиком снижается в 4,5-5 раз и может оказаться недостаточным для анализов проб с бедной урано-ториевой минерализацией. Это обстоятельство необходимо учитывать при использовании бетасчетчиков с небольшой поверхностью (например, таких, как в установке ЛСУ-5K).

¹ Величина $\frac{l}{l-1}$ в формуле (3. 96) соответствует коэффициенту 2,33 в формуле (3. 160).

13. Особенности анализа малых навесок проб по дифференциальным гамма-измерениям ¹

Анализы малых навесок проб (от десятков миллиграммов до первых единиц граммов) на уран, радон и торий, основаны на гаммаизмерениях в областях энергий 0,095—0,110, 0,32—0,38 и 0,22— 0,26 *Мэв*. Выбор рабочих участков спектра, расчет рабочих формул и порядок измерений сохраняются такими же, как и в предыдущей методике, где используются эти энергетические интервалы.

При измерениях пробы и эталоны крупностью зерна не менее 100 меш насыпают в специальные небольшие капсулы и помещают для повышения чувствительности измерений в углубление (колодец) кристалла.

Вместо кристалла с колодцем, входящего в комплект установки ЛСУ-5Қ, можно использовать заключенный в свинцовый экран специальный датчик, подключенный к какому-либо другому спектрометру. Счетчик состоит из фотоумножителя ФЭУ-35 и кристалла меньшего, чем в установке ЛСУ-5Қ, размера (диаметр и высота 3 см) с колодцем, диаметр которого составляет 1,5 см, а глубина 2 см. Перед анализами необходимо убедиться, что толщина стенок всех капсул одинакова; это осуществляется путем измерений одной и той же пробы во всех капсулах в области энергий 0,095—0,110 Мэв.

При анализах объемы проб и эталонов должны быть одинаковыми при различии навесок (при полном поглощении стенками капсул бета-лучей) не более чем на 50%. Измерения необходимо выполнять с эталоном, схожим по вещественному составу с пробами.

Длительность измерений зависит от активности пробы. Для проб, активность которых в единицах урана равна процентам, время измерений составляет около 30 *мин*; если активность равна десяткам процентов, измерения продолжаются примерно 10 *мин*.

Содержание урана и тория в соответствующих эталонах при выводе формул анализа должно составлять приблизительно 20—30%.

14. Анализ проб по бета-гамма- и жесткому гамма-излучениям

Анализ выполняется по комплексу бета- и гамма-измерений в дифференциальном режиме путем выделения жесткого гаммаизлучения ThC" (2,62 *Мэв*). Как видно на рис. 31, при пороге дискриминации выше 1,5 *Мэв* интегральная кривая спектра гаммаизлучения тория идет выше интегральной кривой урана. Благодаря этому урановый эквивалент тория оказывается больше единицы, в то время как при измерении общего гамма-излучения он не превышает 0,4.

¹ Методика разработана Е. И. Зайцевым (1958).

Для выделения излучения урана измеряют бета-излучение пробы сцинтилляционным счетчиком, а для выделения излучения радона — общее гамма-излучение по I каналу в интегральном режиме. Уровень дискриминации в данном случае составляет около 0,02 *Мэв*.

Жесткую составляющую гамма-излучения следует измерять по IV каналу ¹. Для выбора необходимого уровня дискриминации



Рис. 31. Интегральные кривые гамма-спектра равновесной урановой и торневой руд

в этом канале снимают интегральные кривые активности урановой и ториевой руд. Оптимальным считают такой уровень дискриминации, при котором скорость счета от урано-радиевого эталона составляет 0,5%, а от ториевого около 2% скоростей их счета при измерении общего гамма-излучения.

Чувствительность анализов по описываемой методике в связи с малой чувствительностью измерений жесткого гамма-излучения невелика. Для ее увеличения жесткое гамма-излучение целесооб-

¹ При измерениях рассматриваемым методом на установке ЛСУ-5К общее гамма-излучение можно также измерять одновременно по I и II каналам, а жесткую составляющую — по III и IV каналам; это позволит уменьшить ошибки счета (что особенно важно при измерениях гамма-активности по жесткой составляющей) и исключить возможные промахи.

разно регистрировать в дифференциальном режиме с широким окном, устанавливая такой верхний уровень дискриминации, чтобы скорость счета от тория составляла величину порядка 0,1—0,2% его общего гамма-излучения.

Амплитуды импульсов, обусловленных жестким гамма-излучением (2,62 *Мэв*), целесообразно растянуть соответствующим усилением до 40—45 в; при этом уменьшается влияние дрейфа порога дискриминации па результаты измерений.

Измерения по этой методике выполняют без альфа-реперного источника.

В табл. 3. 23 приведены примерные эталонные эквиваленты по общему и жесткому гамма-излучениям и порог чувствительности измерений активности проб для навески 300 г при продолжительности измерений 60 мин.

Таблица 3. 23

	зен- Зен- И,	итель- и па	Эталонные экв			аленты	чув- трнс. змере- тавно- 0-3%
Вид иэмерений	Естест. вый фс имп/ми	Чувств ность, имп/ми 1% U	урап (a)	радои (<i>b</i>)	торый (<i>c</i>)	калий (d), л ·1)-4	Порог ствител сти из ний акт сти л.1 U
Общее гамма-излуче- ние при уровне дискри- минации 0,02 <i>Мэв</i>	600	201 000	0,03	0,97	0,40	1,1	0,069
иение · ·	30	990	0,0	1,00	1,5	0,0	1,0

Примерные эталонные эквиваленты и порог чувствительности при измерениях общего и жесткого гамма-излучений на установке ЛСУ-5К

С учетом эталонных бета-эквивалентов (см. табл. 3. 16) и гамма-эквивалентов (см. табл. 3. 23) система уравнений принимает вид:

$$A_{\beta} = 0,434 Q_{\text{II}} + 0,566 Q_{\text{Rn}} + 0,206 Q_{\text{Th}},$$

$$A_{\gamma} = 0,030 Q_{\text{U}} + 0,970 Q_{\text{Rn}} + 0,400 Q_{\text{Th}},$$
 (3. 167)

$$A_{\gamma_{\pi}} = 1,00 Q_{\text{Rn}} + 1,500 Q_{\text{Th}}.$$

Далее решаем систему уравнений по схеме (3. 80)-(3, 82):

$$Q_{\rm U} = 2,43A_{\beta} - 1,50A_{\gamma} + 0,07A_{\gamma_{\rm H}},$$
 (3. 168)

$$Q_{Rn} = 1,48A_{\gamma} - 0,38A_{\gamma_{\pi}} - 0,10A_{\beta}, \qquad (3. 169)$$

$$Q_{\rm Th} = 0.92A_{\gamma_{\rm g}} - 0.99A_{\gamma} + 0.07A_{\beta}.$$
 (3. 170)

Формула (3. 168) получена для случая измерений бета-активности сцинтилляционным бета-счетчиком без фильтра. При этом погрешности определения урана, обусловленные неопределенным содержанием RaE и калия в пробе, при измерениях с равновесным эталоном (коэффициент эманирования равен 13%) составляют

$$\Delta Q_{U}^{\text{KaE}} = 0.30 \left(u_{\pi} - 0.13 \right) k_{\pi}^{\text{P}^{2}} Q_{U}, \qquad (3.171)$$

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = 14 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}. \tag{3.172}$$

В связи с такими большими ошибками бета-измерения сцинтилляционным бета-счетчиком целесообразно выполнять с дополнительным фильтром толщиной 0,25 г/см².

Пороги чувствительности анализов неравновесных урано-ториевых проб, не содержащих калия на установке ЛСУ-5К, рассчитанные для времени измерений 60 *мин*. приведены в табл. 3. 24.

Таблица 3.24

Методика анализа	Порог чувствительности анализа. $n \cdot 10^{-3} \%$				
	на уран	на радон	на торий		
Измерения в дифференциальном режиме на участках гамма-спектра 0,095—0,110, 0,32—0,38, 0,22—0,26 Мэв Гамма-измерения в области энер- гий 0,32—0,38, 0,22—0,26 Мэв и бета- измерения сцинтилляционным бета- счетчиком без фильтра То же с фильтром толщиной 0,25 г/см ²	0,550 0,34 1,51	0,140 0,14 0,14	0,29 0,29 0,29		
Измерения общего бета-излучения с фильтром толщиной 0,25 г/см ² , общего гамма-излучения и жесткого гамма- излучения (2,62 <i>Мэв</i>)	1,60	0,82	1,90		

Порог чувствительности анализов комплексных неравновесных урано-ториевых проб на установке ЛСУ-5К

§ 23. Сравнительная оценка методик анализа трехкомпонентных проб на уран, радон и торий

Чувствительность многорядной установки для измерения активности руд и пород с бедной урано-ториевой минерализацией максимальна при апализах по суммарному бета-гамма-излучению, общему гамма-излучению и гамма-излучению в области 0,24—0,26 или 2,62 *Мэв*. Если в комплекте установки нет дискриминатора, гамма-измерения в дифференциальных режимах заменяют измерениями жесткого бета-излучения с помощью счетчиков МС (фильтр толщиной 0,27 г/см²) или с помощью счетчиков СТС (фильтр толщиной 0,45—0,5 г/см²); при этом порог чувствительности анализов на торий и радон повышается.

Анализ с применением прокаливания целесообразно применять только в случае, когда из-за отсутствия аппаратуры нельзя воспользоваться каким-либо другим методом. Однако прокаливание можно рекомендовать как дополнительную предварительную операцию перед определением тория в пробах со значительным преобладанием радона. После прокаливания гамма-активность пробы, обусловленная излучением группы радона, уменьшается примерно в 3 раза, поэтому гамма-излучение тория выделяется более контрастно.

Прокаливание бывает полезно и для того, чтобы восстановить равновесие между тороном и радиоторием и между радоном и радием в эманирующих породах. Равновесие между тороном и радиоторием восстанавливается через 2 суток, а между радоном и радием практически через 15—20 суток. Преимущество такого способа перед герметизацией проб заключается в том, что эманация накапливается равномерно по всей пробе. Однако в ряде случаев после прокаливания эманирование полностью не прекращается.

На установке ЛСУ-5К наиболее рационально производить анализы проб по измерениям общего бета-излучения с фильтром толщиной 0,25 г/см² и гамма-излучения в области энергий 0,32—0,38 и 0,22—0,26 *Мэв*.

При бета-измерениях без фильтров чувствительность анализов па уран повышается в 3-4 раза. Однако одновременно с этим резко возрастают погрешности, обусловленные излучением калия и неопределенным содержанием RaE в пробе. Поэтому бета-измерения без фильтров можно применять, только предварительно убедившись, что для анализируемых проб влиянием RaE и калия можно пренебречь. Гамма-измерения в области энергий 0,095-0,110 Мэв при анализе трехкомпонентных проб нежелательны, так как, кроме вещественного состава, на результат анализа сильно влияют статистические ошибки измерений в связи с тем, что коэффициент в расчетной формуле анализа перед результатом измерений гаммаактивности проб в этом участке спектра очень велик (4,5-5,0). Например, при анализе равновесных проб, не содержащих тория, относительная случайная погрешность измерений гамма-активпости в 2-3% вызывает относительную погрешность анализа проб па уран в 10-15%, а при коэффициенте равновесия, равном 200%, она достигает 30%.

XXIV. АНАЛИЗ ДВУХКОМПОНЕНТНЫХ ПРОБ

К двухкомпонентным относятся комплексные урано-ториевые пробы, в которых коэффициент равновесия между радоном и ураном такой же, как в эталопе, а также урановые пробы с неопре-

деленным коэффициентом равновесия между радоном и ураном. В пробах первого типа определяют уран и торий, в пробах второго типа — уран и радон.

Анализ таких проб в большинстве случаев выполняется по общему бета- и гамма-излучению на установках, позволяющих вести измерения одновременно по двум каналам. Широко применяются многосчетчиковые установки, в которых одновременно выполняются бета- и гамма-измерения одной навески; эти установки используют газоразрядные счетчики, собранные в две группы по нескольку штук. Широкое распространение получили установки, представляющие собой сочетание сцинтилляционного гамма-счетчика с газоразрядными бета-счетчиками. Конструктивно они отличаются друг от друга количеством, типом и расположением газоразрядных счетчиков относительно кристалла и его размерами. Имеются также установки, в которых измерения выполняются гамма-сцинтилляционным и бета-сцинтилляционным счетчиками.

Иногда гамма-измерения при анализах проб производят в двух энергетических интервалах; в таком случае датчик может состоять из одного спектрометрического сцинтилляционного гамма-счетчика. Например, используя спектрометрический кристалл с колодцем, по измерению гамма-излучения, как общего, так и в области энергий 0,095—0,110 *Мэв*, анализируют малые навески урановых проб с неопределенным коэффициентом равновесия между радоном и ураном. Для анализа комплексных радиево-ториевых проб измеряют гамма-излучение в области энергий 0,22—0,26 и 0,32—0,38 *Мэв* или в других энергетических интервалах, например жесткое гамма-излучение по линии 2,62 *Мэв* и общее гамма-излучение.

Расчет содержания урана в пробах с неопределенным коэффициентом равновесия между радоном и ураном выполняется, как это показано выше, по формуле (3. 75), а расчет содержания урана и тория в урано-ториевых пробах — по формулам (3. 75) и (3. 78).

При определении величины *l* в формуле (3. 75) используют не сами эталонные эквиваленты, а их отношения; в связи с этим при расчете *l* исключаются погрешности, связанные с неправильным определением содержания урана в рабочем эталоне, и не нужно точно знать содержание радия, урана и тория в эталонах, приготовленных соответственно из радия, окиси—закиси урана и тория. Величину *l* рассчитывают по выражению

$$l = \frac{A_2}{A_1}, \qquad (3.173)$$

где A_2 и A_1 — результаты двух измерений активности эталонов радия, окиси—закиси урана или тория в различных условиях, выраженные в % урана по формулам (3. 11) и (3. 12).

Прн наличии в этих эталонах примесей других радиоактивных элементов вводятся поправки на их излучение. Например, отношение радоновых или ториевых эталонных эквивалентов с учетом поправки на излучение урана рассчитывают по выражению

$$l = \frac{A_{\circ} - Q_{\rm II}}{A_{\rm I} - Q_{\rm U}}, \qquad (3.174)$$

где Q_U — содержание урана в ториевом эталоне или в резко неравновесном урановом эталоне.

Коэффициент i_{Rn} лучше всего определять по измерениям радиевого эталона, не содержащего урана, или эталона с резким сдвигом равновесия в сторону избытка радона. Если измерения производят по бета-излучению, необходимо, чтобы коэффициент равновесия между RaE и радоном был таким же, как в рабочем эталоне, или чтобы бета-излучение RaE в значительной мере отфильтровывалось, как, например, при использовании счетчиков типа MC. Коэффициент i_{Rn} чаще всего рассчитывают по формуле (3. 174) на основании измерений активности эталона окиси—закиси урана. Однако при этом необходимо как можно точнее знать содержание урана в эталонах окиси—закиси урана и урана—радия.

Другой способ определения отношений эталонных эквивалентов радона и тория сводится к расчетам по формуле

$$l' = \frac{1 + b_1 \left(\frac{k_3^{'Rn}}{k_3^{Rn}} - 1\right)}{1 + b_2 \left(\frac{k_3^{'Rn}}{k_3^{Rn}} - 1\right)} l, \qquad (3. 175)$$

где b_1 , b_2 — радоновые эквиваленты в первом и втором уравнениях для урано-радиевого эталона с коэффициентом равновесия k_3^{Rn} ; l, l' — отношения урановых, радоновых, ториевых или калиевых эквивалентов для урано-радиевых эталонов с коэффициентами равновесия соответственно k_3^{Rn} и $k_3'^{\text{Rn}}$.

§ 24. Анализ неравновесных урановых или комплексных урано-ториевых проб по бета-гамма-излучению в насыщенных для бета-лучей слоях

15. Анализ на многосчетчиковой установке 1

Многосчетчиковая установка (рис. 32) состоит из специального датчика и двух пересчетных установок типа Б или других устройств. В датчике расположены две группы счетчиков МС-6 по 4 в группе, каждая из которых подключена к отдельной счетной установке. Датчик (рис. 33) помещен в свинцовый или железный экран,

¹ Многосчетчиковая установка и методика анализа на ней разработаны И. П. Шумилиным при участии М. Д. Михайловского и К. И. Быковой (1952).

Рис. 32. Многосчетчиковая установка для бетагамма-измерений газоразрядными счетчиками.





Рис. 33. Датчик многосчетчиковой установки.



Рис. 34. Кюветы для проб.

представляющий собой разборный прямоугольный ящик с толщиной стенок 4 см. Передняя стенка экрана насажена на горизонтальную ось с пружиной и благодаря этому легко перемещается. Между рядами счетчиков МС-6 помещена заземленная алюминиевая полочка (пластинка), на которую ставят кюветы с пробами (рис. 34). Суммарная толщина дна кюветы и алюминиевой пластинки (1,5 г/см²) достаточна для полного поглощения бета-излучения.

При подготовке установки к работе нужно заземлить пересчетные устройства, свинцовый экран, катоды счетных трубок, алюминиевую пластинку между рядами счетчиков и металлические оплетки проводов, соединяющих аноды верхнего и нижнего ряда счетчиков с соответствующими входными усилительными устройствами БГС. Затем следует сгруппировать по четыре счетчика MC-6 с близкими характеристиками и проверить отсутствие электромагнитных наводок между рядами счетчиков.

После этого необходимо проверить идентичность чувствительности верхней и нижней групп счетчиков следующим образом: поместить между рядами счетчиков прямоугольную плексигласовую кювету размерами $20 \times 10 \times 1$ см, наполненную пробой до уровня бортиков, поверхность пробы закрыть алюминиевым фильтром, толщина которого эквивалентна толщине дна кюветы вместе с алюминиевой полочкой. Верхние счетчики необходимо установить по отношению к поверхности пробы так, чтобы отсчеты нижних счетчиков были примерно на 5—10% больше отсчетов верхних. Благодаря этому автоматически вводится поправка на гаммаизлучение, поглощенное в фильтре.

Подготовка эталонов и проб для измерений. Эталон и пробы измеряют в прямоугольных кюветах при толщине слоя 1 см и поверхности 20×10 см (для содержания урана до 0,2%), 10×5 см (для содержания урана до 1%) и 10×2 см (для содержания урана более 1%); при измерении богатых руд (содержание урана больше 5%) размеры кювет еще уменьшаются. Эталон и проба должны занимать весь объем кюветы.

В зависимости от активности пробы для анализа требуются различные навески: при содержании урана до 0,3% - 150 - 300 e, от 0,3 до 1% - 50 - 75 e, более 1% - 20 - 30 e.

Пробы, измельченные до крупности зерен 80—100 меш, при помощи полевого радиометра ориентировочно разделяют по активности на указанные выше 3 группы. Пробами каждой группы наполняют кюветы соответствующих размеров. Поверхность проб тщательно разравнивают. При этом насыпная плотность проб должна быть не менее 0,8—0,9 г/см², иначе толщина слоя будет ненасыщенной по бета-лучам. Кювету, наполненную порошковой пробой, взвешивают; из суммарного веса кюветы и порошка вычитают вес кюветы (обозначен на каждой кювете). Вес порошка (в граммах), наполняющего кювету, и номер пробы записывают графитовым карандашом на бортике кюветы. При взвешивании нужно следить за тем, чтобы пробы не отличались по весу от эталона более чем на 15%.

Пробы поступают на измерения по группам. Сначала производят измерения проб первой группы, затем — второй и после этого — третьей.

Порядок измерений. Сначала измеряют естественный фон одновременно нижней и верхней группами счетчиков. При стабильной работе установки и надежной экранировке счетчиков фон достаточно определять 1—2 раза в сутки: в начале, а также в середине или в конце рабочего дня. Продолжительность измерения фона 20—25 мин.

Затем необходимо определить чувствительность установки. В начале ее эксплуатации и при замене счетчиков скорость счета от эталона необходимо измерять 2—3 раза в смену. Через 3—4 суток из единичных измерений следует вывести среднее арифметическое значение скорости счета по бета- и гамма-излучению (в импульсах в минуту). Для расчета содержания урана в пробах следует пользоваться средними арифметическими значениями чувствительности установки к бета- и гамма-излучению. Поэтому в дальнейшем измерения скорости счета от эталона нужны только для контроля за стабильностью работы установки и их можно производить 2—3 раза в неделю.

Скорость счета от эталона измеряют одновременно верхним и нижним рядами счетчиков: верхние счетчики измеряют суммарную интенсивность бета-гамма-излучения и естественный фон Φ_1 , нижние — гамма-излучение и естественный фон Φ_2 . Из суммарной скорости счета верхними счетчиками $i^{\beta+\gamma+\varphi}$ вычитают Φ_1 , а из скорости счета нижними Φ_2 . Разность отсчетов верхними и нижними счетчиками с поправками на фон соответствует скорости бетасчета от эталона i_5^{β} , а скорость счета нижними счетчиками с поправкой на фон — скорости гамма-счета от эталона I_3^{γ} .

Для упрощения расчетов содержания урана в пробах по величине, обратной чувствительности установки, определяют константы эталона:

$$k_{\beta} = \frac{\hat{Q}_{U}^{3}}{I_{S}^{\beta}}, \qquad (3. 176)$$

$$k_{\gamma} = \frac{Q_{U}^{3}P_{3}}{I_{S}^{\gamma}}, \qquad (3. 176)$$

где \hat{Q}_{0}^{2} — содержание урана в эталоне в %: P_{3} — вес эталона в г. При смене счетчиков и изменении чувствительности установки константы следует рассчитывать заново.

Пример. На установке с $\Phi_1 = 231 \, umn/muh$ и $\Phi_2 = 235 \, umn/muh$ от эталона весом $P_3 = 282 \, s$, содержащим 0,1% урана, получены

скорости счета $I^{\hat{p}+\gamma+\hat{\varphi}_1} = 3728 \, umn/muн$ и $I^{\gamma+\phi_2} = 1081 \, umn/mun$. Из результатов измерений получим

$$I_{3}^{\gamma} = 1081 - 235 = 846 \text{ umn/muh},$$

 $I_{3}^{\beta} = 3728 - 231 - 846 = 2651 \text{ umn/muh}.$

Отсюда

$$k_{\beta} = \frac{0.1}{2651} = 3,86 \cdot 10^{-5} \frac{\%}{u m n/m u H},$$
$$k_{\gamma} = \frac{0.1 \cdot 282}{846} = 3,33 \cdot 10^{-2} \frac{\%}{u m n/m u H}.$$

Определение коэффициентов в расчетных формулах. Для уранорадиевых эталонов с различными коэффициентами равновесия между радоном и ураном должны быть определены соответствующие им коэффициенты l в расчетной формуле анализа. При опредлении этих коэффициентов необходимо учитывать, что величина lравна отношению эталонных эквивалентов радона (l_{Rn}) при определении урана в неравновесных урановых рудах и отношению эталонных эквивалентов тория (l_{Th}) при измерении урано-ториевых руд с таким же коэффициентом равновесия между радоном и ураном, как в эталоне. В связи с этим коэффициенты будут зависеть как от радиоактивного равновесия в эталоне, так и от природы радиоактивности анализируемых проб.

Для определения значения i_{Rn} надо иметь эталон окиси—закиси урана или пробу с резким сдвигом равновесия в сторону избытка радона, а при расчете i_{Tb} — эталон тория. Расчет эталопных эквивалентов выполняют по формулам (3. 58)—(3. 62); например, на основании табл. 3. 25.

$$a_{\beta} = \frac{0,104}{0,2} = 0,52,$$

$$a_{\gamma} = \frac{0,012}{0,2} = 0,06,$$

$$b_{\beta} = 1 - 0,52 = 0,48,$$

$$b_{\gamma} = 1 - 0,06 = 0,94,$$

$$c_{\beta} = \frac{0,115 - 0,025}{0,5} = 0,18,$$

$$c_{\gamma} = \frac{0,240 - 0,025}{0,5} = 0,43.$$

Величину эталонных эквивалентов определяют по среднему арифметическому из результатов нескольких измерений. Порядок измерений тот же, что и для проб.

176

Согласно данным табл. 3. 25, отношения эталонных эквивалентов тория и радона равны

$$l_{\rm Rn} = \frac{0.94}{0.48} = 1,96,$$

 $l_{\rm Th} = \frac{0.43}{0.18} = 2,39.$

Таблица 3.25

Результаты измерения эталонов для вывода коэффициента (

Эталон	Bec,	Скор сче ижп	рость ета, / <i>мин</i>	Актив % У1	ность, рана	Эталонные эквиваленты	
		Γ _β	Iγ	A _β	Aγ	Эталс эквива в 1,00 2 0,52 0 0.18	Ŷ
Урано-радневый, содер- жащий 0,1% U; коэффициент эманирования 13% Окись—закись урана, со- держащий 0,2% U Ториевый, содержащий 0,5% Th и 0,025% U	282 282 282	2561 2660 2940	846 102 2032	0,1 0,104 0,115	0,1 0,012 0,240	1,00 0,52 0,18	1,00 0,06 0,43

На основании формулы (3. 174) отношение эталонных эквивалентов можно рассчитать непосредственно по величинам бета- и гамма-активности соответствующих эталонов, выраженным в % урана:

$$l_{\rm Rn} = \frac{0,012 - 0,2}{0,104 - 0,2} = 1,96,$$

$$l_{\rm Tn} = \frac{0,240 - 0,025}{0,115 - 0.025} = 2,39.$$

Подставив полученные значения *l* в выражение (3. 75), получим формулы для определения содержания урана соответственно в неравновесных урановых и комплексных урано-ториевых рудах:

$$Q_{\rm U} = A_{\rm B} + 1,04 \ (A_{\rm B} - A_{\rm y}), \qquad (3.\ 177)$$

$$Q_{\rm U} = A_{\rm B} + 0.72 \, (A_{\rm \beta} - A_{\rm \gamma}). \tag{3. 178}$$

Измерения проб. При измерениях пробу, как и эталон, помещают между рядами счетчиков в строго фиксированном положении. Если имеется возможность, целесообразно анализировать одну и ту же пробу на двух установках. При достаточном навыке лаборант может вести измерения на двух установках почти с той же производительностью. как и на одной.

Пример. Требуется рассчитать содержание урана и радона в пробе, не содержащей тория, измеренной на установке с параметрами, рассчитанными выше. Если скорости счета от пробы и фона верхними и нижними счетчиками

11

$$I_{\pi}^{\gamma+\varphi_{1}} = 903 \, u_{M}n/MuH$$
,

скорости бета- и гамма-счета от пробы составляют соответственно

$$I_{n}^{\beta} = 3570 - 231 - 668 = 2671 \, u_{M}n/MuH$$

 $I_n^{\gamma} = 903 - 235 = 668 \, u_{M} n / M u_{H}$.

Отсюда активности пробы весом $P_n = 250 \ e$ по бета- и гаммаизлучению, выраженные в % урана, равны

$$A_{\beta} = I_{n}^{\beta}k_{\beta} = 2671 \cdot 3,86 \cdot 10^{-5} = 0,100,$$
$$A_{\gamma} = \frac{I_{n}^{\gamma}k_{\gamma}}{P_{n}} = \frac{-668 \cdot 3,33 \cdot 10^{-2}}{250} = 0,089.$$

В соответствии с этими данными по формуле (3. 177) определяют содержание урана в пробе:

 $Q_{\rm U}^{\rm n} = 0, 1 + 0, 104 \cdot 0, 011 = 0, 111\%,$

а по формуле (3. 100) (после введения поправки на коэффициент равновесия между ураном и радоном в урано-радиевом эталоне $k_3^{Rn} = 0,87$) — содержание радона в % равновесного урана:

$$Q_{\mathsf{Rn}}^{\mathsf{n}} = 0,089 \cdot 0,87 = 0,078.$$

Затем рассчитывают коэффициент равновесия между радоном и ураном:

$$k_{\rm n}^{\rm Rn} = \frac{0.076}{0.111} 100 = 70\%.$$

Оценка погрешностей и выбор расчетных формул. Выбор той или иной расчетной формулы зависит от радиологических особенностей анализируемых проб. Если при измерении проб оказывается, что $A_{\beta} \ge A_{\gamma}$, такие пробы чаще всего являются ураноыми, поэтому содержание урана следует рассчитывать по формуле (3. 177). Если в пробе $\frac{A_{\gamma}}{A_{\beta}} > l_{Rn}$ (в данном случае больше 1,96), особенно когда это отношение приближается к $l_{Th} = 2,39$, при расчете по формуле (3. 177) получается отрицательный результат. Это указывает на преобладание в пробе тория над ураном и, следовательно, на необходимость расчетов по формуле (3. 178).

При нарушениях равновесия в ряду урана или при заметном содержании в пробе наряду с ураном тория возможны случан, когда в урано-ториевых пробах $A_{\beta} < A_{\gamma}$, но $\frac{A_{\gamma}}{A_{\beta}} < l_{Rn}$. Анализ

этих проб на уран требует создания таких условий измерений, чтобы отношения эталонных эквивалентов радона и тория были равны. Это возможно при измерении суммарного бета-гамма-излучения проб в слоях толщиной ~1,5 г/см² счетчиками МС без фильтра и с фильтром толщиной ~ 0,45 г/см². При этих условиях ториевые и радоновые эквиваленты при измерениях с фильтром и без фильтра составляют

$$c_{\phi} = 0.31, c_0 = 0.23, b_{\phi} = 0.77, b_0 = 0.57,$$

 $l_{Th} = l_{Rn} = 1.35.$

откуда

$$Q_{U} = A_{0} + \frac{i}{1.35 - 1} (A_{0} - A_{\dot{\phi}}) = A_{0} + 2,85 (A_{0} - A_{\dot{\phi}}), \quad (3.179)$$

где A_0 , A_{ϕ} — активность пробы при измерениях суммарного бетагамма-излучения без фильтра и с фильтром.

Оптимальная толщина фильтра при анализах проб по суммарному бета-гамма-излучению составляет около 0,45 *г/см*²; в случае смены счетчиков эту величину следует уточнять заново. Незначительные вариации оптимальной толщины фильтра объясняются тем, что толщина стенок счетчиков МС неодинакова. Поэтому при прочих равных условиях меняется вклад гамма-излучения в суммарное бета-гамма-излучение, фиксируемое счетчиками, и соответственно эталонные эквиваленты и их отношения.

Для одновременных измерений суммарного бета-гамма излучения счетчиками МС без фильтра и с фильтром толщину дна кюветы вместе с алюминиевой полкой устанавливают равной толщине оптимального фильтра.

Радон при комбинированных бета-гамма-измерениях можно определять только в пробах, практически не содержащих тория. На основании эталопных эквивалентов урановой группы, приведенных в табл. 3. 25, содержание радона рассчитывают по формуле

$$Q_{Ru} = 1,13A_{\gamma} - 0,13A_{\beta}.$$

Практически при расчете радона гамма-излучением урановой группы можно пренебречь:

$$Q_{\mathrm{Rn}} = A_{\mathrm{r}}$$

Если в эталоне радон не находится в равновесни с ураном, рассчитанное таким образом содержание радона приводят к равновесному значению путем умножения на коэффициент равновесия между радоном и ураном в эталоне. Для проб этот коэффициент определяют из выражения

$$k_{\rm u}^{\rm Rn} = \frac{A_{\rm u}^{\rm YARn}}{Q_{\rm U}^{\rm u}}$$
. (3. 180)
Торий при комбинированных бета-гамма-измерениях можно определять только в пробах, в которых коэффициент равновесия между радоном и ураном такой же, как и в эталоне. Расчет тория в соответствии с его эталонными эквивалентами, приведенными в табл. 3. 25, производят по формуле

$$Q_{\rm Th} = \frac{A_{\rm \gamma} - A_{\rm \beta}}{0.43 - 0.18} = 4 \left(A_{\rm \gamma} - A_{\rm \beta} \right). \tag{3.181}$$

Если содержание урана по бета-гамма-излучению определено по формуле, в которой коэффициент равен отношению радоновых эталонных эквивалентов, нарушение равновесия не вносит погрешности в результаты анализа. Однако возможны ошибки вследствне влияния излучения тория, калия и бета-излучения RaE. Согласно формуле (3.92) погрешность, обусловленная торием, равна

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm Th} = \frac{1,96 - 2,39}{1,96 - 1} \, 0,18 Q_{\rm Th} = -0,08 Q_{\rm Th}.$$

Погрешность, обусловленная влиянием калия, согласно формуле (3.93) составляет

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = \frac{1.96 - 0.8}{0.96} 2.5 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K} = +3.04 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K}.$$

Влияние RaE следует учитывать, только если коэффициенты равновесия между радоном и RaE в пробе и эталоне неодинаковы. Если предположить, что нарушение равновесия между радоном и RaE в пробе обусловлено эманированием и что радий и RaE находятся в равновесии, то согласно формуле (3. 96) погрешность анализа при измерениях с эталоном, содержащим радий в равновесии с ураном (коэффициепт эманирования равен 13%), может достигать величины

$$\Delta Q_{II}^{RaE} = 0,047 (\alpha_{\rm m} - 0,13) k_{\rm m}^{Ra} Q_{\rm U}.$$

Таким образом, для описываемых условий измерений в присутствии тория результат анализа на уран несколько занижается. При отношении $\frac{Th}{U} < 0,5$ влиянием тория практически можно препебречь, так как относительная ошибка анализа будет <4%. Калий несколько завышает результат анализа на уран; при содержании его в пробе в количествах 4—5% результат анализа заимпются на 1.2-(-1.5) 10⁻³ урана. Эта погрешность незначительна, в связи с чем при анализе рудных проб влиянием калия на результаты анализа также можно пренебречь.

Эманирование не вносит существенных погрешностей. При знализих проб с коэффициентом равновесия между раднем и ураном, ранным 2 (200%), и коэффициентом эманирования 0,5 (50%) максимальная относительная погрешность анализа на уран составляет 4%; с уменьшением коэффициента равновесия и относительная ошибка анализа будет пропорционально уменьшаться.

При расчете урана по формуле с коэффициентом *l*, равным отношению ториевых эталонных эквивалентов, влияние тория полностью исключается, но одновременно возникают погрешности вследствие нарушения равновесия между радоном и ураном в пробе; остаются также ошибки, обусловленные влиянием калия и неопределенным содержанием RaE. Погрешность, возникающая в результате нарушения равновесия между радоном и ураном, составит

$$\Delta Q_{\mathrm{U}}^{\mathrm{Rn}} = 0,148 \left(\frac{k_{\mathrm{n}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathrm{s}}^{\mathrm{Rn}}} - 1 \right) Q_{\mathrm{U}}.$$

При изменении отношения коэффициентов равновесия между радоном и ураном в пробе и эталоне от 0 до 2 относительная погрешность анализа изменяется от —15% до +15%. Отклонение отношений коэффициентов равновесия от единицы на $0,35 \left(\frac{k_n^{Ra}}{k_s^{Ra}} - 1 = \pm 0,35\right)$ сопровождается относительной погрешностью анализа на уран, равной 5%. Погрешности, обусловленные влиянием калия и эманированием (неопределенным содержанием RaE), составляют

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = 2,86 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K},$$

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm RaE} = 0,034 \alpha_{\rm n} k_{\rm n}^{\rm Ra} Q_{\rm U}.$$

Таким образом, при использовании многосчетчиковой установки применяют три способа определения урана в зависимости от соотношения между ураном, радоном и торием в пробе.

При анализе руд урановых месторождений с отношением $\frac{Q_{\text{Th}}}{Q_{\text{U}}} \leq 0.5 \div 1$ и любых нарушениях равновесия между ураном и радоновых этаном коэффициент *l* рассчитывают по отношению радоновых эталонных эквивалентов. Если измерению подвергают ториево-урановые руды в случае любого содержания тория при условии, что коэффициент равновесия между ураном и радоном изменяется в пределах от 50 до 150%, содержание урана рассчитывают по формуле, в которой коэффициент равен отношению ториевых эталонных эквивалентов.

В редких случаях, когда одновременно с высоким содержащием тория в пробах встречаются резкие нарушения равновесия между радоном и ураном, измерения выполняют путем измерения суммарного бета-гамма-излучения счетчиками МС без фильтра и с фильтром толщиной 0,45 г/см².

При определении радона по счету гамма-квантов счетчиками МС погрешности анализа могут возникнуть в результате нарушения равновесия между радоном и ураном в пробе, а также вследствие влияния гамма-излучения тория и калия. Поскольку эталонные гамма-эквиваленты урановой группы, тория и калия соответственно равны $a_{\gamma} = 0,06$, $c_{\gamma} = 0,43$, $d_{\gamma} = 2 \cdot 10^{-4}$, результат анализа максимально занижается на 0,06 Q_{Rn} , когда в пробе отсутствует уран, и максимально завышается на 0,06 Q_U , когда в пробе содержится уран без радона; торий и калий завышают содержание радона в пробе соответственно на 0,43 Q_{Th} и $2 \cdot 10^{-4} Q_{K}$.

Таким образом, торий вносит существенную погрешность в результат анализа на радон по гамма-излучению; влиянием калия и нарушением равновесия между радоном и ураном в большинстве случаев можно пренебречь.

Удовлетворительные результаты радиометрических анализов на торий по бета-гамма-излучению получаются при условии, если коэффициенты равновесия между радоном и ураном в пробе и эталоне близки, или при значительном преобладании в пробе тория над ураном и радоном. Определяя торий в рудах, где преобладает уран, можно допустить значительные ошибки.

Погрешности анализа на торий, обусловленные нарушением равновесия ΔQ_{Th}^{Rn} и влиянием калия ΔQ_{Th}^{K} , на основании формул (3. 103) и (3. 104) можно оценить из выражений

$$\Delta Q_{\mathrm{Th}}^{\mathrm{Rn}} = 1,83 \left(\frac{k_{\mathrm{n}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathfrak{s}}^{\mathrm{Rn}}} - 1 \right) Q_{\mathrm{U}},$$

$$\Delta Q_{\mathrm{Th}}^{\mathrm{K}} = -2 \cdot 10^{-4} Q_{\mathrm{K}}.$$

Отсюда видно, как резко влияет нарушение равновесия на определение содержания тория. Например, в случае $\frac{Q_U}{Q_{Th}} = 1$ при сдвиге равновесия на 55% в сторону недостатка радона $\left(\frac{k_n^{Rn}}{k_s^{Rn}} - 1 = -0,55\right)$ содержание тория получается равным нулю, а при сдвиге равновесия на 55% в сторону избытка радона $\left(\frac{k_n^{Rn}}{k_s^{Rn}} - 1 = +0,55\right)$ завышается в 2 раза. Если в пробе отношение $\frac{Q_U}{Q_{Th}} = 0,1 \div 0,05$, относительная погрешность анализа на торий при тех же нарушениях равновесия лежит в пределах 5—10%. Калий всегда занижает содержание тория, но незначительно: при содержании в пробе 5% калия результат анализа на торий занижается по абсолютной величине на 0,001%.

16. Анализ на установке с одним счетчиком

В таких установках применяется цилиндрический счетчик СТС или МС, установленный вертикально или горизонтально. При горизонтальном расположении счетчика пробы насыпают в прямоугольные кюветы, а при вертикальном — в цилиидры с двойными стенками, зазор между которыми составляет 1 см.

Цилиндры изготовляют из плексигласа; на их наружной прозрачной стороне нанесены деления, позволяющие насыпать пробу до определенного уровня. Толщина стенки цилиндра, в который помещают пробу, и толщина стенки счетчика в сумме обычно составляют 0,2—0,25 г/см². Например, при использовании счетчика СТС-6 толщину внутренней стенки плексигласового цилиндра выбирают равной 1—1,5 мм. При гамма-измерениях между счетчиком и пробой устанавливают железный фильтр в форме цилиндра, толщина стенки которого равна 2 мм; в этом случае скорость счета бета-лучей от пробы рассчитывается как разность между результатами измерений без фильтра и с фильтром. При этих условиях эталонные эквиваленты и формулы анализа получаются практически такими же, как и при измерении на многосчетчиковой устаповке со счетчиками МС-6.

Однако чувствительность этой установки меньше, чем многосчетчиковой (включающей 2 ряда по 4 счетчика МС-6). Кроме того, на односчетчиковой установке одновременно измерять бета-гаммаизлучение невозможно; дополнительные затраты времени на измерения гамма-активности снижают производительность анализов.

Значительную погрешность в результаты анализов на этой установке может вносить различие в толщине стенок стаканов для проб. В связи с этим перед началом анализа одну и ту же пробу измеряют в каждом стакане и по скорости счета выбирают стаканы с одинаковыми стенками.

Установка с одним горизонтально расположенным счетчиком обладает очень низкой чувствительностью, применять ее можно только для анализа проб, содержащих десятые доли и единицы процентов урана.

17. Методика анализов на установках со сцинтилляционным гамма-счетчиком в сочетании с газоразрядными или сцинтилляционными бета-счетчиками ¹

Установки такого типа представляют собой сочетание двух приборов: сцинтилляционного гамма-счетчика и бета-датчика. В качестве первого может быть использован универсальный сцинтилляциопный датчик УСД-1 к стандартной счетной установке. Для измерения бета-излучения используют газоразрядные счетчики различного типа: торцовые бета-счетчики типа Си-2Б (с толщиной стенок 6 *мг/см*²), цилиндрические тонкостенные счетчики типа СТС (с толщиной стенок 60 *мг/см*²) и цилиндрические толстостен ные счетчики типа MC (с толщиной стенок 200—250 *мг/см*²). Цилиндрические счетчики собирают в кассету по нескольку штук.

¹ Работы И. П. Шумилина (1960), С. К. Кирпищикова (1961).

Комбинированный датчик обычно монтируют так, чтобы бега. счетчики располагались над сцинтилляционным гамма-счетчиком (рис. 35). Весь датчик помещают в свинцовый цилиндр с толициной стенок 4—5 см. Иногда применяют также специальные регистри. рующие приборы, например, сцинтилляционный двухканальный анализатор САД и др.¹

Прибор САД состоит из комбинированного гамма-бета-датчика и пульта управления, в котором находится усилительно-регистри.



Рис. 35. Блок-схема комбинированного датчика на сцинтилляционных и газоразрядных счетчиках.

1, 2 — пересчетные приборы; 3 — высоковольтный выпрямитель ВС-22; 4 — ВГС (предусилитель); 5—ряд из 4 счетчиков МС-4; 6 — кювета с пробой; 7 — кристалл NaJ (Ti) размером 80 × 60 мм; 8 — ФЭУ-13; 9 — блок предварительного усиления.

рующая часть анализа. тора. Гамма-датчик выполнен в виде металли. ческого цилиндра, внутри которого размещены кристалл NaJ (Tl), светопровод, фотоумножи. тель, делитель напряжения и эмиттерный повторитель. Бета-датчик представляет собой металлический цилиндр. которого наховнутри дятся СЦИНТИЛЛЯТОР (стильбен, нанесенный на светопровод) и фотоумножитель. Снаружи бета-сцинтиллятор **no**крыт двумя слоями тефлона, между которыми проложен слой черной

светонепроницаемой бумаги. Оба датчика помещены один над другим внутри стального экрана, имеющего форму двух массивных колец. Общий вид установки и схематический разрез комбинированного датчика показаны на рис. 36 и 37.

Порядок измерений и вывод рабочих формул. При измерениях кювету с пробой помещают между бета- и гамма-счетчиками. Анализ проводят либо по суммарному бета-гамма-излучению и гаммаизлучению, либо по бета-излучению и гамма-излучению в насыщенных для бета-лучей слоях. В последнем случае в результат измерений, зафиксированный бета-счетчиком, вводят поправку на гамма-излучение. Бета и гамма-излучения измеряют одновременно. Если измерения выполняются по бета- и гамма-излучениям, поправку на гамма-излучение, зафиксированное бета-счетчиком, можно вводить при помощи дополнительного измерения гамма-излучения с применением бета-счетчика при наличии алюминиевого или железного фильтра толщиной 1,5 г/см².

¹ Работы коллектива под руководством С. Л. Якубовича (1961).



Рис. 36. Общий вид установки САД.



Рис. 37. Схема комбинированного датчика.

1, 9 — светопроводы: 2—гайка; 3 — ось: 4 — бета-сцинтиллятор; 5 — тарелочка; 6 — шайба; 7 — подтарельник: 8 — нижний экран; 10, 15, 18 — стопорные винты; 11, 22 — панели; 12 — пружина вертикального подъема гаммадатчика; 13 — корпус гамма-датчика; 14 — подставка; 16 — гаммасцинтиллятор; 17 — фиксатор; 19 — ручка; 20 — верхний экран; 21 — корпус бета-датчика; 23 — делитель напряжения ФЭУ. Однако необходимость дополнительного измерения гамма-излучения пробы по крайней мере в 2 раза снижает производительность работ. Поэтому рациональнее выполнять анализ по суммарному бета-гамма- и гамма-излучению или вводить поправку на гамма-излучение, зафиксированное бета-счетчиком, по данным гамма-измерений, сцинтилляционным гамма-счетчиком. В первом случае необходимым условием является строгое соблюдение идентичности навесок и геометрических условий измерений как при анализе проб, так и при определении эталонных эквивалентов; во втором случае при тех же жестких требованиях к геометрическим условиям измерений допускаются вариации навесок на 20— 25%.

В табл. 3. 26 приведен пример расчета эталонных эквивалентов и коэффициентов в расчетных формулах анализа для проб, измеряемых в насыщенных по бета-лучам слоях (в кюветах размерами $10 \times 10 \times 1$ *см*); измерения гамма-излучения производились в этом случае сцинтилляционным счетчиком NaJ (Tl), а бета-излучения кассетой из 6 счетчиков СТС-6.

Таблица 3.26

	Скоро	сть счета сч имп/	Скорость счета			
_	при измер	рениях по		$\begin{vmatrix} I_{\beta} + I_{\gamma} - I_{*} \\ -I_{*} \\ I_{\gamma} \end{vmatrix}$	ляцион- ным гамма- счетчнком / _ү , имп/мин,	$\frac{1 \cdot 10I_{\gamma}}{I_{\gamma}}$
Эталон	бета-гам- ма-нзлу- чению ¹ в + ¹ ү	гамма- излученню ' у	1.10/γ 480			
Урано-радневый 0,1% U	6480	434	4 80	6000	8000	0,0600
0,1% Th	1286	186	206	1080	3200	0,0644
Окись—закись урана — 0,1% U Калий—100% К	2895 4056	14 73	15 96	2880 3960	160 920	0,0935 0,105
Примечани	$I_{\gamma} = 1$,101γ.		-		

Пример расчета эталонных эквивалентов и коэффициентов в расчетных, формулах анализа для проб, измеряемых в насыщенных по бета-лучам слоях

Для упрощения расчетов скорость счета от калия приведена к 100% его содержания, а от урановых и ториевых эталонов — к 0,1% U и Th. Навеска всех эталонов одинакова и равна 150 г.

В последнем столбце табл. З. 26 приведено отношение скорости счета гамма-излучения счетчиком СТС (с поправкой на поглощение в фильтре) и сцинтилляционным счетчиком. На основании этих данных средний арифметический коэффициент пересчета для урано-радиевого и ториевого эталонов составляет

$$n = \frac{0,0600 \div 0,0644}{2} = 0,0622.$$

В соответствии с этим скорости счета от эталонов с использованием счетчиков СТС-6, исправленные на гамма-излучение, будут следующими:

OT	урано-радиевого	•	$6480 - 8000 \cdot 0.0622 = 5955 \mu m n / m \mu m$
»	ториевого		$1286 - 3200 \cdot 0.0622 = 1080 \mu m / M \mu$
*	окиси-закиси урана		$2895 - 160 \cdot 0.0622 = 2885 \ \mu mn/muH$
≫	калиевого		$4056 - 920 \cdot 0,0622 = 4000 \ umn/mun$

Поэтому эталонные эквиваленты урана, радона, тория и калия для счетчиков СТС равны

$$a_{1} = \frac{2885}{5955} = 0,48,$$

$$b_{1} = 0,52,$$

$$c_{1} = \frac{1080}{5955} = 0,184,$$

$$d_{1} = \frac{4000 \cdot 0.1}{5955 \cdot 100} = 6,7 \cdot 10^{-4},$$

Эталонные гамма-эквиваленты для сцинтилляционного счетчика равны

$$a_{2} = \frac{160}{8000} = 0,02,$$

$$b_{2} = 0,98,$$

$$c_{2} = \frac{7 \cdot 400}{8000} = 0,40,$$

$$d_{2} = \frac{920 \cdot 0,1}{8000 \cdot 100} = 1,15 \cdot 10^{-4}.$$

Отсюда

$$\begin{split} \dot{l}_{\rm Rn} &= \frac{0,98}{0,52} = 1,87, \\ l_{\rm Th} &= \frac{0,40}{0,184} = 2,17, \\ l_{\rm K} &= \frac{1,16 \cdot 10^{-4}}{6,7 \cdot 10^{-4}} = 0,17. \end{split}$$

187

Таким образом, формула для определения содержания урана, при использовании которой полностью исключается влияние нарушения равновесия между радоном и ураном, имеет вид:

$$Q_{\rm U} = A_{\rm CTC} + 1,15 (A_{\rm CTC} - A_{\gamma}).$$
 (3. 182)

Различие отношений эталонных эквивалентов радона, тория и калия обусловливает следующие погрешности определения содержания урана по формуле (3. 182), связанные с влиянием тория и калия:

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm Th} = -0,063Q_{\rm Th},$$
$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = 1,38 \cdot 10^{-3}Q_{\rm K}.$$

При измерениях счетчиками СТС эталонный эквивалент группы RaD равен 0,07, поэтому максимально возможная погрешность анализа, обусловленная эманированнем пробы, при измерениях с равновесным неэманирующим эталоном равна

$$\Delta Q_{\rm U}^{\alpha} = \frac{0.07 \cdot 1.87}{0.87} \alpha_{\rm n} k_{\rm n}^{\rm Ra} Q_{\rm U} = 0.15 \alpha_{\rm n} k_{\rm n}^{\rm Ra} Q_{\rm U}.$$

Погрешность определения содержания урана из-за того, что принятый пересчетный коэффициент *n* скорости счета гамма-сцинтилляционным счетчиком по отношению к скорости счета гаммаизлучения счетчиком СТС отличается от действительного пересчетного коэффициента для урано-радневого эталона, на основании выражения (3. 97) составляет

$$\Delta Q_{\mathrm{U}}^{\gamma} = -0,0075 \left(\frac{P_{\mathrm{f}}}{P_{\mathfrak{s}}} - 1\right) \frac{k_{\mathrm{f}}^{\mathrm{Rn}}}{k_{\mathfrak{s}}^{\mathrm{Rn}}} Q_{\mathrm{U}}.$$

Поскольку величина

$$j = \frac{480 - 8000 \cdot 0,0622}{6000 + (480 - 8000 \cdot 0,0622)} = --0,0035,$$

этой погрешностью практически можно пренебречь.

Влияние тория на результаты измерений в описываемых условиях также невелико: при отношении $\frac{Q_{Th}}{Q_U} = 1$ результат анализа занижен всего на 6%. Однако очень большую ошибку при определении содержания урана могут вызвать калий и нарушение равновесия между радоном и RaE. Содержание калия в количестве 5% завышает содержание урана по абсолютной величине на 1,31 · 10⁻³ × 5 = 6,5 · 10⁻³%.

Если коэффициент равновесия между радием и ураном равен 200% ($k_0^{Ra} = 2$), коэффициент эманировання 50% ($\alpha = 0,5$), относительная погрешность определения урана может достигать 15%. Формулы для определения тория и урана в равновесных ураноториевых рудах имеют в данном случае следующий вид:

$$Q_{\rm Th} = 4,63 \ (A_{\gamma} - A_{\rm CTC}),$$
 (3. 183)

$$Q_{\rm U} = 1,86A_{\rm CTC} - 0,86A_{\rm v}.$$
 (3. 184)

Погрешности анализа на уран и торий вследствие влияния калия и нарушения равновесия между радоном и ураном составляют

$$\Delta Q_{U}^{K} = 1,24 \cdot 10^{-3} Q_{K},$$

$$\Delta Q_{U}^{Rn} = 0,104 \left(\frac{k_{n}^{Rn}}{k_{s}^{Rn}} - 1\right) Q_{U},$$

$$\Delta Q_{Th}^{K} = -2,5 \cdot 10^{-3} Q_{K},$$

$$\Delta \bar{Q}_{Th}^{Rn} = 2,26 \left(\frac{k_{n}^{Rn}}{k_{s}^{Rn}} - 1\right) Q_{U}.$$

При комбинированных бета-гамма-анализах, выполняемых с применением тонкостенных торцовых или сцинтилляциошных бета-счетчиков и сцинтилляционных гамма-счетчиков, погрешности, обусловленные радиологическими особенностями проб, возрастают сильней, чем при измерениях счетчиками СТС. Это объясняется увеличением эталонных бета-эквивалентов элементов групп RaE и калия и уменьшением эталонных эквивалентов элементов урановой группы.

В связи с большими ошибками анализов, обусловленных радиологическими особенностями проб, тонкостенные или сцинтилляционные бета-счетчики следует применять только в тех случаях, когда в пробе мало калия, исключена возможность нарушения равновесия между RaE и радоном, а также при анализе очень малых навесок с небольшими концентрациями урана, когда заранее известно, что измерения толстостенными счетчиками будут сопровождаться статистическими ошибками, величина которых больше ошибок, обусловленных радиологическими особенностями проб при измерениях тонкостенными счетчиками.

В связи с изложенным при комбинированных бета-гамма-измерениях бета-излучение рекомендуется регистрировать толстостенными (200—250 *мг/см*²) счетчиками типа МС или экранировать тонкостенные счетчики дополнительным фильтром с таким расчетом, чтобы суммарная толщина фильтра и степок счетчиков составляла 200—250 *мг/см*². Удобна установка, состоящая из кристалла NaJ (T1) диаметром 80 *мм* и высотой 60 *мм* с фотоумножителем и кассеты из 5 счетчиков типа МС-4, укрепленной на внутренней стороне крышки цилиндрического свинцового экрана, в который помещают сцинтилляционный гамма-датчик (см. рис. 35). Пробы в прямоугольных плексигласовых кюветах площадью 10—100 *см*² (в зависимости от активности проб) помещают между кристаллом и кассетой со счетчиками и одновременно измеряют их суммарное бета-гамма-излучение, а также гамма-излучение с помощью двух пересчетных приборов. Анализ выполняют либо по суммарному бета-гамма-излучению, либо вводят поправку на гамма-излучение, зарегистрированное счетчиком MC, по данным измерений сцинтилляционным счетчиком.

При измерении рудных проб, не содержащих тория, пересчетный коэффициент принимают равным отношению скорости счета гамма-излучения счетчиком МС и сцинтилляционным счетчиком от урано-радиевого эталона, а при измерении проб комплексных руд — среднему арифметическому коэффициенту для урано-радиевого и ториевого эталонов. Измерения счетчиками МС или дополнительное экранирование тонкостенных счетчиков фильтром толщиной 0,2—0,25 г/см² в 3 раза уменьшают систематическую погрешность анализа, обусловленную влиянием калия, и практически устраняют погрешность анализа вследствие неопределенного содержания RaE в пробе. Однако статистические ошибки измерений, а следовательно, и случайные ошибки анализов возрастают при этом в 3 раза.

§ 25. Аналпз неравновесных урановых и комплексных урано-ториевых руд по суммарному бета-гаммаи гамма-излучению в промежуточных для бета-лучей слоях

Измерения по этой методике выполняют на высокочувствительной установке (см. рис. 19), для анализа на которой требуется сравнительно небольшая навеска проб. Кроме того, на установке можно определять содержание калия и исключать его влияние на результат определения урана или тория. Ни торий, ни варнации коэффициента равновесия между радоном и ураном в пробах не оказывают влияния на результат определения урана.

Измерения проб в промежуточных для бета-лучей слоях по суммарному бета-гамма-излучению в 1, 2 или 3 кюветах одним, двумя или тремя рядами газоразрядных счетчиков и одновременно по гамма-излучению с использованием сцинтилляционпого счетчика, а также возможность изменения навесок в кюветах и размеров кювет позволяют анализировать пробы в широком диапазоне активностей — от $0.5 \cdot 10^{-3}$ % до нескольких процентов урана и достигать высокой чувствительности. При измерениях в промежуточных слоях ($0.2-0.3 \ s/cm^2$) необходимую для анализа навеску пробы уменьшают в 5—6 раз по сравнению с измерениями в насыщенных слоях; при этом скорость бета-счета от пробы уменьшается всего на 15—20% (см. рис. 11), а гамма-фон — пропорционально величине навески; вследствие этого вклад гамма-квантов в суммарное бета-гамма-излучение пробы при измерениях счетчиками МС уменьшается с 25 до 4—5%, а эталонные эквиваленты урановой группы почти не изменяются по сравнению с бета-измерениями. Следует отметить, что при измерении в промежуточных слоях надо использовать одинаковые навески пробы и эталона при допустимом различии объемных весов на 20—30%. С уменьшением навески уменьшается чувствительность гамма-измерений. Это, однако, не имеет решающего значения, так как погрешность гамма-измерений влияет на ошибку анализа на уран примерно в 2—3 раза меньше, чем погрешность бета-измерений. Кроме того, благодаря высокой чувствительности гамма-измерений сцинтилляционными счетчиками уменьшение их чувствительности не оказывает существенного влияния на ошибку анализа.

Для измерений применяют плексигласовые кюветы размером $10 \times 10 \times 0.3 \, cm$, которые при измерениях располагают между сцинтилляционным счетчиком и кассетами из счетчиков МС-4 в строго фиксированном положении. Поскольку с изменением навески эталонные эквиваленты по бета-гамма-излучению, а также скорость счета от эталона изменяются, перед началом работ рассчитывают формулы анализов для соответствующих навесок. Для примера в табл. 3. 27 приведены скорости бета-гамма- и гамма-счета от урано-радиевого эталона и значения эталонных эквивалентов по суммарному бета-гамма-излучению при измерениях счетчиками МС в промежуточных для бета-лучей слоях. Все измерения выполнялись в 3 кюветах размером $10 \times 10 \times 0.3 \, mm$ с равновесным уранорадневым эталоном (коэффициент эманирования 13%, содержит 0,083% урана).

Таблица 3.27

		Скорость счета от эталона, <i>имп/мин</i> , измеренная		Эталонные эквиваленты по бета-гамма- излучению			
Навеска в трех кюветах, г	Толщина слоя, г/см²	двумя кассетами по 5 счет- чиков MC-4	сцинтил- ляцион- ным счетчиком с кристал- лом NaJ(Tl)	a	b	c	đ
150 120 90 60	0,5 0,4 0,3 0,2	6950 6620 5800 4800	7300 5850 4380 2920	0,47 0,48 0,51 0,53	0,53 0,52 0,49 0,47	0,212 0,210 0,207 0,203	2,58 · 10 ⁻⁴ 2,6 · 10 ⁻⁴ 2,66 · 10 ⁻⁴ 2,64 · 10 ⁻⁴

Скорость счета и эталонные эквиваленты при измерении суммарного бета-гамма- и гамма-излучения в промежуточных для бета-лучей слоях

Эталонные эквиваленты по гамма-излучению имели следующие значения:

$$a = 0,02, \quad b = 0,98,$$

 $c = 0,40, \quad d = 1,15 \cdot 10^{-4}$

На основании этих данных коэффициенты в расчетных формулах для анализа различных навесок и пересчетные коэффициснты от скорости счета в случае измерения урано-радиевого эталона при величине навески 150 г к скоростям счета от этого эталона при других навесках принимают приведенные в табл. 3. 28 значения.

Таблица 3.28

Навека	Коэффициен скорости сче при разны	ты пересчета та от эталона х навесках	Отношение эталонных эквивалентов			Величика коэффи- циента	
2	β+ү-излу- чение	ү-излучение	l _{Rn}	′ _{Th}	ι _K	<u>и Rn —1</u> в формуле (3.75)	
150 120 90 60	1 0,95 0,83 0,6	1 0,8 0,6 0,4	1,85 1,88 2,00 2,08	1,89 1,90 1,93 1,96	0,448 0,442 0,441 0,436	1,17 1,12 1,00 0,93	

Пересчетные коэффициенты и расчетные формулы при измерениях на установке для анализа руд и пород по суммарному бета-гамма-излучению

Если навески проб и эталона различны, порядок расчетов результатов анализов следующий: с помощью пересчетных коэффициентов (см. табл. 3. 28) скорость счета от эталона данной навески приводят к скорости счета от навески эталона, одинаковой с навеской пробы, и затем по исправленным таким образом скоростям счета рассчитывают активность пробы в % урана. Эти значения подставляют в формулу для соответствующей навески пробы и определяют содержание урана.

Пример. Требуется рассчитать содержание урана в пробе. Скорости счета от эталона навеской 150 г (0,5 г/см²), содержащего 0,083% U, при измерении суммарного бета-гамма-излучения, а также гамма-излучения равны соответственно $I_3^{\beta+\gamma} =$ = 6950 имп/мин, $I_3^{\gamma} = 7300$ имп/мин, скорости счета от пробы навеской 90 г (0,3 г/см²) — $I_n^{\hat{p}+\gamma} = 3480$ имп/мин, $I_n^{\gamma} = 2340$ имп/мин.

На основании данных табл. 3. 28 приводим скорости счета от эталона к навеске 90 г: $i_{5}^{\beta+\gamma} = 6900 \cdot 0.83 = 5750 \, umn/mun,$ $I_{3}^{\gamma} = 7300 \cdot 0.60 = 4400 \, umn/mun$. По полученным данным активность пробы в % урана равна

$$A_{\rm MC} = \frac{3480 \cdot 0.083}{5750} = 0.0500,$$
$$A_{\rm Y} = \frac{2340 \cdot 0.083}{4400} = 0.044.$$

Подставив эти значения в формулу для расчета урана в случае использования навески 90 г (см. табл. 3. 28), получим содержание урана

 $Q_{\rm U} = A_{\rm MC} + (A_{\rm MC} - A_{\gamma}) = 0,050 + 0,006 = 0,056\%.$

Пример. Требуется рассчитать коэффициенты при анализах проб в 3 кюветах при навесках 40 г в каждой кювете. На основании данных табл. 3. 27 уравнения для расчета содержания урана и радона в урановых рудах с неопределенным коэффициентом равновесия (или урана и тория в урано-ториевых рудах с таким же коэффициентом равновесия, как в урано-радиевом эталоне) при общей навеске пробы 120 г имеют вид:

$$A_{MC} = 0,48Q_{U} + 0,52Q_{Rn},$$

$$A_{\gamma} = 0,02Q_{U} + 0,98Q_{Rn},$$

$$A_{MC} = Q_{U} + 0,21Q_{Th},$$

$$A_{\gamma} = Q_{U} + 0,40Q_{Th}.$$
(3. 185)

Таблица 3. 29

Порог чувствительности анализа по суммарному бета-гамма-излучению

Приемник излучений	Фон, имп/мин	Чувствитель- пость, имп/жин на 1% U	Порог чув- ствитель- ности, л.10 ⁻³ %	
Три ряда по 6 счетчиков СТС-6	•	300	240 000	0,15
Три ряда по 5 счетчиков МС-4 .		300	80 000	0,45

Отношения эталонных эквивалентов радона в системе уравнений (3. 185) практически совпадают с таковыми для тория в системе уравнений (3. 186):

$$l_{\rm Th} = \frac{0.40}{0.21} = 1.9,$$

 $l_{\rm Rn} = \frac{0.98}{0.52} = 1.88.$

Благодаря этому при l = 1,89 уран можно определить по общему бета-гамма-излучению (независимо от нарушения равновесия между радоном и ураном и от содержания в пробе тория) с помощью одной и той же формулы

$$Q_{\rm U} = 2,12A_{\rm MC} - 1,12A_{\rm \gamma}.$$
 (3. 187)

При отсутствии тория в пробе радон рассчитывают по формуле $Q_{\rm Rn} = 1,04A_{\rm \gamma} = 0,04A_{\rm MC}.$ (3. 188)

Чтобы рассчитать радон в единицах равновесного урана, полученное по формуле (3. 188) значение \hat{Q}_{Rn} необходимо умножить на коэффициент равновесия между радоном и ураном. Обычно влия. нием гамма-излучения урановой группы пренебрегают и рассчиты. бают радон в % равновесного урана из выражения

$$Q_{\mathrm{Rn}}^{\mathrm{p}} = \Lambda_{\gamma} h_{\mathrm{s}}^{\mathrm{Rn}}.$$
 (3. 189)

В урано-ториевых рудах, у которых коэффициент равновесия между радоном и ураном такой же, как в эталоне, содержание тория рассчитывают по формуле

$$Q_{\rm Th} = \frac{A_{\rm Y} - A_{\rm MC}}{0,40 - 0,21} = 5,25 \,(A_{\rm Y} - A_{\rm MC}). \tag{3.190}$$

При расчете содержания урана, радона и тория по этим формулам калий в соответствии с его эталонными эквивалентами, приведенными в выражении (3. 108), вносит в результаты анализов следующие погрешности:

$$\Delta Q_{\rm U}^{\rm K} = (2, 12 \cdot 2, 6 \cdot 10^{-4} - 1, 12 \cdot 1, 15 \cdot 10^{-4}) Q_{\rm K} = 4, 1 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K} \%,$$

$$\Delta Q_{\rm Rn}^{\rm K} = 1, 15 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K} \%,$$

$$\Delta Q_{\rm Th}^{\rm K} = 5, 25 \cdot 10^{-4} (1, 15 - 2, 6) Q_{\rm K} = -7, 6 \cdot 10^{-4} Q_{\rm K} \%.$$

Например, содержание калия в количестве 5% завышает содержание урана на 2,5 · 10⁻³ %, радона — на 0,575 · 10⁻³%; содержаине тория при этом занижается на 3,8 · 10⁻³%. Отсюда следует, что при анализах на уран и торий проб с бедной урано-ториевой минерализацией и «хвостов» раднометрического обогащения руд необходимо учитывать влияние калия. С этой целью в установке предусмотрена возможность измерений бета-излучения пробы счетчиками СТС-6. Сочетание измерений счетчиками СТС и МС позволяет определить калий и внести в результаты анализа на уран и торий соответствующие поправки.

Формулы для расчета урана и тория с учетом влияния калия имеют следующий вид:

$$Q_{\rm U} = 3,19A_{\rm MC} - 1,12A_{\rm V} - 1,07A_{\rm CTC},$$
 (3. 191)

• • • • •

$$Q_{\rm Th} = 5,25A_{\rm y} - 7,25A_{\rm MC} + 2A_{\rm CTC}.$$
 (3. 192)

При анализах проб с бедной урано-торневой минерализацией измерения производят в 3 кюветах при навесках 20—40 г в каждой (общая навеска 60—120 г) одновременно одним рядом счетчиков СТС-6, двумя рядами счетчиков МС-4 и сцинтилляционным гаммасчетчиком.

При анализах проб с более высокой концентрацией урана и тория, когда влиянием калия можно пренебречь, верхний ряд счетчиков СТС-6 отключают и пробу измеряют в 1 или 2 кюветах одним или двумя рядами счетчиков МС и сцинтилляционным счетчиком. Расчет ведут в этом случае по формулам типа (3. 187) и (3. 189). При еще более высоких концентрациях урана или тория, а также если навеска пробы мала, измерения производят только в одной кювете сцинтилляционным счетчиком и одним рядом счетчиков МС-4; верхний ряд счетчиков МС-4 отключают.

Предварительно определяются расчетные формулы для данных условий измерений, которыми пользуются вплоть до смены счетчиков. Требования к подготовке проб для анализов, к их измерениям, а также к измерениям фона и скорости счета от эталона остаются такими же, как и при анализах 4- и 3-компонентных проб.

На основании данных табл. 3. 27 и формул (3. 187) (3. 190)— (3. 192) порог чувствительности анализов на уран и торий при навеске пробы 120 г (три кюветы по 40 г) и продолжительности анализов 2 мин составляет при определении урана (с учетом и без учета влияния калия) соответственно 1,9·10⁻³ и 2,4·10⁻³%, а при определении тория 7,2·10⁻³ и 7,5·10⁻³%. Если увеличить время измерений до 60 мин, порог чувствительности улучшается в 5,5 раза.

§ 26. Качественный способ определения урана в породах по суммарному бета-гамма-излучению

При геохимических поисках месторождений урановых рудобычно отбирают большое количество проб почв, в которых люминесцентным методом определяют содержание урана. Для увеличения эффективности поисковых работ целесообразно использовать такой метод, который, во-первых, позволил бы увеличить производительность анализов и, во-вторых, наряду с ураном фиксировал бы радий при минимальном фоне мешающих элементов (тория и калия). В условиях гипергенеза равновесие между раднем и ураном часто нарушается, поэтому с точки зрения поисков радий также может представлять определенный интерес.

Для выделения аномальных геохимических проб можно использовать рассматриваемый ниже способ, при котором суммарное бета-гамма-излучение пробы измеряют счетчиками СТС и МС; при этом практически исключается влияние калия и одновременно сводятся к минимуму влияние тория и нарушение равновесия между радоном и ураном.

Измерения выполняют с помощью двух датчиков: один собран из трех рядов по 6 счетчиков СТС-6 в каждом, второй — из трех рядов по 5 счетчиков МС-4 (рис. 38). Пробы в промежуточных слоях (толщиной $0.2-0.3 \ e/cm^2$) измеряют в трех или двух кюветах размерами $10 \times 10 \times 0.3 \ cm$: таким образом, общая навеска для анализа может варьировать в пределах 40—90 e. Две разные пробы измеряют одновременно на двух установках; после окончания измерений пробы меняют местами. Для вывода расчетной формулы с помощью эталонных экви. валентов, соответствующих данной установке, составляют систему из двух уравнений и решают их относительно калия Q_{κ} . Путем подстановки \hat{Q}_{κ} в одно из уравнений определяют активность пробы от элементов уранового и ториевого рядов в % урана (eU). Например, если система уравнений в выбранных условиях измерений соответствует выражению (3: 108)

$$A_{\rm CTC} = 0.48Q_{\rm U} + 0.52Q_{\rm Rn} + 0.206Q_{\rm Th} + 6.4 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K},$$

$$A_{\rm MC} = 0.47Q_{\rm U} + 0.53Q_{\rm Rn} + 0.210Q_{\rm Th} + 2.6 \cdot 10^{-4}Q_{\rm K},$$

содержание калия, пренебрегая членом 0,01 $(Q_U - Q_{Rn}) = -0,004 Q_{Th}$, определяют по формуле

$$Q_{\rm K} = 0,262 \cdot 10^{-4} (A_{\rm CTC} - A_{\rm MC}).$$
 (3. 193)

После исключения влияния калия активность пробы в % урана равна

$$eU = 0.48Q_{U} + 0.52Q_{Rn} + 0.206Q_{Th} = A_{CTC} - 6.4 \cdot 10^{-4}Q_{K} = 1.68A_{MC} - 0.68A_{CTC}.$$
 (3. 194)



Рис. 38. Блок-схема установки для определения радноактивности металлометрических проб.

1, 2 — пересчетные схемы: 3, 4 — блоки БГС; 5 — три ряда по 5 счетчиков СТС-6; 6 — три ряда по 4 счетчика MC-4.

Величина активности, вычисленная по уравнению (3. 194), почти в одинаковой мере обусловлена ураном и радоном; доля тория в общей активности в данном случае почти в 1,5 раза меньше, чем при измерениях альфа-активности.

Калий не влияет на результаты измерений активности; вместе с тем он может быть количественно определен по формуле (3. 193).

Данные о пороге чувствительности анализов проб весом 60 г, измеряемых в течение 4 мин в двух кюветах (по 30 г в кювете), приведены в табл. 3. 29.

По данным табл. 3. 29, порог чувствительности анализов на калий (для времени измерений 4 *мин*) составляет 1,35%, а на $eU = 0,90 \cdot 10^{-3}\%$.

Если измерять пробу теми же датчиками в четырех кюветах вместо двух, вес пробы должен быть увеличен до 120 г; в этом случае порог чувствительности измерений на калий и уран составит соответственно 0,9 и 0,6 · 10⁻³, тогда как пороги чувствительности измерений активности счетчиками СТС и МС будут равны 0,1 · 10⁻³U и 0,33 · 10⁻³%U. Таким образом, чувствительность измерений счетчиками СТС-6 позволяет уверенно разделять пробы, отличающиеся по активности на 0,0001% урана.

§ 27 Определения радия и коэффициента эманирования по гамма-излучению

Увеличение интенсивности гамма-излучения герметизированной эманирующей пробы по мере накопления радона используют для определения радия и коэффициента эманирования. Измерения обычно выполняют сцинтилляционным гамма-счетчиком. Интенсивность гамма-излучения выражают в % урана. Урано-радиевый эталон герметизируют не менее чем за 30 суток до измерений.

Пробы для анализа помещают в специальные контейнеры из алюминия или стекла объемом от 10 до 500 см³ (в зависимости от активности проб), удобные для герметизации. При измерении малых навесок (3—5 г) применяют специальные кристаллы NaJ (Tl) с колодцем; в этом случае пробу насыпают в капсулу и помещают внутрь колодца. Стенки капсул для проб должны поглощать бета-излучение и иметь одинаковую толщину. Измерения выполняют в тонких для гамма-лучей слоях.

При измерениях пробы и эталон должны заполнять весь объем контейнера и отличаться по весу не более чем на 10%.

Пробу измеряют в течение 2—3 суток не менее трех раз (через день); первое измерение выполняют до герметизации (или сразу после герметизации) предварительно деэманированной пробы.

Формула для расчета концентрации радия имеет следующий вид:

$$Q_{Ra}^{p} = \left(A' - a_{\gamma}Q_{U} - c_{\gamma}Q_{Th} - d_{\gamma}Q_{K} + \frac{A'' - A'}{1 - e^{-\lambda t}}\right) \frac{k_{3}^{Rn}}{1 - a_{\gamma}}, \quad (3. 195)$$

где Q_{Ra}^{p} — содержание радия в пробе в % равновесного урана; A', A'' — результаты измерений гамма-активности герметизированной пробы для двух моментов времени в %-экв. урана; t время между измерениями; Q_{U} , Q_{Th} , Q_{K} — содержание урана, тория и калия в пробе в %; λ — постоянная распада радона; $a_{\gamma}, c_{\gamma}, d_{\gamma}$ — эталонные гамма-эквиваленты элементов урановой группы, тория и калия; $k_{\mathfrak{d}}^{Rn}$ — коэффициент равновесия между радоном и ураном в эталоне.

Если в пробе содержится относительно мало тория и калия $(Q_{\text{Th}} = Q_{\text{K}} = 0)$, формула (3. 195) приобретает вид;

$$Q_{Ra}^{p} = \left(A' + a_{\gamma}Q_{U} + \frac{A'' - A'}{1 - e^{-2t}}\right) \frac{k_{\vartheta}^{Rn}}{1 - a_{\gamma}}.$$
 (3.196)

197

Если, кроме того, уран в эталоне находится в равновесии с радием и влиянием гамма-излучения урановой группы можно прснебречь, то выражение для расчета концентрации радия становится более простым:

$$Q_{Ra}^{\bar{\nu}} = A' + \frac{A'' - A'}{1 - e^{-\lambda t}}.$$
 (3. 197)

При расчете содержания радия по формуле (3. 197) погрещность анализа, обусловленная влиянием гамма-излучения элементов урановой группы, равна

$$\Delta Q_{\mathrm{Ra}}^{\mathrm{U}} = (Q_{\mathrm{U}} - Q_{\mathrm{Ra}}) \tilde{u}_{\mathrm{v}}, \qquad (3.198)$$

где Q_U — содержание в пробе урана в %; Q_{Ra} — содержание в пробе радия в % равновесного урана.

Максимальная абсолютная погрешность анализа на радий при расчетах по формуле (3. 197) возникает при отсутствии в пробе урана или радия. Когда в пробе нет радия, результат анализа завышается на $\hat{Q}_{U}a_{\gamma}$, а при отсутствии в пробе урана занижается на $Q_{Ra}a_{\gamma}$. Поскольку гамма-эквивалент урановой группы a_{γ} обычно не превышает 0,02—0,04, указанная погрешность имеет практическое значение только при анализе проб с резким недостатком радия ($k_n^{Ra} \leq 30-40\%$).

Результат анализа на радий рассчитывают как среднее арифметическое из всех вариантов подстановок значений A' и A" в формулу анализа. Если результат какого-либо из расчетов резко отличается от остальных, герметизированную пробу дополнительно измеряют через сутки; тогда количество вариантов подстановок возрастает и ошибочный результат измерений легко исключить. Попутно с определением радия рассчитывают коэффициент равновесия между ураном и радоном, с одной стороны, и радием — с другой, а также коэффициент эманирования:

$$k_{\Pi}^{Ra} = \frac{Q_{Ra}^{p}}{Q_{U}},$$
 (3. 199)

$$k_{n}^{Rn} = \frac{Q_{Rn}^{p}}{Q_{U}},$$
 (3. 200)

$$\alpha_{\rm fr} = \frac{Q_{\rm Ra}^{\rm p} - Q_{\rm Rn}^{\rm p}}{Q_{\rm Ra}^{\rm p}}.$$
 (3. 201)

Содержание в пробе радона (в единицах равновесного урана) рассчитывают из выражения

$$Q_{Rn}^{p} = A_{\gamma_{0}} k_{s}^{Rn},$$
 (3. 202)

где А́_{ч.} — результат гамма-измерений пробы до ее герметизации в % урана; k_3^{Rn} — коэффициент равновесия радона с ураном в эталоне. Пример расчета содержания радия в пробе приведен в табл. 3. 30.

Таблица 3.30

Время от момента	Гамма- активность	Содержание Ra в пробе, % равновесного урана						
зэпайки пробы, сутки	пробы, % равновес- ного урана	0=	1•	2*	3*	4*		
0	0.023		_	_				
Ĩ.	0,025	0,035						
2	0,027	0,036	0,037	—				
3	0.028	0,035	0,035	0,038				
4	0.027	0,031	0,030	0,027	Не рассчи-	_		
5	0,031	0,036	0,037	0,036	тывается 0,038	0,050		

Результаты гамма-измерений герметизированной пробы и расчет содержания радия

Примечание. За первое измерение принят результат определения через количество суток, обозначениое звездочками.

Из табл. 3. 30 видно, что при измерении на четвертые сутки отмечается значительная погрешность, поэтому все варианты расчетов с учетом этого результата следует отбраковать.

Наиболее существенные погрешности анализа возникают при сравнении результатов двух измерений (из которых один является промахом), произведенных при малом различии по времени накоплешия эманации (знаменатель во втором слагаемом формулы (3. 197) для малого t значительно меньше единицы).

В соответствии с данными табл. 3. 30 после исключения всех результатов расчета, включающих измерения на четвертые сутки, содержание радия в % равновесного урана равно 0,036%, содержание радона A_{γ} равно 0,023%, а коэффициент эманирования

$$\alpha_{\rm n} = \frac{0.036 - 0.023}{0.036} = 0.36.$$

При анализах рационально придерживаться следующего порядка работы: партию в 30—40 проб помещать в банки и выполнять первое измерение. Затем пробы герметизировать и в течение каждых последующих двух суток производить измерения; после этого рассчитывать результаты анализов. Таким образом, содержание радия и коэффициент эманирования могут быть определены через день после поступления проб на измерение. Если увеличить интервал времени между измерениями или количество измерений, точность анализов повышается. Так, например, можно сначала измерить и герметизировать одну партию в 30—40 проб, а на следующий день — другую. В следующие четыре дня в том же порядке следует произвести еще по два измерения каждой партии проб. При такой последовательности в работе находится 60—80 проб и результаты анализов выдаются на пятые сутки после первого измерения. В этом случае производительность работ сохраняется, а интервал времени между измерениями проб одной партии увеличивается в 2 раза. Поскольку знаменатель во втором слагаемом формулы (3. 197) возрастает, то при равных случайных ошибках измерений погрешность анализа уменьщается.

Если определять радий по накоплению радона в прокаленных пробах, необходимость в их герметизации в большинстве случаев отпадает, так как после прокаливания при 1000° С большинство проб практически перестает эманировать.

Радий и радон в пробах воды, помещенных в алюминиевые банки емкостью до 500 см³, также могут быть определены достаточно падежно по гамма-излучению; в стенках банок рекомендуется сделать дополнительное отверстие для продувания воздуха. Гаммаактивность проб воды измеряют сцинтилляционным счетчиком с кристаллом NaJ (T1) днаметром 80 мм и высотой 60 мм. Поскольку в этом случае фон установки равен ~900 имп/мин, а чувствительность к гамма-излучению пробы весом 500 г равна 600 000 имп/мин на 1% урана в равновесии, порог чувствительности гамма-измерений продолжительностью 10 мин составляет 7,5 · 10⁻⁵% равновесного урана или 2,4 · 10⁻¹⁰ г/л радия.

§ 28. Определение урана в твердых продуктах технологической переработки руд ¹

В рудах, не подвергшихся технологической переработке, UX₁ + UX₂ и уран находятся в разновесии. Благодаря этому содержание урана может быть определено по величине бетагамма-активности проб.

В продуктах технологической переработки руд равновесие между $UX_1 + UX$ и ураном нарушается. Поэтому рассчитать содержание урана испосредственно по формуле (3. 75) в большинстве случаев невозможно.

Однако в продуктах технологической переработки, полученных до нейтрализации растворов, раднометрическим методом можно определить не только общее содержание урана, но и нерастворенную его часть при выполнении двух условий:

1) для руды определенного типа и определенной технологической схемы UX₁ и уран извлекают из крупнозернистой фракции в постоянном или закономерно изменяющемся соотношении; при этом UX₁ вместе с ураном переходит в раствор и только незначительная его часть сорбируется илистой фракцией;

2) для руды и технологического процесса определенного типа отношение выделяющегося из руды в воздух радона к количеству

¹ Метод разработан И. П. Шумилиным при участии М. Д. Михайловского.

растворяющегося при этом урана можно считать постоянным или закономерно изменяющимся по мере увеличения количества растворяющегося урана; при этом в ураносодержащем растворе практически пе должно быть радона.

Когда выполняется первое условие, в продукте технологической переработки можно определить общее (растворенный и нерастворениый) содержание урана, при выполнении второго условия — только нерастворенную его часть.

Расчет выполняют по формулам, выражающим содержание общего и нерастворенного урана в анализируемом продукте через содержание урана и радона в исходной руде и содержание UX₁ и радона в анализируемом продукте. Из перечисленных условий следует

$$\frac{Q_{\rm U} - q_{\rm U}}{Q_{\rm U} - q_{\rm X}} = i \tag{3. 203}$$

$$\frac{Q_{\rm U} - q_{\rm O}}{Q_{\rm Rn} - q_{\rm Rn}} = l_{\rm O}, \qquad (3.204)$$

где Q_U , Q_{Rn} — содержание в исходной руде урана и радона в %; q_U , q_O — содержание в анализируемом продукте общего и нерастворенного урана в %; q_X , q_{Rn} — содержание в анализируемом продукте UX₁ и радона, выраженных в единицах урана, в %; l — отношение количества извлекаемого из пробы урана к количеству извлекаемого UX₁; l_O — отношение переходящего в раствор урана к выделяющемуся в воздух радону.

Из этих условий

$$q_{\rm U} = Q_{\rm U} - (Q_{\rm U} - q_{\rm X}) l,$$
 (3. 205)

$$q_{\rm O} = Q_{\rm U} - (Q_{\rm Rn} - q_{\rm Rn}) l_{\rm O}.$$
 (3. 206)

Для определения l и l_0 15—20 свежеотобранных сырых проб (например, отвальных песков) анализируют на установке для комбинированных бета-гамма-измерений и по формуле (3.75) определяют содержание в них UX₁ и радона. Затем эти же пробы разделяют на две части и передают на химический анализ. В одной из них определяют общее содержание урана, в другой после ее отмывки от растворенного урана — содержание нерастворенного урана. Одновременно определяют коэффициент влажности проб и в данные радиометрических определений UX₁ и радона вводят соответствующие поправки на влажность.

За несколько часов до отбора проб отвальных песков (или промежуточных продуктов) берут образцы исходной руды с таким расчетом, чтобы эти подвергнутые анализу пробы соответствовали исходной руде, из которой получены анализируемые продукты. В пробах руды бета-гамма-методом определяют содержание урана Q_U и радона Q_{Rp} . На основании анализов исходной руды и продуктов ее переработки по формулам (3. 203) и (3. 204) определяют средние ариф. метические значения l и l_0 и, кроме того, рассчитывают среднее содержание урана и радона в исходной руде. Полученные таким способом величины l, l_0 , Q_U и Q_{Rn} принимают постоянными и подставляют в формулы (3. 205) и (3. 206). На основании этих формул по q_X и q_{Rn} рассчитывают общее содержание урана и нерастворенной его части.

Перед измерениями желательно удалить из пробы некоторое количество влаги путем фильтрации пробы под вакуумом; это резко уменьшает варнации коэффициента влажности. Радон следует определять только в свежих пробах, не позже чем через 1—3 ч после их отбора, так как его содержание в пробах с течением времени может существенно возрасти. Измерения UX₁ для определения урана можно выполнять не только в свежеотобранных сырых, но и в сухих пробах, спустя 1—2 суток после отбора.

Формулы (3. 205) и (3. 206) справедливы только в том случае, если в диапазоне измеряемых содержаний радиоактивных элементов соответствующие коэффициенты l и i_{\odot} можно считать постоянными. Для исключения погрешностей анализа, обусловленных возможными изменениями l и i_{\odot} , а также для упрощения расчетов можно пользоваться экспериментальными графиками зависимости содержания общего и нерастворенного урана в анализируемых продуктах от содержания в них соответственно UX₁ и Rn. Графики следует строить для руд определенного вещественного состава и определенного исходного содержания (предельные варнации от среднего содержания 10—15%).

Для построения графиков отбирают пробы по всей технологической цепи до нейтрализации растворов, начиная от реакторов и кончая отвальными песками. Основное количество проб отбирают на участках, где в дальнейшем предполагается брать пробы на анализы. По оси ординат графика откладывают измеренные значения q_X и q_{Rn} , а по оси абсцисс соответствующие им содержания общего и перастворенного урана, определенные по данным химического анализа. Чтобы в значения q_X и $q_{R_{\pi}}$ не вводить каждый раз поправок на влажность, графики сдвигают по оси ординат вниз на величину, соответствующую среднему коэффициенту влажности проб. По форме экспериментального графика судят о том, на сколько постоянны коэффициенты l и lo: прямая линия указывает, что І п іо постоянны п для расчетов можно пользоваться формуламп (3. 205) и (3. 206), кривая линия указывает, что они измеияются по мере извлечения урана из руды, в этом случае формулы (3. 205) и (3. 206) неприменимы и расчет можно вести только по графику.

Если четкой зависимости содержания общего урана от UX, и нерастворенного урана от концентрации радона не наблюдается, описываемый метод для данной схемы переработки руд вообще неприменим.

При расчете результатов радиометрических анализов продуктов технологической переработки возникают специфические погрешности, обусловленные изменениями l и i_0 , колебаниями исходного содержания урана и радона, а также погрешностями определения q_X и q_{Rn} в анализируемом продукте вследствие изменения коэффициента влажности. Абсолютную величину этих погрешностей можно оценить на основании следующих выражений:

$$\Delta q_l = (Q_U - q_X) (l' - l), \qquad (3.207)$$

$$\Delta q_{\rm U} = (1 - l) \left(\dot{Q_{\rm U}} - Q_{\rm U} \right), \qquad (3. 208)$$

$$\Delta q_{\mathrm{X}} = l \left(q_{\mathrm{X}}^{\prime} - q_{\mathrm{X}} \right), \qquad (3.209)$$

где Δq_{l} . Δq_{U} — абсолютные погрешности анализа, обусловленные соответственно вариациями l и исходного содержания урана Q_{U} : Δq_{X} — абсолютная погрешность анализа, связанная с изменением коэффициента влажности, а также со случайными ошибками измерений UX₁ в пробе; l', l — соответственно принятое и фактическое отношение UX₁ к U при их извлечении; Q_{U} , Q_{U} соответственно принятое и фактическое исходное содержание урана; q_{X} , q_{X} — соответственно принятое и фактическое содержание UX₁ в анализируемом продукте.

Аналогичный вид имеют формулы для оценки погрешностей определения нерастворенного урана по радону.

Из выражений (3. 207)—(3. 209) видно, что абсолютная погрешность анализа, обусловлениая изменением коэффициента *l*, увеличивается с увеличением исходного содержания урана и коэффициента его извлечения (с уменьшением содержания UX₁ в анализируемом продукте) и уменьшается с приближением значения *l* к единице. Погрешность, связанная с ошибкой определения UX₁ в пробе, возрастает с увеличением *l*.

Для ориентировочной оценки возможных погрешностей анализа в табл. 3. 31 в качестве примера приведены расчетные ошибки для продуктов, полученных из руд с различным исходным содержанием урана при условии, когда $l = 1,1\pm0,01$, исходное содержание урана варьируют в пределах $\pm5\%$, а влажности от 5 до 15%.

Из табл. 3. 31 видно, что с увеличением исходного содержания и коэффициента извлечения урана погрешности анализа резко возрастают: при анализе проб, полученных из руд, содержащих первые десятые доли процента урана, погрешности лежат в допустимых пределах; при увеличении исходного содержания урана ошибки достигают 200% и более.

Таким образом, описываемая методика дает более точные результаты при анализе продуктов, полученных из бедных руд (со-

Исход- Содержа- ное ние Коэффи-	Абсолі	Суммар- ная относв-					
содер- жание урана, %	урана в продукте перера- ботки. %	циент Извлече- ния урана	∆qį	∆ <i>q</i> ∪	Δqχ	суммар- ная *	тельная погреш- ность анализа, %
0,1 0,4 2,0 10,0	0,01 0,04 0,04 0,04	0,900 0,900 0,980 0,996	0,8 3,2 17,8 90,5	0,5 2,0 10,0 50,0	1,0 4,0 12,0 53,0	1,4 5,5 · 10 23,6 117,0	14 14 59 292

Погрешности анализа продуктов технологической переработки

* Суммарную абсолютную погрешность рассчитывали по формуле

 $S = \sqrt{\Delta q_l^2 + \Delta q_U^2 + \Delta q_X^2}.$

тые — первые десятые доли процента урана). Для богатых руд метод, как правило, вообще неприменим.

Для оценки возможностей описанной методики необходимо прежде всего определить, каковы изменения коэффициентов *l* и *l*₀, исходного содержания урана и радия, а также коэффициента влажности.

Следует иметь в виду, что при прочих равных условиях погрешности анализов уменьшаются с приближением коэффициентов $l \parallel l_0$ к единице и с уменьшением исходного содержания урана. В благоприятных случаях (бедная руда, близкие к единице значения $l \parallel l_0$) вместо того, чтобы рассчитывать результаты анализа или определять по формулам и графикам, можно пользоваться постоянными пересчетными коэффициентами от $q_X \ltimes q_U$ и от $q_{Rn} \ltimes q_0$. Однако при этом следует иметь в виду, что, строго говоря, постоянное соотношение между указанными элементами в пробах может иметь место только если $l \parallel i_0$ равны единице; в остальных случаях эти отношения изменяются в зависимости от коэффициента извлечения урана.

Описанную методнку можно применять для определения содержання нерастворенного урана в пробах, отобранных непосредственно из реакторов (полноты вскрытия), для определения общего содержания урана и нерастворенной его части в промежуточных продуктах на гидроциклонах и в отвальных песках, а также в твердых отвальных продуктах после переработки руды методом перколяции.

XXV. НОМОГРАММЫ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ ¹

В практике применения лабораторных радиометрических методов концентрации отдельных элементов при многокомпонентных анализах определяются по разности или сумме активностей, измеренных по 3 или 4 каналам. Рабочая формула для определения того или иного компонента при таких определениях имеет следующий вид:

$$C=\sum a_{ij}A_i,$$

где C — концентрация искомого компонента; a_{ij} — постоянный коэффициент; A_i — величина активности.

Трудоемкость расчета концентрации отдельных компонентов резко возрастает по мере увеличения количества членов в рабочих формулах, а время расчета их содержания обычными методами становится соизмеримым со временем измерений активности проб. Значительно быстрее и практически



Рис. 39. Принцип построения номограмм по выравненным точкам.

без ущерба для точности расчетов обработку результатов измерений можно производить с помощью номограмм. Ниже излагаются основные принципы и примеры построения номограмм для обработки лабораторных радиометрических измерений по выравненным точкам (Н. А. Глаголев, 1961).

Для уяснения этих принципов произведем расчет н определим параметры такой номограммы в общем виде. Проведем начальную линию A_1A_2 (рис. 39); перпендикулярно к ней произвольно проведем три параллельные линии A_1B_1 , A_2B_2 и A_3B_3 , на которых в дальнейшем будем откладывать переменные значения *x*, *y* и *z* в масштабах, определяемых соответствующими модулями m_1 , m_2 , m_3 . В верхней части пересечем эти линии произвольной прямой B_1B_2 .

Из трапеции А₁В₁В₂А₂ находим

$$A_{3}B_{3} = A_{1}B_{1} + \frac{A_{1}A_{3}}{A_{1}A_{2}}(A_{2}B_{2} - A_{1}B_{1}). \qquad (3.210)$$

Введем обозначения: $A_1A_3 = a$ и $A_3A_2 = b$.

Поскольку $A_1B_1 = m_1x$, $\mathring{A}_2B_2 = m_2y$ и $A_8B_3 = m_3z$, уравнение (3. 210) после подстановки этих значений запишется так:

$$m_{3}z = m_{1}x + \frac{a}{a+b}(m_{2}y - m_{1}x) = \frac{m_{1}b}{a+b}x + \frac{m_{2}a}{a+b}y,$$

¹ Составлен Н. И. Калякиным.

откуда

$$z = \frac{b}{a+b} \frac{m_1}{m_3} x + \frac{a}{a+b} \frac{m_2}{m_3} y.$$
(3.211)

Обозначив

$$\frac{b}{a+b} \frac{m_1}{m_3} = K_1 \tag{(3. 212)}$$

Ħ

$$\frac{a}{a+b} \frac{m_2}{m_3} = K_2, \qquad (3.213)$$

подставим их в уравнение (3. 211), получим основное уравнение номограммы, которым связаны точки пересечения прямых линий (шкал) A₁B₁, A₂B₂ и A₃B₃ с линией B₁B₂:

$$z = K_1 x + K_2 y. (3. 214)$$

По номограмме, отвечающей данному уравнению, на основании двух известных переменных (например, x и y) определим третью (например, z).

Найдем основные параметры номограммы — зависимости между модулями шкал m_1 , m_2 , m_3 и расстояниями между шкалами a и b.

Если задаться определенной шириной номограммы a + b, pacстояния a и b можно найти из уравнений (3. 212) и (3. 213):

$$\frac{a}{a+b} = \frac{K_2 m_3}{m_2}, \qquad (3.215)$$

$$\frac{b}{a + b} = \frac{K_1 m_3}{m_1}, \qquad (3.216)$$

откуда

$$a = \frac{K_2 m_3}{m_2} (a + b), \qquad (3.217)$$

$$b = \frac{K_1 m_3}{m_1} (a + b). \tag{3.218}$$

Зависимости между модулями шкал получим путем сложения уравнений (3. 215) и (3. 216):

$$\frac{K_2 m_3}{m_2} \div \frac{K_1 m_3}{m_1} = 1. \tag{3.219}$$

Решение данного уравнения относительно каждого модуля дает следующие результаты:

$$m_1 = \frac{K_1 m_2 m_3}{m_2 - K_2 m_3}, \qquad (3. 220)$$

$$m_2 = \frac{K_2 m_1 m_3}{m_1 - K_1 m_3}, \qquad (3.221)$$

$$m_8 = \frac{m_1 m_2}{K_1 m_2 + K_2 m_1}.$$
 (3. 222)

206

Поскольку модули шкал и расстояния между ними взаимосвязаны, при построении номограмм можно пользоваться двумя приемами:

а) по заданным значениям двух модулей (например, m_1 и m_2) и заданному расстоянию между крайними шкалами (a + b) определять третий модуль (m_3) и положение средней шкалы (расстояния a и b);

б) по заданным значениям одного из модулей (например, m_1) и расстояниям *a* и *b* между шкалами определять остальные модули (m_2 и m_3).

Для примера построим номограммы для определения концентрации урана в рудах и калия в горных породах в случае комбинированных измерений проб. Запишем рабочую формулу для расчета концентрации урана при комбинированных бета-гамма-измерениях проб:

$$U = 1,93A_1 - 0,93A_2, \qquad (3. 223)$$

где U — концентрация урана в пробе в %; А₁, А₂ — активности пробы по бета- и гамма- излучению в % урана.

Приведем эту формулу к основному уравнению номограммы (3. 214):

$$A_1 = 0,518U + 0,482A_2. \tag{3. 224}$$

В соответствии с уравнением (3. 214) в выражении (3. 224) $K_1 = 0,518$, $K_2 = 0,482$, а переменным значениям x, y и z соответствуют значения U₁, A₂ II A₁.

Примем модули шкал A_1 и A_2 равными $m_2 = m_3 = 3 \, cm$ на $1 \cdot 10^{-2}$ %. Тогда модуль шкалы урана согласно выражению (3. 220) составит

$$m_1 = \frac{0.518 \cdot 3 \cdot 3}{3 - 0.482 \cdot 3} = 3.0$$
 CM Ha $1 \cdot 10^{-2}$ %.

Ширину номограммы (расстояние между шкалой урана и шкалой A₂) примем равной 20 см; тогда расстояние между шкалой урана и средней шкалой A₁ согласно уравнению (3. 217) выразится величиной

$$a = \frac{0,482 \cdot 3 \cdot 20}{3} = 9,64$$
 cm.

Если задаться диапазоном концентрации урана до $1 \cdot 10^{-1}$ %, длина всех шкал L составит 30 см.

На рис. 40 приведен общий вид номограммы, построенной согласно приведенным расчетам. Работа с номограммой проста: вычисленные значения A₁ и A₂ на соответствующих шкалах соединяют прямой линией с помощью плексигласовой линейки и в точке пересечения продолжения этой линии со шкалой урана отсчитывают его концентрацию.

Чтобы не производить предварительных вычислений значе. Чтобы не производить программы могут быть програтици значе. ний А — эквивалентных содержаний урана по измерениям в раз. ний А — эквивалентных содержимы могут быть проградуированы ных каналах, шкалы номограммы могут быть проградуированы в жинуту: в этом случае все предварительные раз ных каналах, шкалы полосучае все предварительные расчеты в импульсах в минуту; в этом случае все предварительные расчеты в импульсах в минуту, в столе счета фона из суммарной скорости счеты сводятся к вычитанию скорости счета фона из суммарной скорости



урана в двухкомпонентных пробах.

Модули шкал, выраженных в импульсах в минуту; равны

$$\dot{W}_{100} = \frac{100_m}{\eta}$$
, (3. 225)

М₁₀₀ — модуль шкалы в сантиметрах на скорость счета где 100 имп/мин; т — модуль той 1.10-3% U; η — чувствительность измерений по данному каналу в имп/мин на 1·10-3% Ц

Расчеты по таким номограммам значительно ускоряют обработку результатов измерений и исключают ряд вычислений, связанные с этими операциями возможные погрешности также исключаются. Необходимым условием является стабильность работы аппаратуры.

Рассмотрим построение номограммы, у которой шкалы выражены в *имп/мин*, на примере номограммы для определения концентрации калия в горных породах при бета-гамма-измерениях проб.

Рабочая формула для определения концентрации калия имеет вид:

$$K = 0,26 \cdot 10^4 (A_1 - A_2), \qquad (3. 226)$$

где К — концентрация калия в %; А₁, А₂ — активность пробы в эквиваленте урана в % соответственно по общему и жесткому бета-гамма-излучению.

Приведем эту формулу к основному уравнению номограммы (3. 214):

$$A_1 = 3,846 \cdot 10^{-4} K + A_2,$$

в котором $K_1 = 3,846 \cdot 10^{-4}$ и $K_2 = 1$, а значениям *x*, *y* и *z* соответствуют искомое значение концентрации калия *K* и полученные при измерениях значения A_2 и A_1 .

Модуль шкалы A_2 (m_2) примем равным 6 см на $1 \cdot 10^{-3}$ %U, модуль шкалы A_1 (m_3) — 4 см на $1 \cdot 10^{-3}$ U, так как при наличии калия в горных породах A_1 , всегда больше, чем A_2 . Тогда модуль ответной шкалы калия (m_1) составит

$$m_1 = \frac{3,846 \cdot 10^{-1} \cdot 4 \cdot 6}{(6-4)} = 4,62$$
 см на 1% калия.

Расстояние между шкалой калия К и шкалой А₂ — крайними шкалами номограммы — примем равным 20 см; тогда шкала А₁, согласно формуле (3. 225), расположится на расстоянии

$$a = \frac{1.4.20}{6,0} = 13,33$$
 cm

от шкалы калия.

Ограничим длину шкал 30 см. Тогда на шкале калия уложится 30 : 4,62 = 6,5%; на шкале $A_1 - 30 : 4 = 7,5 \cdot 10^{-3}$ %; на шкале $A_2 - 30 : 6 = 5 \cdot 10^{-3}$ %, что вполне достаточно, так как концентрации радиоактивных элементов в большинстве горных пород не превышают указанных значений.

Для построения номограммы с модулями шкал A_1 и A_2 , выраженными в *имп/мин*, найдем значения этих модулей при чувствительностях по каналам A_1 и A_2 , равных соответственно 99 и 231 *имп/мин* на 1·10⁻³U. Согласно формуле (3. 225) модули будут равны: для шкалы А1:

$$M_{100} = \frac{100 \cdot 4}{99,0} = 4,05 \text{ cm}$$
 Ha 100 $umn/mum;$

для шкалы A₂:

 $M_{100} = \frac{100.6}{231,0} = 2,6$ см на 100 имп/мин.

На рис. 41 приведена построенная по приведенным параметрам номограмма для определения концентрации калия. Содержание



Рис. 41. Номограмма для определения содержания калия в двухкомпонентных пробах.

калия определяют по номограмме соединением точек на шкалах A₂ и A₁, соответствующих значениям скоростей счета пробы по тем же каналам, и продолжением этой линии до пересечения с ответной шкалой, по которой и отсчитывают концентрацию калия в процентах.

Принцип построения номограмм для определения концентраций отдельных компонентов при двойных бета- и гамма-измерениях проб горных пород не отличается от описанного, однако в этом случае номограмма будет составной. Рассмотрим построение таких номограмм на примере определения содержания урана и тория.

Формула для расчета концентрации урана имеет вид:

$$U = 3, 1A_2 - 1, 2A_3 - 0, 9A_1.$$
 (3. 227)

Разделим это выражение на 2 части, которые в сумме давали бы исходную формулу:

$$3,1A_2 - 1,2A_3 = \alpha,$$
 (3. 228)

$$- U = 0.9A_1 = -\alpha.$$
 (3. 229)

В этих выражениях U — концентрация урана в пробе в %; A₁, A₂, A₃ — активности пробы в эквиваленте урана в % соответотвенно по общему и жесткому бета-излучению, а также по гаммаизлучению; а — вспомогательный общий член уравнений.

Рассчитаем параметры для первой части уравнения (3. 227), предварительно приведя его к виду (3. 214):

$$A_2 = \frac{1,2A_8}{3.1} + \frac{a}{3.1}.$$

Примем модули шкал А₂ и А₃ равными соответственно

$$m'_3 = 6,2$$
 cm Ha $1 \cdot 10^{-3}$ %

И

$$n_1 = 4,8 \ cm$$
 на $1 \cdot 10^{-3}\%$

и из уравнения (3. 221) определим модуль шкалы α:

$$m_2 = \frac{K_2 m_1 m_3}{m_1 - K_1 m_3} = 4,0 \text{ cm} \text{ Ha} 1.10^{-3}\%.$$

Примем расстояние между крайними шкалами А₃ и а равным 10 см. Тогда на основании уравнения (3. 217) получим

$$a' = \frac{K_2 m_3}{m_2} (a+b) = 5 \ cm,$$

т. е. шкала A₂ расположится посредине между шкалами A₃ и α . Вспомогательная шкала α согласно уравнениям (3. 228) и (3. 229) выражает величину, равную 3,1A₂—1,2A₃ или U + 0,9A₁. Рассчитаем модули и расстояния между шкалами для второй части уравнения (3. 227). Приведем его к виду (3. 214): $\alpha = U + 0.9A_1$.

Примем модуль шкалы урана равным 16 см на $1 \cdot 10^{-3}$ %. Най, дем модуль шкалы A_1 из уравнения (3. 221), принимая во внимание, что m_3 и m_2 являются модулями общей вспомогательной шкалы и равны между собой, т. е.

$$m_3^{"} = m_2^{} = 4,0$$
 см на $1\cdot 10^{-3}\%$.

Тогда

$$m_2' = \frac{K_2'm_1'm_3'}{m_1' - K_1'm_3'} = 4,8 \ CM \ Ha \ 1.10^{-3}\%.$$

Определим расстояние между шкалой урана и вспомогательной шкалой α, приняв расстояние между крайними шкалами (U и A₁) равным 20 *см*:

$$a = \frac{0.9 \cdot 4 \cdot 20}{4.8} = 15 \ cm.$$

Вертикальный размер шкал для уравнений (3. 228) и (3. 229) примем равным $L \equiv 30 \ см$.

На рис. 42 приведена номограмма для определения урана по формуле (3. 227), построенная по приведенным ниже параметрам; модули ее выражены в сантиметрах на $1 \cdot 10^{-3}$ %U, а шкалы A_1 , A_2 , A_3 разбиты в *имп/мин*:

для Аз

$$m_1 = 4,8 \ c_M, \ Um_1 = 16 \ c_M;$$

для а

 $m_2 = 4,0$ cm, $A_1 m_2 = 4,8$ cm,

для А2

$$n_3 = 6,2$$
 cm, $\alpha m_3 = 4,0$ cm;

 $a' + b' = 10 \ cm$ — расстояние между шкалами A_3 и α ; $a' = 5 \ cm$ — расстояние между шкалами A_3 и A_2 ; $a'' + b'' = 20 \ cm$ — расстояние между шкалами U и A_1 ; $a'' = 15 \ cm$ — расстояние между шкалами U и α ; $L = 30 \ cm$ — длина всех шкал.

Порядок определения концентрации урана по номограмме указан под начальной линией цифрами. Соединяя полученные значения скоростей счета I_3 и I_2 по каналам A_3 и A_2 на соответствующих шкалах прямой линией, найдем точку пересечения этой линия со шкалой α . Затем через полученную на шкале точку и скорость счета I_1 по каналу A_1 проведем прямую до пересечения ее со шкалой концентрации урана и в точке пересечения отсчитываем искомое значение. Номограмма для определения концентрации тория при тех же условиях измерения строится аналогично. Уравнение для вычисления содержания тория

$$Th = 5,79A_3 - 7,02A_2 + 1,23A_1$$

делят на 2 части, которые в сумме давали бы исходную формулу $7,02A_2 - 1,23A_1 = \alpha$, $5,79A_3 - Th = \alpha$.



Рис. 42. Номограмма для определения содержания урана в трехкомпонентных пробах.



Рис. 43. Номограмма для определения содержания тория в трехкомпонентных пробах.

Далее рассчитывают параметры номограмм для обеих частей исходного уравнения и составляют из них общую номограмму. На рис 42 На рис. 43 приведена номограмма для определения концентрации тория по указанной выше формуле. Рассчитанные для нее значения молитей выше формуле. значения модулей шкал (в см на 1·10-3%) и расстояния между

ними приведены ниже:

для A₁

$$m_1 = 3,63 \ cm;$$
 для Th $m_1 = 6,0 \ cm;$

для α

$$m_2 = 1,5$$
 см; для $\alpha m_2 = 1,5$ см;

для А₂

 $m'_3 = 7,02$ см; для $A_3 m'_3 = 6,95$ см;

 $a + b = 18 \, cm$ — расстояние между шкалами A_1 и α ; $a' = 12 \, cm$ — расстояние между шкалами A_1 и A_2 ; $a'' + b'' = 20 \, cm$ — расстояние между шкалами Th и α ; $a'' = 16 \, cm$ — расстояние между шкалами Th и A_3 ; $L = 30 \, cm$ — длина всех шкал.

Порядок определения концентрации тория по номограмме указан, как и в предыдущем случае, цифрами под начальной линией номограммы.

Номограммы для обработки результатов измерений при 4-компонентных спектрометрических анализах строят путем расчлешения рабочей формулы для определения того или иного компонента на 3 части, сумма которых дает исходное уравнение. В качестве примера на рис. 44 приведена номограмма для определения концентрации урана в горных породах по формуле

$$U = 4,51A_1 - 1,45A_2 - 1,96A_3 - 0,10A_1$$
.

При построении номограммы формула была разложена на три составные части, которые в сумме давали исходную:

$$4,51A_{1} - 1,45A_{2} = \alpha, \\ \beta + 1,96A_{3} = \alpha, \\ U + 0,10A_{4} = \beta.$$

Для каждой части описанными выше методами определяли модули шкал A_1 , A_2 , A_3 , A_4 , α , β , U и расстояния между шими, а затем по этим параметрам составляли общую номограмму для определения концентрации урана. Число шкал увеличивается до 7 за счет двух вспомогательных шкал α и β и увеличения количества переменных (до 4). В нижней части номограммы под шкалами номерами указан порядок определения концентрации урана; он аналогичен описанному выше, однако количество операций по визированию прямых через точки на шкалах увеличивается до трех. Вначале, визируя через точки на шкалах A_1 и A_2 , пайдем точку па шкале α , равную по абсолютному значению разности $4,51A_1 - 1,45A_2$. Затем точку на шкале A_2 и получешную точку на шкале α соединяем прямой до пересечения ее со шкалой β и находим на ней точку, выраженную уравнешем

$$\beta + 1,96A_3 = \alpha.$$
Наконец, соединяя эту точку с полученной при измерениях по каналу A₄ на той же шкале, определим искомую концептрацию урана, выраженную третьей частью рабочей формулы:

$$U = \beta - 0, 1A_4.$$

В случае необходимости изменения размеров номограмм надо сохранять отношения расстояний между шкалами и пропорцио-



Рис. 44. Номограмма для определения содержания урана в четырехкомпонентных пробах.

нально изменять модули $(m_1 : m_2 : m_3 : m_4 : m_5 : m_6 : m_7 = \text{const})$. Диапазон определяемых концентраций можно расширить, не изменяя размеров номограммы, а лишь увеличивая или уменьшая в несколько раз (например, в 10 раз) значения модулей; при этом пропорционально изменится концентрация искомого компонента.

При расчете и построении номограмм к их параметрам предъявляются следующие требования:

не должно быть слишком острых углов между шкалами и визируемыми через точки на них прямыми линиями;

внутренние шкалы должны находиться ближе к ответным шкалам.

Правильность номограмм после построения проверяется во всем диапазоне концентраций искомого компонента по ответной шкале путем подстановки значений A₁ в уравнение, для которого она построена.

Точность вычислений по номограммам описанного типа не ниже, чем на обычной логарифмической линейке, а скорость обработки результатов измерений в несколько раз больше.

Радиохимические методы анализа¹ применяют в большинстве случаев для определения содержания в пробах радиоактивных элементов: иония, радия, мезотория, радиотория, актиния и других, имеющих сравнительно небольшую продолжительность жизни, или для установления изотопного состава отдельных радиоактивных элементов, таких, как уран и торий.

Радиохимический анализ состоит из следующих операций: перевода проб в растворимое состояние;

отделения радноактивных элементов друг от друга и от других мешающих элементов;

приготовления препаратов для последующих радиометрических определений.

В ряде случаев при анализе совместно выделяют изотопы радия (Ra + MsTh + ThX + AcX) и затем определяют содержание радноактивных элементов по излучению короткоживущих продуктов их распада (например, радия по радону, актиния по AcX II т. д.).

В практике раднохимический метод наиболее широко используется для определения радия и его изотопов (AcX, MsTh, ThX) в горных породах и минералах. При наличии радиоактивного равновесия, кроме самих изотопов радия, можно также определить по ним материнские вещества урана, тория и актиноурана.

Данные раднохимического определения радия и продуктов торневого ряда используют для определения отношения тория к урану в равновесных рудах, а также отношения радия к урану при определении радиоактивного равновесия в ряду распада урана. При решении различных геохимических, поисковых, разведочных

¹ При составлении раздела использованы материалы, изложенные в следующих работах: «Методы определения радиоактивных элементов в минеральном сырье» (1961) ч. В. Л. Шашкина «Методы анализа естественных радиоактивных элементов» (1961); кроме того, включены результаты использования прибора РАЛ-1 в практической работе.

и других задач определяют не только содержания радиоактивных элементов и соотношения между ними, но и соотношения между изотопами этих элементов.

ГЛАВА 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАДИЯ И ЕГО ИЗОТОПОВ

Радий и его изотопы определяют путем измерения радиоактивности выделяемых ими эманаций ¹. Для полного извлечения эманаций из исследуемой пробы ее нужно или полностью расплавить, или химическим путем перевести в раствор. Метод плавления в настоящее время не используется; обычно применяют методы переведения проб в раствор, причем в раствор переводят весь радий и его изотопы, находящиеся в исследуемой пробе.

Радий выделяют путем его совместного осаждения с барием (ближайшим химическим аналогом радия, изоморфно кристаллизующимся со всеми его солями) в виде сульфата.

При переведении радия и его изотопов в раствор должны быть выполнены следующие условия, определяющие полноту выделения из него эманаций:

раствор должен быть прозрачным и не содержать коллондных частиц, сорбирующих эманацию;

при хранении раствора из него не должен выпадать осадок; адсорбция радия на стенках барботера, в котором хранится раствор, происходить не должна.

Выбор метода переведения радия и его изотопов в раствор зависит от состава пробы, содержания радия в пробе, чувствительности принятого метода измерения активности эманации, а также от времени, в течение которого раствор должен оставаться пригодным для выделения радона.

Сложность химических операций по выделению изотопов радия значительно возрастает с увеличением навески пробы, в связи с чем целесообразно стремиться выбирать минимальную навеску. Для этого при анализе материала с малым содержанием радия следует использовать наиболее чувствительные методы измерения радиоактивности эманации. Обычно для химической обработки пробы берут навески 0,5—5,0 г; однако при необходимости количественных анализов низких (порядка кларковых) содержаний радия и тория в горных породах навеска может достигать 20 г. Вопросы выбора величины навески рассматриваются ниже.

¹ Изотопы радия $R_{3^{226}}^{\prime 226}$. $R_{3^{224}}$. (ThX) и Ra^{223} (AcX), распадаясь, образуют изотопы радона Rn^{222} , Rn^{220} (Tn) и Rn^{219} (An).

§ 29. Подготовка к анализу порошковых проб

Для переведения в раствор образец тщательно измельчают (некоторые минералы трудно поддаются разложению даже при очень тонком измельчении), выбирают оптимальную навеску пробы для переведения в раствор (см. § 32) и приступают к химической подготовке проб.

Методы химической подготовки пробы к эманационному определению радия н тория были предложены И. Е. Стариком и А. А. Смагиной (1933), И. Е. Стариком и Е. С. Щепотьевой (1946). В настоящее время последний метод считается классическим и называется основным.

При разработке ускоренных методов анализа основное внимание исследователей было обращено на изыскание путей сокращення или исключения затрат времени на проведение наиболее длительных и трудоемких процессов при использовании основного метода. Это относилось прежде всего к освобождению пробы от кремнекислоты, а также к переведению в растворимое состояние выделяемого в ходе анализа сульфата бария.

18. Основной метод

Соединения радия и бария близки по своим химическим свойствам. Ионы радия и бария, проявляя изоморфизм, способны замещать друг друга в кристаллической решетке их солей. Эта способность приводит к полному соосаждению радия из раствора с трудно растворимыми солями бария.

Ввиду того, что содержание радия во всех природных материалах ничтожно, для возможности проведения обычных химикоаналитических операций в анализируемую пробу вводят избыток соединений бария; дальнейшая задача сводится к отделению добавленного бария от всех находящихся в пробе элементов. Такой способ дает гарантию полного переведения радия в конечный раствор. Во избежание потерь радия всегда следует стремиться, чтобы соли бария — радия все время находились в осадке.

Химическая подготовка заключается в разложении образца и отделении мешающих элементов. При анализе силикатных пород породу разлагают путем сплавления с карбонатами и щелочами. Для легко разлагаемых пород можно применять кислотное разложение или сплавление с пиросульфатом калия. Трудно разлагаемые породы в зависимости от их минералогического состава требуют применения особых приемов, описанных ниже.

Согласно этому методу навеску пробы с добавлением соли бария сплавляют со смесью соды и едкого натра и сплав выщелачивают горячей водой. Осадок карбонатов и гидроокисей отфильтровывают, промывают раствором соды и растворяют в соляной кислоте.

Из раствора выделяют радий вместе с барием в виде сульфатов, отфильтровывают, промывают, прокаливают и путем сплавления с углекислым калием — натрием переводят в карбонаты; сплав выщелачивают водой. Осадок карбонатов отфильтровывают, промывают раствором соды и растворяют в соляной кислоте, после чего раствор переводят в барботер и запаивают. В течение определенного времени в запаянном барботере накапливается эманация радия, количество которой затем определяют радиометрическим методом.

Как уже отмечалось выше, разложение пробы производят преимущественно путем сплавления ее со смесью едкой и углекислой щелочей: Такой плавень наиболее подходит для работы, так как, во-первых, он имеет низкую температуру плавления, во-вторых, барий получается в виде углекислого соединения, которое при нагревании не растворимо в щелочной среде, и, в-третьих, он хорошо плавится в железном тигле. Соотношение едкой н углекислой щелочей берется равным 5:2; при более высоком содержании углекислой щелочи сплав спекается, при более низком углекислый барий плохо кристаллизуется, что приводит к его потере и, кроме того, к образованию большого количества окалины в железном тигле.

Количество плавня зависит от состава руды (для силиката 7-кратное, для монацита и эвксенита 15-кратное, для циркона 25-кратное по отношению к навеске руды).

Сплавление со щелочью лучше всего производить в железном тигле как наиболее дешевом и удобном. Можно также пользоваться тиглями из меди и никеля; менее всего подходят серебряные тигли, так как серебро образует коллоидные мути при отфильтровывании сплава, что значительно усложняет работу.

Во избежание получения окалины при сплавлении внутреннюю поверхность тиглей несколько раз промывают горячей 2—3-процентной соляной кислотой, затем водой, после чего тигель просушивают. Эту операцию необходимо производить перед каждым сплавлением. После такой обработки окалина в тиглях почти не образуется. Попадающее в сплав железо благодаря хорощей растворимости в соляной кислоте легко переходит в раствор.

При озолении осадков с фильтрами получается большое количество окалины и тигли быстро прогорают. Во избежание этого сухой фильтр озоляют в фарфоровом тигле, а затем осадок смывают раствором соды в железный тигель для сплавления.

Если производится обработка проб с кларковыми концентрациями радия, необходимо остерегаться загрязнения посуды радием. Поскольку этот элемент в отсутствии бария в нейтральной и щелочной среде может адсорбироваться стеклом, стеклянную посуду предварительно следует тщательно промывать соляной кислотой. Уже небольшие концентрации соляной кислоты (0,1 н.) смывают адсорбированный радий; нагревание значительно ускоряет десорбцию.

Особого внимания заслуживает подготовка барботеров, в которых помещают раствор для измерения: сначала их механически очищают горячей водой с мылом при помощи ерша, а затем для устранения следов радиоактивности тщательно промывают соляной кислотой, ополаскивают 1-процентным раствором хлористого бария (чтобы убедиться в отсутствии ионов SO_4^{-2}) и, наконец, дистиллированной водой. Так же подготовляют колбы для раствора ThX. Несмотря на то, что механическая очистка барботеров затруднительна из-за их формы, ее необходимо производить, так как внутренние стенки новых барботеров часто покрыты плохо смывающимся налетом грязи. Нередко для очистки такого налета приходится использовать хромовую смесь и для полного удаления солей пропускать в течение значительного времени через барботер водным краном. Затем промывку ведут, как указано выше.

При определении небольших количеств радия необходимо проверить его содержание в реактивах. Дистиллированная вода я соляная кислота совершенно не должны содержать ионов Ra; кроме того, в реактивах не должно быть органических веществ, так как последние препятствуют полному осаждению сернокислого бария. Для сплавления можно использовать техническую щелочь, которая обычно содержит соду, окись железа, воду и кремнекислый натрий. Соду при сплавлении добавляют в значительных количествах. Содержание же в щелочи железа и кремневой кислоты ничтожно по сравнению с обычно имеющимися в руде количествами, и ими можно пренебречь; необходимо лишь учитывать количество влаги и примесей при взятии навески щелочи, так как содержание в ней чистой NaOH нередко не превышает 40—45%.

Необходимое количество хлористого бария определяют, исходя из того, что сернокислый барий осаждают из объема 100—150 мл (при навеске до 10 г), а его растворимость при 20° С составляет 2,4 мг/л. Если взять 0,02 г хлористого бария, то количество растворенного сернокислого бария составит около 1% от общего его содержания, что не может сказаться на точности определения радия. При больших навесках, когда осаждение производят из объема 250—300 мл и более, количество хлористого бария можно доводить до 0,1 г; в случае бо́льших количеств соли бария могут образовать в барботере при небольшом объеме (10 мл) солянокислого раствора осадок хлорида. Для удобства работы обычно берут 0,1 г раствора хлористого бария; необходимое количество его отбирают с помощью пипетки.

Анализ¹. В зависимости от ожидаемого содержания радия навеску пробы 0,5—5,0 г сплавляют в железном тигле (в муфельной

¹ Перечень необходимых реактивов приведен ниже.

печи или на горелке) с 10-кратным количеством смеси едкого натрия и соды (2 части соды и 5 частей едкого натра). Расплавленную смесь охлаждают и добавляют в нее 0,05 г сухого хлористого бария и навеску пробы.

Навеску сплавляют до тех пор, пока масса не станет однородной. Остывший сплав извлекают из тигля и переносят в коническую колбу или стакан емкостью 2 л, заливают 800 мл дистиллированной горячей воды и кипятят в течение 40—50 мин до полной коагуляции осадка. Горячий раствор пропускают через обычную фильтровальную бумагу и фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре промывают горячим 5-процентным раствором соды (в количестве 1 л), затем смывают с фильтра 70 мл горячей воды в стакан емкостью 500 мл и подкисляют HCl (1:1) до слабокислой реакции (объем раствора при этом увеличивается до 300—350 мл). Затем добавляют еще 75 мл HCl (1:1) и раствор кипятят в течение 5—10 мин.

Прозрачный раствор сливают в другой стакан, а окалину, оставшуюся на дне стакана, растворяют, добавив еще около 5 мл HCl (удельного веса 1,19 Г/см³); растворенную окалину присоединяют к основному раствору.

Полученный раствор упаривают до объема 300—350 мл, нагревают до кипения и осаждают сульфаты радия и бария из кипящего раствора серной кислоты (10% вес.), по 50 мл H_2SO_4 на каждую пробу.

Вливать серную кислоту в основной раствор надо в три приема: сначала влить 15 *мл* и кинятить 5 *мин*, затем добавить еще 15 *мл* и снова кипятить 5 *мин*, в третий раз добавляют 20 *мл* кислоты и кипятят 20—25 *мин*. При таком медленном осаждении получают осадок с крупнокристаллической структурой, что очень важно при фильтровании.

На другой день оставшийся осадок фильтруют через двойной беззольный фильтр (синяя лента) и записывают дату и время фильтрования; это необходимо для расчета содержания ThX. Осадок сульфата бария промывают на фильтре холодной водой до отсутствия реакции на ион хлора, переносят фильтр с осадком в платиновый тигель, озоляют и сплавляют с содой или углекислым калием-натрием на паяльной горелке до полной прозрачности сплава. Сплав из тигля переносят горячей водой (не более 50-70 мл) в стакан емкостью 150 мл; для полного распада сплава раствор кипятят в течение 10-15 мин и затем отфильтровывают осадок из горячего раствора через беззольный фильтр (белая лента). Осадок на фильтре вначале промывают горячим 5-процентным раствором соды, затем горячей дистиллированной водой (до отсутствия реакции на сульфат-ион). Отмытый осадок растворяют на фильтре в горячей 5-процентной соляной кислоте и фильтр промывают дистиллированной водой до отсутствия реакции на хлор-ион (объем фильтрата 80-75 мл).

Раствор упаривают до объема 10—15 *мл* и переносят при помощи микроворонки в барботер. Общее количество раствора в барботере не должно превышать 30—35 *мл*. Стакан, в котором производилось упаривание, ополаскивают 2—3 раза дистиллированной водой и промывную воду присоединяют к основному раствору в барботере.

Ниже описаны способы переведения в раствор различных минералов, соединений и их смесей.

Переведение в раствор растворимых вкислотах минералов. Навеску растворяют в соляной кислоте (в присутствии HNO₃ не происходит полного осаждения BaSO₄), к раствору добавляют 0,05 г хлористого бария, который затем осаждают 10-процентным раствором серной кислоты. Осадок промывают до отрицательной реакции на хлор и сплавляют со смесью углекислого калия и натрия. Сплав выщелачивают водой, промывают горячим 1-процентным раствором соды до отрицательной реакции на серную кислоту и растворяют на фильтре в 5-процентной соляной кислоте. Раствор выпаривают до объема 10—15 мл и переливают в барботер.

Переведение в раствор ниоботитанатов. Минералы разлагают следующими веществами:

крепкой серной кислотой при продолжительном нагревании; едкими щелочами;

кислым сернокислым калием;

плавиковой кислотой.

Этот случай более сложен, так как приходится избавляться от целого ряда элементов (ниобия, тантала, титана, редких земель), различных по химическим свойствам.

Навеску пробы сплавляют в фарфоровом тигле с 10-кратным количеством KHSO₄ и 0,05 г BaCl₂ до тех пор, пока сплав не станет прозрачным; после остывания его выщелачивают горячей 5-процентной H₂SO₄ для растворения титана. Затем охлажденный раствор фильтруют и промывают холодной водой до отрицательной реакции на серную кислоту ¹. Таким образом, на фильтре остаются только кремнекислота, ниобий, тантал и сернокислый барий.

Чтобы избавиться от земельных кислот, осадок озоляют, снова сплавляют с сернокислым калием и выщелачивают горячим насыщенным раствором щавелевокислого аммония; при этом ниобий и тантал образуют растворимый комплекс и в осадке остаются сернокислый барий и кремневая кислота. Далее переведение в раствор производят обычным путем.

Раствор получается прозрачным и стойким в течение продолжительного времени. При этом одновременно удаляются Ti, Nb и Ta. В дальнейшем приходится отделить лишь редкие земли.

¹ Фильтрование и промывание на холоду не приводят к потере сернокислого бария.

Переведение в раствор смеси нноботитапата, монацита и полевого шпата. Разложение производится путем сплавления с кислым сернокислым калием и ничем не отличается от метода переведения в раствор ниоботитанатов.

Переведение в раствор циркона. Циркон можно перевести в раствор следующими соединениями:

углекислыми щелочами в процессе продолжительного нагревания при высокой температуре;

смесью углекислой щелочи и перекиси натрия;

кислым фтористым калием.

Основными затруднениями при определении радия в цирконе являются разложение циркона и очистка сернокислого бария от циркония. Усложняет работу также то, что смесь едкой углекислой щелочи с перекисью натрия образует значительную окалину на железном тигле.

Разложение циркона путем сплавления с кислым фтористым калием производят следующим образом: 10-кратное количество кислого фтористого калия плавят в платиновом тигле вместе с хлористым барием до удаления избытка воды. Затем в охлажденный плавень всыпают навеску пробы и продолжают плавление до полной прозрачности сплава. Сплав выщелачивают 50 мл 5-процентной Ĥ₂ŚO₄ и выпаривают сначала на водяной, а затем на песчаной бане до появления паров серной кислоты. Всю массу смывают в стакан, раствор доводят до объема 200 мл, кипятят в течение 20—30 *мин*, фильтруют и промывают горячей водой. На фильтре остаются сернокислый барий и следы циркония Сернокислый барий переводят в раствор, как обычно, сплавлением скарбонатами; в данном случае углекислых щелочей надо брать больше, чем в предыдущих, и выщелачивать возможно меньшим количеством воды, чтобы цирконий, оставшийся вместе с барием, ушел в щелочной фильтрат. По второму способу сплавление производят в железном тигле с 25-кратным количеством (по отношению к навеске пробы) смеси едкой и углекислой щелочей. Полное сплавление на хорошем пламени достигается через 1 ч.

При выщелачивании сплава приходится учитывать следующее:

гидрат окиси циркония при нагревании дает нерастворимое в слабых кислотах соединение;

углекислый барий на холоду образует коллоид, что влечет за собой его потерю (3—4%); при температуре выщелачивания (40—50°С) потери бария не происходит.

После выщелачивания осадок отфильтровывают, опускают вместе с фильтром в кипящую 10-процентную H₂SO₄ и кипятят. В осадке остается сернокислый барий, который переводят в раствор сплавлением с карбонатами.

Следует заметить, что при сплавлении с кислым фтористым калием и со щелочью после кипячения с серной кислотой вместе

с BaSO, часто остаются следы циркония. Поэтому при растворении углекислого бария в солянокислом растворе образуется характерная беловатая муть. Если сильно прокипятить раствор, то цирконий коагулирует и его можно легко удалить фильтрованием. В растворе цирконий или совсем не остается, или остаются следы его, настолько ничтожные, что после долгого стояния он не выпадает в осадок. При работе с небольщими навесками (около 1 *г*) освободиться от циркония удается с первого раза; при больщих навесках сплавление приходится повторять.

Переведение в раствор смеси циркона, монацита и ильменита в шлихе, содержащем золото, мало отличается от переведения в раствор чистого циркона. В данном случае необходимо удалить золото, которое при сплавлении и выщелачивании дает коллоиды и затрудняет фильтрование. Навеску руды кипятят около часа с царской водкой, фильтрат выпаривают до удаления азотной кислоты, разбавляют водой, прибавляют хлористый барий, которые осаждают серной кислотой. Отфильтрованный осадок обрабатывают так же, как в предыдущем случае, с той лишь разницей, что для полного удаления редких земель сернокислый раствор фильтруют и промывают на холоду до отрицательной реакции на серную кислоту. Оба осадка сернокислого бария переводят в раствор, как в предыдущем случае.

Переведение в раствор сульфидных минералов производится следующим образом: их предварительно окисляют царской вод-кой или сплавляют с Na₂O и далее в зависимости от состава применяют один из указанных ранее методов.

Переведение в раствор боратов осуществляется путем сплавлеиня со смесью едкой и углекислой щелочей (З части Na₂CO₃ на 2 части NaOH). В случае больших навесок пород и малоактивных руд (20 г) берут две навески по 10 г и каждую отдельно сплавляют в железном тигле и выщелачивают в отдельный стакан; затем оба осадка соединяют, растворяют в HCl и в дальнейшем поступают обычным путем.

Освобождение осадка BaSO₄ от загрязнений. При анализе горных пород осадок BaSO₄ часто бывает загрязнен кремнекислотой, сериокислым кальцием, соединениями титана, циркония, земельными кислотами и редкими землями, мешающими дальнейшему ходу анализа. В этом случае осадок BaSO₄ очищают одним из следующих приемов.

Если проба содержит много кремневой кислоты (больше 30% SiO₂), пробу сплавляют, как указано выше, сплав выщелачивают, фильтруют, промывают, гидраты окисей растворяют в соляной кислоте, причем кремневая кислота освобождается в виде большого желеобразного осадка. Солянокислый раствор выпаривают в фарфоровой чашке вначале на плитке, а потом на водяной бане досуха. В остаток еще 2 раза добавляют HCl и после каждого раза опять выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 20 мл HCl (удельного веса 1,1 Г/см³) и горячий раствор фильтруют. Осадок кремневой кислоты вместе с фильтром переносят в платиновый тигель, озоляют и разлагают плавиковой кислотой, упаривая досуха. Сухой остаток сплавляют на горелке с углекислым калием и натрием, выщелачивают и присоединяют к основному раствору, добавляя в него еще 50 мл HCl удельного веса 1,1 Г/см³.

Если проба содержит много кальция (карбонатные породы), то осадок карбонатов и гидроокисей после сплавления растворяют в избытке (10—12%) соляной кислоты, после чего осаждают барий небольшим избытком серной кислоты. Раствор отфильтровывают в горячем виде и осадок промывают горячей соляной кислотой до полного удаления из него кальция. При налични больших количеств кальция производят переосаждение BaSO₄.

В случае присутствия в пробе значительных количеств титана (более 10% TiO₂) навеску сплавляют (как указано выше), сплав выщелачивают, фильтруют и промывают осадок, как описано выше. Фильтр с осадком переносят в платиновый, кварцевый или фарфоровый тигель, озоляют и сплавляют с пиросульфатом калия (полученный сплав не бывает прозрачным, так как в нем присутствует сульфат бария). Остывший сплав растворяют в тигле в 10-процентной горячей H_2SO_4 (в 1 л воды 65 мл H_2SO_4 удельного веса 1,84 Γ/cm_3), переносят его в стакан и смывают тигель 50 мл той же кислоты. После этого стакан нагревают на водяной бане до полного растворения сплава: титан остается в растворе, а барий (радий) — в осадке в виде сульфатов. Осадок сульфатов фильтруют на другой день, промывают и далее поступают, как описано выше.

В случае сплавления содержащего цирконий материала (более 5% ZrO_2) нельзя употреблять калиевые плавни, так как при последующем переведении осадка в сернокислые соединения цирконий образует с калием трудно растворимые вещества. Загрязненный цирконием осадок сульфата бария обрабатывают 15%-процентной H_2SO_4 при кипячении в течение 1 ч. Фильтрование производят через фильтробумажную массу. Отделенный от циркония $BaSO_4$ часто включает цирконий, если содержание последнего в руде значительно; для полной очистки $BaSO_4$ следует 2—3 раза повторить сплавление со щелочами и последующее растворение осадка в серной кислоте. Кроме того, цирконий, как и титан, может быть отделен от $BaSO_4$ путем кипячения с насыщенным раствором щавелевокислого аммония. Фильтрование лучше производить на следующий день.

Если осадок сернокислого бария загрязнен ниобием и танталом, в одном случае в их присутствии смесь солей обрабатывают 1—2-процентной плавиковой кислотой: земельные кислоты растворяются, а осадок BaSO₄ промывают водой с несколькими каплями плавиковой кислоты; в другом случае ниобий и тантал вместе с осадком сернокислого бария сплавляют с кислым сернокислым калием п сплав выщелачивают насыщенным раствором щавелевокислого аммония: земельные кислоты переходят в раствор в виде шавелевокислого комплекса, а BaSO₄ остается в осадке.

Освобождение BaSO₄ от редких земель основано на хорошей растворимости их сернокислых солей в холодной воде. Поэтому барий и редкие земли необходимо перевести в сернокислые соединения путем сплавления с кислым сернокислым калием или обработкой осадков крепкой серной кислотой. Сернокислый раствор охлаждают (лучше оставить его на некоторое время на холоду), фильтруют и осадок сернокислого бария промывают холодной водой до отрицательной реакции на ионы сульфата.

19. Упрощенный метод выделения радия из навесок до 3 г 1

В предварительно сплавленную в железном тигле смесь едкого натра и соды (5:2) помещают навеску породы до 3 г и 0,2 г хлористого бария. Материал, содержащий органические вещества, предварительно прокаливают. Для разложения образца берут не менее чем 15-кратное количество смеси едкого натра и соды по отношению к навеске. Сплавление ведут при постепенном повышении температуры до 800° С, затем сплав выдерживают при этой температуре в течение 1 ч. После сплавления тигель осторожно охлаждают и сплав из него переносят в стакан для выщелачивания.

Выщелачивание сплава осуществляют горячей водой из расчета 100 *мл* воды на 5,0—7,5 г едкого натра. Содержание соды должно быть равно соответственно 2,0—4,0 г; если соды недостаточно, ее добавляют после растворения сплава. Тигель споласкивают горячей водой, выливают ее в основной раствор и раствор с осадком кипятят в течение нескольких минут до полного распадения сплава. После этого осадку дают отстояться и раствор быстро фильтруют через большую воронку с пористой пластинкой № 3 с применением вакуума.

В конце фильтрования весь осадок переносят на фильтр, 3 раза промывают 3-процентным горячим раствором соды и 1 раз горячей водой. Затем осадок из воронки стеклянной палочкой переносят в стакан. Тигель, в котором производилось сплавление, обмывают небольшим количеством соляной кислоты (1:3) и приливают ее в стакан с осадком. Осадок при нагревании растворяют в небольшом объеме соляной кислоты. После растворения осадка раствор переливают в воронку с пористой пластинкой и растворяют часть осадка, оставшегося на фильтре. Фильтрат собирают в стаканчик или в маленькую пробирку с отводом (если применяют вакуум) и переносят в барботер. Стакан и воронку дважды промывают водой, переливая промывные воды в барботер; общий

¹ Предложен П. П. Чайкиным, К. К. Гумбар и А. К. Зарезкиной.

объем раствора в барботере не должен превышать 30—35 мл; упаривание раствора не допускается. В полученном растворе сразу же определяют ThX, а затем Ra.

20. Упрощенный метод выделения радия из навесок от 3 до 20 г.1

Навеску породы с добавлением 0,3 г хлористого бария сплавляют в железном тигле с 7-10-кратным количеством предварительно проплавленного едкого натра; при содержании в породе органических веществ навеску образца предварительно прокаливают. Сплавление со щелочью необходимо производить при медленном повышении температуры, чтобы избежать бурной реакции. Когда реакция закончится, сплав нагревают до 700-800° С и при этой температуре выдерживают в течение 40 мин; после охлаждения его вместе с тиглем помещают в высокий стакан из жаростойкого стекла емкостью 1-2 л (в зависимости от взятой навески). Выщелачивание производят кипящей водой. Ввиду бурного протекания реакции воду прибавляют небольшими порциями примерно до половины стакана. Затем тигель вынимают из стакана щипцами и обмывают водой. В случае неполного выщелачивания сплава тигель наполняют небольшим количеством воды, помещают его на плитку и при осторожном нагревании растворяют оставшуюся часть сплава.

По окопчании выщелачивания в стакан добавляют столько кипящей воды, чтобы в 100 *мл* раствора содержалось не более 7,**5** г едкого патра. Для осаждения бария и радия добавляют соду с таким расчетом, чтобы в 100 *мл* раствора при содержании едкого натра 7,5 г было не менее 4 г соды, а при содержании едкого натра 5 г — не менее 2 г соды.

Раствор с осадком нагревают и кипятят в течение 10 мин. Осадку дают осесть и щелочной раствор осторожно сливают. В случае образования значительного осадка карбонатов и гидроокисей его промывают один-два раза 2-процентным горячим раствором соды путем декантирования.

Объем соды для промывания должен быть равен объему раствора при выщелачивании. Осадок карбонатов и гидроокисей растворяют в 5-процентной соляной кислоте. Для навесок 4—10 г берут 150 мл раствора соляной кислоты, для навесок более 10 г — 250 мл. Тигель, в котором производили сплавление, также обмывают 5-процетной соляной кислотой, присоединяя затем ее к основному раствору.

Осадок растворяют при нагревании в высоких стаканах объемом 500—600 мл; после растворения объем раствора доводят до 500 мл добавлением горячей воды. Из кислого раствора радий барий выделяют в осадок в виде сульфатов, прибавляя 10—15 мл

¹ Предложен П. П. Чайкиным, К. К. Гумбар и А. К. Зарезкиной.

торячего 10-процентного раствора серной кислоты. Раствор с осадком кипятят 5—10 мин и осадку дают отстояться в течение 30 мин на теплой плитке. Учитывая, что для выделения радия берут большое количество бария, сульфат которого хорошо оседает на дно стакана, отделение осадка от раствора может быть произведено путем осторожного сливания раствора.

Для переведения сульфатов радия—бария в карбонаты в стакан с осадком после сливания маточного раствора приливают 150 *мл* воды и 1 г солянокислого гидроксиламина (5 *мл* 20-процентного раствора); осадок со стенок стакана снимают фильтровальной бумагой. Раствор с осадком нагревают и кипятят в течение 3 *мин*, после чего в стакаш прибавляют 15—20 г соды, если осадок был отфильтрован, и 20—25 г, если раствор с осадка был слит. Раствор с осадком кипятят 15—20 *мин*; перед фильтрованием объем его доводят до 200 *мл*, дают отстояться и раствор отфильтровывают, ие перенося осадка на фильтр. Осадок в стакане промывают 5-процентным раствором соды при кипячении в течение 3—5 *мин*, отфильтровывают, тщательно промывают 5-процентным раствором соды и последний раз водой.

Для растворения осадка карбонатов радия—бария употребляют 10—15 *мл* 5-процентной соляной кислоты, которую использовали для споласкивания стакана. Фильтрат собирают в стакан емкостью 50 *мл*, затем переливают в большой стакан, нагревают и повторно фильтруют в малый стакан, чтобы полнее растворить осадок на фильтре; фильтрат переносят в барботер. Стаканы и фильтры тщательно промывают 5-процентной соляной кислотой и водой. В случае большого объема раствор можно упарить.

Собранный раствор подвергают эманационным измерениям. За время отделения Ra²²⁴ принимают среднее между началом сливания щелочного раствора и солянокислого раствора с осадка сульфатов радия—бария.

21. Ускоренный трилоновый метод.1

В зависимости от ожидаемого содержания радия или его изотопов тонкоистертую навеску пробы $1-20 \ s$ сплавляют в железном тигле со смесью перекиси натрия и соды, к которой добавлен $0,02-0,05 \ s$ BaCl₂. При анализе силикатов берут 8—9-кратное количество Na₂O₂ по сравнению с навеской вещества; количество соды равно весу образца. Если в пробе содержится циркон, необходимо 10—12-кратное количество перекиси натрия.

Смесь взятой навески с плавнем нагревают в пламени паяльной горелки, пока не получится однородная прозрачная спокойно плавящаяся масса. Расплавленную массу быстро, но очень осторожно выливают в железную сухую плоскую чашку, которую за-

¹ Предложен С. Г. Цейтлин.

тем охлаждают, быстро погружая в холодную воду; охлажденный сплав легко отделяется от стенок чашки. После этого сплав помещают в стакан емкостью около 2 л, прибавляют несколько кристаллов КМпО₄ и осторожно наливают в него (под стеклом) 150— 200 мл кипящей воды. После прекращения бурной реакции в стакан осторожно вливают 1,5 л кипящей воды, дают осадку по возможности осесть и горячий прозрачный раствор фильтруют, оставляя осадок на дне стакана. Для фильтрования удобно пользоваться воронкой Бюхнера с отсосом при небольшом разрежении.

В осадок, оставшийся в стакане, прибавляют 50—60 г соды, вливают около 1,5 л кипящей воды и хорошо перемешивают; дают осадку осесть и жидкость отфильтровывают через тот же фильтр. Такую операцию повторяют 2—3 раза в зависимости от величины навески и содержания во взятом образце кремневой кислоты.

После последнего промывания содой осадок полностью переносят на фильтр, затем вместе с фильтром в стакан, куда прибавляют около 200 *мл* горячей HCl (1:3), и кипятят раствор в течение 5—6 *мин*, пока осадок не растворится. Если в исследуемом образце присутствует титан, в стакан до растворения осадка прибавляют винную кислоту в таком количестве, чтобы в конечном счете был получен 1—2-процентный ее раствор. Полученный при этом раствор отфильтровывают от остатков фильтровальной бумаги и нерастворившейся окалины железного тигля, фильтр промывают горячей водой, солянокислый раствор нагревают до кипепия и в кипящем растворе 25 *мл* разбавленной (1:5) H_2SO_4 осаждают сернокислый барий. Вместе с барием осаждают радий и его изотопы.

Полученные сернокислые соли через 2—3 *и* осторожно огфильтровывают через стеклянный тигель № 3 с пористым дном при небольшом разрежении с помощью водоструйного насоса. Перенесенный на этот фильтр осадок тщательно отмывают водой от соляной кислоты и осторожно переносят путем смывания (при помощи небольшой промывалки) горячим 2,5-процентным раствором четырехзамещенной натриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (38) ¹ в стакан емкостью 100 *мл*.

Стеклянный тигель с пористым дном переносят в другой такой же стакан и кипятят 3—4 мин в 10—12 мл раствора четырехзамещенной натриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, после чего вынимают и тщательно обмывают водой. Раствор пере водят в стакан, где находится осадок сульфатов (получается примерно 40—50 мл), и все вместе кипятят в течение 10—15 мин, пока весь осадок не растворится. Полученный раствор осторожно выпаривают до объема 25—30 мл, охлаждают и переносят в барботер, который передают на эманационные измерения. Если предварительные операции произведены правильно, получается прозрачный раствор слегка желтоватого цвета.

¹ Номер реактива.

Навеску мелко растертой пробы 0,5—5,0 г сплавляют в железном тигле со смесью перекиси натрия и едкого натра. Количества плавня в зависимости от величины навески приведены в табл. 4. 1.

Сплавление ведут, как обычно, на пламени паяльной горелки, сначала осторожно, до прекращения выделения пузырьков газа, и затем до получения однородного сплава. Время, необходимое для сплавления, составляет 5—6 мин. При охлаждении сплава тигель вращают, чтобы бо́льшая часть сплава застыла на стенках тигля. Охлажденный тигель помещают в стакан емкостью 400 мл, сплав заливают 100—150 мл воды и стакан накрывают часовым стеклом. После прекращения выделения газа стекло снимают и обмывают водой. Если выщелачивание идет медленно, к раствору прибавляют 0,2—2 мл перекиси водорода. По окончании выщелачивания тигель извлекают из стакана, тщательно обмывают водой из промывки и оставляют на время.

После того как кусочки окалины осели на дно, щелочной раствор вместе с осадком гидроокисей осторожно (чтобы окалина оставалась на дне) вливают в стакан объемом 1—2 л, содержащий в зависимости от величины навески воду и соляную кислоту удельного веса 1,19 Г/см³ в количествах, приведенных в табл. 4.2.

Таблица 4.1

Зависимость количества плавня

от навески пробы

Таблица 4.2

Навеска пробы, г	Содержания, г		Навеска	Содержание, мл	
	перекиси натрия	едкого натра	пробы. г	воды	соляной кислоты
0,5 1,0 2,0 3,0 5,0	5 8 12 15 20	2 3 4 5 8	0,5 1,0 2,0 3,0 5,0	500 500 500 750 1000	25 40 50 75 100

Содержание воды и соляной кислоты в зависимости от навески пробы

Независимо от объема этого раствора в него предварительно вводят 1,0 мл 10-процентного раствора хлористого бария (100 мг BaCl₂). Небольшую часть щелочного раствора с окалиной удобно разбавить водой (в 2—3 раза), дать отстояться и влить в основной раствор, оставив окалину на дне стакана. Стакан из-под щелочного раствора и тигель наполняют на ${}^{3}\!/_{4}$ кислым раствором из большего (объемом 1—2 л) стакана. Раствор из тигля с остатками

¹ Предложен В. Г. Сочевановым и Л. Т. Мартыновой.

окалины сливают в стакан из-под щелочного раствора. После отстаивания прозрачный раствор над окалиной соединяют с основным раствором. К окалине прибавляют 2—3 мл соляной кислоты удельного веса 1,19 Г/см³, накрывают стеклом и нагревают до полного растворения окалины. Содержимое стакана разбавляют до объема 10—15 мл водой и также соединяют с основным раствором.

К прозрачному солянокислому раствору, окрашенному в светло-желтый цвет, прибавляют З мл разбавленной серной кис-1) и перемешивают стеклянной палочкой, стараясь не лоты (1 царапать стенок стакана. Если в отсутствии титана раствор вместо светло-желтого становится красноватым вследствие частичного гидролиза хлорного железа, в него добавляют около 10 мл соляной кислоты удельного веса 1,19 Г/см³. Для лучшей кристаллизации сернокислого бария стакан с раствором после этого ставят в кипящую водяную баню, погружая его в воду на 1/4-1/3 высоты. Примерно через 30 мин в стакан прибавляют еще 0,5 мл раствора хлористого бария, раствор перемешивают палочкой, которую затем вынимают из стакана и споласкивают водой.

Через 1,5-2 ч (а если позволяет время, на следующее утро) прозрачный раствор над осадком сульфата бария осторожно декантируют при помощи сифона. При этом необходимо следить, чтобы в сливаемый раствор не попали кристаллы, образовавшиеся на поверхности раствора, и осадок со дна стакана. Оставшиеся 25—70 мл раствора вместе с осадком разбавляют водой до 200— 300 мл, осадку дают отстояться и еще раз декантируют прозрачный раствор при помощи сифона. К оставшемуся вместе с осадком небольшому объему раствора прибавляют і г трилона Б, 0,3 г маннита (или сегнетовой соли), 2-3 капли спиртового раствора тимолфталеина, насыщенный раствор едкого натра (до появления синей окраски и затем еще 2-3 мл). Эту смесь разбавляют водой до объема 100-150 мл и кипятят до полного растворения осадка сульфата бария. Прозрачный раствор упаривают до объема 20-25 мл и полностью переносят в барботер, который после продувания в течение 10-15 мин передают для измерений ThX или в случае определения радия запаивают. На барботере проставляют дату и время фильтрования сульфата бария, а также дату и время его запаивания.

Ниже описаны отдельные случаи, требующие специального разбора.

В пробах, содержащих цирконий и большое количество фосфатов, вместе с сернокислым барием в осадок выпадает объемистый светлый осадок фосфата циркония, мешающий отделению бария. В этом случае после декантирования основной части прозрачного раствора к остатку добавляют 3 г щавелевой кислоты и пробу в 2— 3 раза разбавляют водой. В результате непродолжительного нагревания осадок фосфата циркония растворяется и на дне стакана остается кристаллический осадок сернокислого бария. После двукратного промывания водой этого осадка декантацией BaSO₄ растворяется в трилоне Б, как описано выше.

При анализе проб, содержащих более 5% титана, в раствор соляной кислоты, помимо хлористого бария, вводят 0,5—1,0 мл 30-процентной перекиси водорода. Если для повышения точности анализа требуется навеска 10 г, ее делят на две по 5 г. Выделившиеся в ходе анализа каждой навески осадки сернокислого бария объединяют и растворяют в щелочном растворе трилона Б.

Пробы, содержащие органическое вещество, перед сплавлением с перекисью натрия озоляют.

23. Ускоренный фторидный метод 1

Навеску пробы 1—5 г (в зависимости от ожидаемого содержания радия) обжигают, если порода содержит органические вещества или сульфиды, и смешивают в железном тигле с трехкратным количеством фтористого аммония. Тигель выдерживают в слабо нагретом муфеле (500—600° С) до прекращения выделения «белого дыма» — фтористого кремния. Затем тигель вынимают из муфеля, охлаждают, добавляют в него половинное количество фтористого аммония (5—7 г), смешивают стеклянной палочкой (расплющенной на конце), раздавливая комочки, и вновь нагревают в муфеле до прекращения выделения «белого дыма». Остаток разлагают и осаждают сульфаты одним из следующих способов.

К и с л о т н о е р а з л о ж е н и е. Остаток переносят в стакан емкостью 300 мл, тигель обмывают водой и соляной кислотой. Добавляют 20—60 мл соляной кислоты удельного веса 1,19 $\Gamma/сm^3$, 20—40 мл воды и 1—2 г хлористого аммония и кипятят до растворения пробы; иногда приходится выпаривать раствор до объема 15—20 мл. Если проба не растворилась, добавляют еще 10 мл соляной кислоты, затем доливают 100—200 мл воды и кипятят до растворения солей. При такой обработке большинство проб полностью переходит в раствор; в других пробах остается небольшой нерастворимый осадок или муть, не мешающие осаждению BaSO₄. В полученном растворе, иногда не совсем прозрачном, осаждают сульфаты бария и радия. Для этого к пробе приливают 20 мл серной кислоты (1:10) и затем при кипении добавляют по каплям 4—5 мл 5-процентного раствора хлористого бария.

Щелочное разложение. Остаток в железном тигле разминают стеклянной палочкой и смешивают с 2 частями перекиси натрия (2—10 г); туда же добавляют 0,1—0,3 г хлористого бария, перемешивают и сплавляют в муфельной печи при температуре 800° С. Сплав выдерживают в течение 10 мин, вынимают и охлаждают. Тигель помещают в стакан емкостью 300—500 мл и приливают столько воды, чтобы тигель был покрыт ею; стакан

¹ Предложен П. И. Быковым.

прикрывают часовым стеклом. После растворения сплава тигель вынимают, обмывают разбавленной соляной кислотой и водой. К раствору сплава приливают соляную кислоту удельного веса $1,19 \ \Gamma/cm^3$ до полной нейтрализации. Мутный раствор нагревают до кипения; для растворения осадка понемногу добавляют соляную кислоту. При наличии в пробе сульфатов на дне стакана остается нерастворимый белый осадок сульфата бария. Раствор снимают с плитки и дают отстояться (при этом на дно оседает окалина от железного тигля), сливают в другой стакан, оставляя окалину с небольшим количеством раствора. К окалине приливают 10 *мл* соляной кислоты удельного веса 1,19 Γ/cm^3 , кипятят до растворения окалины и полученные растворы соединяют. В объединенном растворе осаждают сульфат бария, добавляя 20 *мл* серной кислоты (1 10), кипятят и оставляют до следующего дня.

Осажденный первым или вторым способом сернокислый барий фильтруют через фильтр (синяя лепта) с применением фильтробумажной массы. Осадок промывают теплой водой до отрицательной реакции промывных вод на сульфат-ион, озоляют и прокаливают в фарфоровом тигле. Перевод сульфата бария в карбонат производят в железных тиглях емкостью 30 мл, куда кладут кусочки сплава (40) ¹ весом около 5 г, расплавляют и дают застыть. На поверхность сплава высыпают из фарфорового тигля прокаленный сульфат бария. Тигель «обмывают» порошком безводной соды (обтирая ею стенки тигля) и высыпают ее в железный тигель со сплавом. Сплавляют, выдерживают примерно в течение 10 мин в расплавленном состоянии, дают остыть, выщелачивают водой, фильтруют образовавшийся осадок карбоната бария и 10 раз промывают 2-процентным раствором соды. Затем под воронку с промытым карбонатом бария подставляют стакан и растворяют его на фильтре 5-процентной горячей соляной кислотой. Фильтр промывают горячей водой, собранный фильтрат упаривают до 20-30 мл переносят в барботер. При особо точных определениях осадок сульфатов обрабатывают, как в основном методе.

Переведенную в барботер пробу передают для эмапационных определений ThX или радия, отмечая время фильтрования BaSO₄ и запаивания барботера.

§ 30. Подготовка к анализу проб воды

В природных водах концентрация радия изменяется от $n \cdot 10^{-8} e/A$ до $n \cdot 10^{-12}$. Для всех вод определению предшествует концентрирование, которое осуществляется путем соосаждения радия с сульфатом бария (при нагревании) или с карбонатом кальция (без нагревания). Оба метода в равной степени обеспечивают отделение радия от сопутствующих элементов в водах. Количествен-

¹ Номер реактива.

ное определение радия производится эманационным методом — по накопленному количеству радона.

Ниже приводится описание двух методов определения радия в водах: основной метод (И. Е. Старик и Е. С. Щепотьева, 1946) и ускоренный метод, разработанный 11. А. Жаровым в 1960 г.; последний отличается быстротой определения и простотой операций, что позволяет производить определение в полевых условиях.

Радий определяют в совершенно прозрачных водах; мутные воды предварительно фильтруют. Если фильтрат опалесцирует, результат определения соответствует содержанию радия как в воде, так и во взвешенных в ней частицах. Объем воды, необходимый для определения содержания в ней радия, выбирают, согласно приведенным в § 32 указаниям.

24. Основной метод 1

Соосаждение радия с сульфатом бария производится из концентрата, полученного после упаривания исходного объема воды. Осадок сульфата бария и радия отфильтровывают, промывают, прокаливают и сплавляют с углекислым натрием. После выщелачивания и фильтрования осадок промывают раствором соды и растворяют в соляной кислоте. Раствор переводят в барботер и после накопления радона осуществляют его измерение.

Пробу воды объемом 1 л подкисляют 2 мл соляной кислоты (1 1) и упаривают до 300—400 мл. К горячему раствору добавляют примерно 0,1 г мелко истертого хлористого бария и 25 мл серной кислоты (1:5) при перемешивании. Выпадающий осадок сернокислого бария увлекает за собой радий.

Раствор с осадком доводят до кипения, в течение 3 ч держат на теплой плитке и затем оставляют на ночь при комнатной температуре. На следующий день осадок отфильтровывают через фильтр (синяя лента) и промывают горячей водой до отрицательной реакции на хлор. Необходимо следить, чтобы осадок не оставался на стенках и не проходил в фильтрат. Затем фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, подсушивают и озоляют на электрической плитке, после чего прокаливают в муфельной печи (при красном калении) в течение 45—60 мин. Осадок смешивают с 6— 7-кратным (по объему) количеством углекислого натрия—калия и сплавляют в платиновом тигле на паяльной горелке до получения совершенно прозрачного сплава. Сплав выщелачивают горячей водой в стакан и осторожно (опасаясь разбрызгивания жидкости и «подпрыгивания» стакана) книятят в течение примерно 30 мин. Осадок карбонатов отфильтровывают, промывают 1-процентным раствором соды и растворяют (на фильтре) в 4—10 мл

¹ Составлен и проверен Л. А. Петропавловской и Н. В. Озеровой по материалам И. Е. Старика и Е. С. Щепотьевой (1946).

соляной кислоты (1 10). Фильтрат переводят в барботер, продувают в течение 15 мин с помощью водоструйного насоса. Если не требуется определения ThX, барботер запанвают.

25. Ускоренный метод ¹

Радий полностью соосаждается с осадком углекислого кальция при обычной температуре (без нагревания). Углекислый кальций образуется в воде при добавлении насыщенного раствора хлористого кальция и хорошо растертого порошка углекислого натрия. Осадок карбоната кальция-радия после отстаивания и сливания сифоном прозрачной части раствора отфильтровывают, растворяют в соляной кислоте и переводят в барботер.

К 1 л воды² прибавляют 2 мл концентрированной соляной кислоты и 1 мл насыщенного раствора хлористого кальция. Затем до момента выпадения карбоната кальция понемногу добавляют сухую растертую в порошок соду и после этого еще 50 мл 10-процентного раствора соды. Для коагуляции осадка прибавляют 0,25 г активированного угля и все вместе тщательно перемешивают.

Через 1—3 ч (можно оставить на ночь) просветленную жидкость над отстоявшимся осадком карбонатов вместе с углем сливают декантацией и осадок отфильтровывают через фильтр (синяя лента диаметром 9 см), промывают его на фильтре 1-процентным раствором соды до отсутствия реакции в промывных водах на SO₁² и затем 1-2 раза дистиллированной водой.

После этого осадок карбоната кальция растворяют на фильтре в соляной кислоте (1:3), добавляемой 7 раз по 5 мл; во избежание разбрызгивания первые 5 мл кислоты необходимо добавлягь порциями по 1 мл; стакан (бутыль), в котором велось осаждение, нужно предварительно обмыть. Собранный солянокислый фильтрат объемом около 40 мл переводят через маленькую воронку в барботер (стаканчик обмывают водой и сливают ее туда же), который продувают воздухом и запаивают. После накопления радона производят радиометрические измерения.

§ 31. Перечень реактивов, необходимых для подготовки проб к радиохимическому анализу

Применяемые реактивы предварительно испытывают на чистоту по отношению к радиоактивным примесям с помощью соответствующей радиометрической аппаратуры (прибор РАЛ-1 и др.). Перечень необходимых реактивов приведен ниже.

1. Аммиак, ГОСТ 3760-47, 25-процентный раствор.

2. Аммиак фтористый кристаллический, ГОСТ 4518-48.

¹ Предложен П. Н. Жаровым в 1960 г.

² В случае, если объем воды равен 10 л, добавляют 5 мл раствора CaCl₂, 250 мл 10-процентной Na₂CO₃ и около 0,7 г активированного угля.

3. Барий хлористый кристаллический, ГОСТ 4108-48.

4. Барий хлористый, 10-процентный раствор.

5. Барий хлористый — раствор, содержащий 2 мг бария в 1 мл (0,35 г BaCl₂·2H₂O растворяют в 100 мл воды).

6. Висмута хлорид — раствор, содержащий 2 *мг* висмута в 1 *мл*; 0,05 г металлического висмута растворяют в 10 *мл* азотной кислоты удельного веса 1,4 *Г/см*³, добавляют 5 *мл* серной кислоты (1 1) и упаривают досуха для удаления азотной кислоты; сухой остаток растворяют в соляной кислоте (1 1) и переносят раствор в мерную колбу на 25 *мл*, доливая до метки соляной кислотой (1:2).

7. Железа (III) хлорид, ГОСТ 4147-48, 1-процентный раствор.

8. Калий-натрий углекислый безводный.

9. Калий пиросернокислый безводный.

10. Калий перманганат кристаллический.

11. Калий сернокислый, ГОСТ 4145-48, насыщенный раствор.

12. Кальция хлорид, ГОСТ 4141-48, 2,5-процентный раствор.

13. Хлористый кальций, насыщенный раствор.

14. Комплексон III (трилон Б) кристаллический.

15. Кислота азотная удельного веса 1,4 Г/см³, ГОСТ 4461-48.

16. Кислота винная кристаллическая, ГОСТ 5817-55.

17. Кислота серная удельного веса 1,84 Г/см³, ГОСТ 4204-48.

18. Кислота серная 10-процентная; 65 мл H₂SO₄ удельного веса 1,84 Г/см³ осторожно вливают в 935 мл воды и перемешивают.

19. Кислота серная разбавленная (1:5).

20. Кислота соляная удельного веса 1,19 Г/см³, ГОСТ 3118-46.

21. Кислота соляная перегнанная удельного веса 1,1 Г/см⁸ или разбавленная (1 1).

22. Кислота соляная разбавленная (1:3).

23. Кислота соляная разбавленная (1:8).

24. Кислота соляная разбавленная (1:10).

25. Кислота соляная разбавленная (1:25).

26. Кислота фосфорная удельного веса 1,7 Г/см³, ГОСТ 6552-58.

27. Кислота фтористоводородная (плавиковая) 40-процентиая, ТУ МХП 289-47.

28. Кислота хлорная 30- или 70-процентная, ТУ МХП ОРУ 87-57.

29. Кислота щавелевая кристаллическая, ГОСТ 5873-51.

30. Маннит или сегнетова соль кристаллическая.

31. Натр едкий кристаллический, ГОСТ 4323-48.

32. Натр едкий, насыщенный раствор.

33. Натрия перекись кристаллическая, ТУ МХП 1665-47.

34. Натрий углекислый безводный.

35. Натрий углекиолый, ГОСТ 84-41, 10-процентный раствор.

36. Натрий углекислый, 5-процентный раствор, не содержащий следов Н₂SO₄ (проба с BaCl₂ в кислой среде).

37. Натрий углекислый, 1-процентный раствор.

38. Натриевая четырехзамещенная соль этилендиаминтетрауксусной кислоты, 2,5-процентный раствор; 5 г трилона Б растворяют в 25 мл 5-процентного раствора соды, разбавляют до 200 мл водой и фильтруют.

39. Пергидроль — 30-процентная перекись водорода. ГОСТ 177-41.

40. Плавень (щелочно-карбонатная смесь); в железной (неэмалированной) посуде сплавляют смесь, состоящую из 2 частей безводной соды и 5 частей едкого натра; расплав выливают на железный лист; застывший сплав размельчают и хранят в плотно закрывающейся банке.

41. Свинца нитрат, 1-процентный раствор.

42. Свинца хлорид — раствор, содержащий 2 мг свинца в 1 мл; 0,240 г РbО растворяют в горячей соляной кислоте (1:1); после осаждения раствор переносят в колбу емкостью 100 мл и объем доводят до метки соляной кислотой (1:2).

43. Серебра нитрат, 5-процентный раствор.

44. Тимолфталенн (индикатор), 0,1-процентный раствор в 60-процентном спирте.

45. Уголь активированный.

46. Уранила нитрат.

47. Уран радиохимический чистый.

48. Цирконий нитрат или хлорид — раствор, содержащий 5 мг/мл Zr.

ХХVИ. РАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ РАСТВОРОВ

В результате химической подготовки проб радий и его изотопы из исследуемых проб переводят в раствор, передаваемый на радиометрический анализ. Если пробу_анализируют на радий и торий X, сначала определяют торий X, а затем, после соответствующего накопления радона, радий-226. Методика и техника радиометрического анализа на радий-226 и торий X ниже рассматривается раздельно; общим для обеих методик является то, что количество эманации, выделяемой исследуемым раствором, измеряют методом сравнения эффектов, регистрируемых измерительным прибором от пробы и эталона.

§ 32. Определение радия в растворах

Радиометрическое определение радия в растворе производят эманационным методом — по количеству радона, накопившегося в запаянном барботере с раствором в течение определенного времени. Этот метод определения радия, особенно при использовании прибора РАЛ-1, обладает большей чувствительностью, чем другие физические методы (см. приложение 10).

26. Условия и последовательность проведения анализа

Эталонирование прибора. В связи с тем, что определение радия по радону осуществляется относительным методом, для измерения количества радона, выделяемого раствором, предварительно производят эталонирование прибора жидким эталоном радия; в результате определяется константа прибора, выражаемая в граммах Ra на деление в минуту (для электрометра) или в граммах Ra на импульс в минуту (для прибора РАЛ-1).



Рис. 45. Установка для переведения радона в камеру вакуумным методом.

15 мин для полного удаления накопившейся в нем эманации, после чего обе трубки его запаивают, записывая время запаивания. По содержанию в барботере радия Q_{Ra}^{3} и времени накопления радона *t* можно в любой момент определить количество радона, накопившегося в барботере, по формуле

$$Q_{\mathrm{Rn}}^{\mathfrak{s}} = Q_{\mathrm{Ra}}^{\mathfrak{s}} \cdot (1 - \mathrm{e}^{-\lambda l}), \qquad (4.1)$$

где λ — постоянная распада радона ².

Эталонирование осуществляют в следующем порядке. Сначала определяют естественное рассеяние (прибором СГ-1М) или естественный фон (прибором РАЛ-1) эманационных камер. При работе с электрометром предварительно устанавливают нужную чувствительность прибора (обычно 20 дел/в).

Радон, накопившийся в барботере с радневым эталоном, переводят в эманацпонную камеру вакуумным методом. Для этого барботер соединяют через осушитель (трубку с CaCl₂ или силикагелем) с предварительно откачанной эманационной камерой (рис. 45).

1 Величины (1 — e^{-λt}) приведены в приложении 15.

Необходимо следить, чтобы соединительные резиновые трубки были как можно короче, так как радон довольно сильно поглощается резиной.

Затем при закрытых кранах 3 и 4 отламывают под резиновой трубкой конец барботера 1, соединенный с осушителем. Осторожно приоткрыв кран 3, впускают воздух из барботера в камеру, затем кран 3 закрывают и при закрытом кране 4 отламывают конец барботера 2. После этого осторожно открывают кран 4 и впускают воздух в барботер. Когда давление воздуха в барботере сравняется с атмосферным, осторожно приоткрывают кран 3 и устанавливают такую скорость тока воздуха, чтобы пузырьки воздуха в жидкости можно было считать (около 100 пузырьков в минуту). Примерно через 10 мин можно ускорить продувание, чтобы оно было закончено за 15 мин.

Для полного (не менее 99%) переведения радона в камеру необходимо, чтобы объем камеры был по меньшей мере в 10 раз больше объема барботера. Если это соотношение не выдерживается, необходимо переводить радон в камеру порциями, чередуя перевод с встряхиванием раствора. Для этого после переведения в камеру радона, находящегося в воздухе барботера, кран 3 закрывают, через кран 4 наполняют барботер воздухом и закрывают этот кран; затем барботер встряхивают в течение 5-10 сек и, открыв кран \hat{s} . переводят воздух из барботера в камеру при закрытом кране 4. Кран 3 закрывают и, осторожно приоткрыв кран 4, вновь заполияют барботер воздухом. После этого закрывают кран 4 и повторяют встряхивание раствора и переведение радона в камеру. Такую операцию повторяют 4—5 раз, после чего устанавливают постоянный ток воздуха и пропускают воздух через барботер до выравнивания давления в камере с атмосферным. Полноту переведения радона из раствора проверяют путем повторного переведения оставшегося в растворе радона во вторую камеру.

При определении малых количеств радона (10¹²—10⁻¹³ кюри) для предотвращения «заражения» камеры воздухом лаборатории следует продувать барботер азотом или сжатым воздухом из баллона (не ранее чем через 30 суток после наполнения баллона). Спустя 3 ч после того, как введение радона в камеру окончено, измеряют ионизационный ток или скорость счета импульсов.

После введения радона в камеру альфа-активность быстро возрастает вследствие накопления короткоживущих продуктов распада радона. Увеличение альфа-активности в сцинтилляционных камерах после введения в них радона происходит быстрее, чем возрастание тока в ионизационных камерах (рис. 46). Это объясняется тем, что альфа-излучение продуктов распада радона в сцинтилляционных камерах регистрируется примерно с той же эффективностью, что альфа-излучение радона, в то время как в ионизационных камерах коэффициент использования альфа-излучения активного налета на стенках камеры примерно в два раза меньше коэффициента использования альфа-излучения радона.

Через 3 ч после введения радона в камеру альфа-активность достигает максимума, после чего начинается ее уменьшение в связи с распадом радона ¹; на кривой этот интервал времени характеризуется пологим максимумом.

Когда продукты распада радона накапливаются меньше 3 ч, при эталонировании для каждого момента времени t можно определить соответствующий эффект на измерительной установке I_t (в дел/мин или имп/мин) и по его величине рассчитать константу измерительной установ-



ки по формуле

 $\varepsilon_{t} = \frac{Q_{\text{Rn}}^{3}}{I_{t}} =$ $= \frac{Q_{\text{Ra}} \left(1 - e^{-\lambda_{\text{Rn}} t}\right)}{I_{t}}.$ (4. 2)

а — измерения прибором РАЛ-1 с камерой объемом 625 мл; о — измерения электрометром СГ-1М с.камерой объемом 1000 мл.

Величину є, целесообразно вычислять для следующих времен накопления продуктов распада радона в камере: 1; 1,5; 2; 2,5 и 3 ч.

Эталонирование установки производят не

реже 1 раза в месяц, а также после каждого ремонта.

Для большей надежности определения величины є эталонирование необходимо проводить не менее чем двумя эталонами; расхождения в значениях этой константы при повторном эталонировании не должны превышать $\pm 5\%$. Если при измерениях с какимлибо эталоном є систематически оказывается выше или ниже, чем при работе с другими эталонами, им далее пользоваться не следует.

В период между эталонированиями необходимо контролировать стабильность чувствительности установки в дни работы с помощью вспомогательного эталона. При работе с электрометром в качестве такого эталона можно применить источник гамма-излучения (~0,1 *мг* Ra), помещая его вблизи электрометра на одном и том же месте. Чувствительность контролируют путем определения величины ионизационного тока, вызванного излучением эталона. При работе со сцинтилляционными камерами (прибор РАЛ-1) стабиль-

Рис. 46. Увеличение альфа-активности после мгновенного введения радона в камеру.

[:] В течение 3 « после введения радона в камеру, т. е. после отделения его от радия, распадается 2,3—3,0% Rn.

ность чувствительности установки можно проверять путем измерения торона от эталона тория в проходящей струе воздуха, можнотакже использовать плутониевый или другой альфа-источник площадью 10 см² и активностью 2000—4000 расп/мин. Источник необходимо укрепить на внутренней торцовой стенке (противоположной стеклянному окну) одной из камер активной поверхностью наружу. При установке камеры с источником на прибор скорость счета импульсов всегда должна быть постоянной.

В случае работы с несколькими ионизационными камерами при одинаковых размерах и форме камер и электродов эталонирование прибора можно производить с одной камерой, считая, что для остальных константа прибора не изменяется. То же самое может быть сказано и о сцинтилляционных камерах, так как по техническим условиям их чувствительность должна изменяться в пределах $\pm 2\%$. Однако для приборов РАЛ-1 целесообразно предварительно убедиться в идентичности камер по чувствительности, определив чувствительность каждой из них.

Измерения радия в растворах. Полученный в результате химической обработки раствор переводят в барботер объемом 50—75 мл через вертикальную трубку специально изготовленной воронкой с очень тонко оттянутым концом. Стакан изпод пробы и воронку ополаскивают слабым раствором соляной кислоты, который сливают туда же. Общее количество жидкости в барботере не должно превышать половины его объема. Затем барботер с раствором пробы в течение 10—15 мин продувают с помощью воздуходувки для удаления радона. Скорость струи воздуха должна быть такой, чтобы раствор из барботера не разбрызгивался (порядка 100 пузырьков в минуту).

После продувания барботер запаивают для накопления радона, оттягивая его концы так, чтобы их легко было обломать под резиновыми трубками. Момент запаивания считается временем начала накопления радона; это время записывают на этикетке и в журнале. Время накопления радона в барботере с пробой выбирается в соответствии с рекомендациями, изложенными ниже.

Радон переводят из барботера в камеру, как и при эталонировании. Для этого его соединяют с откаченной эманационной камерой (см. рис. 45) и переводят радон вакуумным методом.

Порядок измерений остается таким же, как и при эталонировании. Камеру соединяют с прибором и измерения начинают через 1—3 4 после введения радона в камеру.

Количество радона в камере измеряют через определенный промежуток времени, величина которого выбирается на основании следующих соображений. При анализах малых концентраций радия накопление продуктов распада радона целесообразно производить в течение 3 ч, так как за это время радон приходит в равновесие с короткоживущими продуктами его распада и в связи с этим чувствительность измерений становится максимальной. Если для повышения производительности работ необходимо сократить время накопления продуктов распада радона в камере, это время все же должно быть не менее 45 *мин*, иначе ошибка в связи со значительным интервалом времени введения радона в камеру может оказаться существенной.

В случае работы с электрометром ионизационный ток измеряют по времени перемещения нити в поле зрения окуляра на заданное число делений. При измерениях проб и эталонировании целесообразно выбирать один и тот же интервал шкалы. Чтобы свести к минимуму ошибку отсчета времени, каждое измерение должно продолжаться не меньше 30 сек. Производят 4---5 отсчетов, по которым вычисляют среднее значение ионизационного тока I (в дел/мин).

После измерения камеру тщательно продувают для удаления радона; оставшийся на стенках камеры активный налет полностью распадается в течение 4 ч. Через сутки камеры можно вновь использовать для измерений.

При работе с прибором РАЛ-1 определяют скорость счета импульсов. Время измерения должно быть таким, чтобы статистическая точность отсчета не превышала 1—2% (см. часть 6). Каждую пробу измеряют не менее двух раз. Если расхождение между двумя последующими измерениями не превышает допустимой величины, берут среднее значение; в противном случае производят третье измерение.

По измеренному эффекту от пробы *I*_n в навеске *P*_n на измерительной установке концентрацию радия в пробе рассчитывают по формуле

$$Q_{\mathrm{Ra}}^{\mathrm{n}} = \frac{\varepsilon_{l} l_{\mathrm{n}}}{\left(1 - \mathrm{e}^{-\lambda_{\mathrm{Rn}} l_{\mathrm{H}}}\right) P_{\mathrm{n}}},\tag{4.3}$$

где Q_{Ra}^{n} — концентрация радия в исследуемой пробе; t_{μ} — время накопления радона в барботере.

27. Особенности работы со сцинтилляционными камерами прибора РАЛ-1

Измерения сцинтилляционной камерой можно начинать не ранее чем через 2 мин после соединения ее с прибором, так как люминофор К-9, которым покрыта внутренняя поверхность камеры, обладает свойством послесвечения, поэтому при установке камеры в прибор после нахождения ее на свету некоторое время регистрируются импульсы, обусловленные высвечиванием люминофора и не связанные с регистрацией альфа-частиц. В первые секунды после подключения камеры скорость счета может достигать десятков и даже сотен импульсов в секуиду. Со временем скорость счета импульсов уменьшается примерно по экспоненциальному закону и достигает уровня естественного фона (1—2 имп/мин).

Длительность послесвечения определяется свойствами люминофора и уровнем дискриминации в приборе ¹, для камер прибора РАЛ-1 она практически составляет 15-100 сек.

Каждый прибор РАЛ-1 комплектуется камерами с одинаковым временем послесвечения. Однако перед началом работы необходимо определить эту величину для каждой камеры. Камеры, у которых время послесвечения больше 2 мин, подлежат замене.

Камеры следует хранить в затемненном месте, так как при длительном нахождении на свету люминофор, покрывающий внутреннюю поверхность камер, теряет свои свойства.

После длительной работы фон камер повышается вследствие накопления на их стенках долгоживущих продуктов распада радона, поэтому для измерения низких концентраций радона (меньше 10⁻¹² кюри) целесообразно применять одни камеры, а для высоких (10-10-10-11 кюри) — другие.

Для очистки зараженных камер их внутреннюю поверхность можно промыть чистой водой, для чего необходимо снять стекло вместе с уплотнителем.

Перед началом работы с данным экземпляром прибора необходимо проверить чувствительность всех камер и убедиться в их идентичности.

При измерении естественного фона необходимо следить, чтобы герметические краны камер были закрыты; в противном случае в камеру проникает свет и прибор будет считать ложные импульсы, не связанные с альфа-излучением радона и продуктов его распада.

Прибор РАЛ-1 имеет декадную (1 10) пересчетную схему. Чтобы, с одной стороны, обеспечить регистрацию порядка 5000-6000 имп/мин без просчетов, а с другой — не заражать камеры (т. е. иметь возможность работать с камерами ежедневно), необходимо при эталонировании прибора пользоваться эталонами, содержащими не больше 3·10-9 г радия.

28. Выбор оптимальной навески пробы и времени накопления эманации²

Для качественного выполнения радиохимических анализов необходимо предварительно установить наличие в пробах мешающих элементов и выбрать для каждой группы однотипных проб оптимальную навеску и время накопления эманации.

Оценку наличия мешающих элементов, определяющих соответствующий метод химической подготовки проб, можно получить грубо — по типу породы пробы и более точно — по данным полу-

¹ Изменение коэффициента усиления усилителя высокого напряжения, подаваемого на фотоумножитель, и напряжения, подаваемого на модулятор. равноценно изменению уровня дискриминации. ² Составлен Б. Я. Юфа.

качественного спектрального анализа типовых для данной партин проб.

Для выбора оптимальной навески необходимо установить по типовым пробам порядок ожидаемых содержаний радия. Эти дан. ные могут быть известны по результатам измерений активности пород в месте их залегания (полевая гамма-съемка, гамма-каротаж и т. д.) или по величине гамма- и бета-активности проб. По. рядок ожидаемых содержаний радия в водах источников можно оценить по аналогии с результатами опробования соседних водопунктов.

Величина навески и время накопления радона в барботере с раствором пробы зависят не только от концентрации радия в ней, но и от заданной точности анализов, от чувствительности и пределов измерений используемой измерительной установки.

При анализах проб с низкими концентрациями радия величина навески должна быть максимально допустимой для химической подготовки, а время накопления радона в барботере близким к тому, при котором радон приходит в равновесие с радием.

Величина навески ограничивается пределами 0,5—20 г; при бо́льших навесках значительно усложняется химическая подготовка проб, увеличивается расход материалов и соответственно стоимость анализов. Навеска менее 0,5 г может оказаться недостаточно представительной.

Желательно, чтобы объем проб воды для массовых анализов радия не превышал 2 л, поскольку отбор проб большего объема связан с различными трудностями.

Время накопления радона в барботере должно быть не более 7 и не менее 1 суток. При накоплении радона в течение 7 суток его количество составляет 72% от равновесного с радием; дальнейшее увеличение времени накопления несущественно увеличивает количество накапливающегося в барботере радона, но уменьшает оперативность аналитических работ. В случае, если накопление радона в барботере продолжается менее 1 суток, поправка на приведение к равновесию с радием становится значительной (более 6), в связи с чем увеличиваются случайные ошибки анализов.

Величина навески (или объем пробы воды) и время накопления радона в барботере должны быть такими, чтобы измеряемый прибором эффект всегда был существенно выше порога чувствительности и ниже верхнего предела измерений данной установки.

Выбор оптимальных условий измерений для обеспечения заданной точности анализов подробно описан в разделе 6. Ниже рассматриваются некоторые частные вопросы, относящиеся к расчету навесок для радиохимического анализа при использовании в качестве измерительных приборов электрометров СГ-1М и радиометров РАЛ-1.

При расчетах принимаются следующие параметры:

для электрометра СГ-1М чувствительность $\eta_{Ra} = 1.5 \times 10^{11} \frac{\partial e_n}{mun}$ на 1 г Ra, средняя вариация нескомпенсированного естественного рассеяния камер $\Delta \Phi = 0.3 \frac{\partial e_n}{mun}$;

для радиометра РАЛ-1 — чувствительность $\eta_{Ra} = 3,6 \times 10^{12}$ имп/мин на 1 г Ra и фон $\Phi = 2$ имп/мин.

По определению (см. часть 2), чувствительность установок при измерениях радия из навесок Р г равна.

$$\eta_{Ra} = \frac{I}{q_P P r}, \qquad (4.4)$$

где q_p — концентрация радия в г Ra; I — измеренный прибором эффект в дел/мин (или имп/мин).

При измерениях проб воды из объема V л

$$\eta_{Ra} = \frac{I}{q_V V r}, \qquad (4.5)$$

где q_V — концентрация радия в $e \text{ Ra}/\Lambda$.

Для расчета порога чувствительности измерений радиометром необходимо определить оптимальную продолжительность счета; последняя должна быть во всех случаях не более величины, при которой дрейф чувствительности окажется больше статистической ошибки счета. Для радиометра РАЛ-1 это время *t* равно 30 *мин* (экспериментальные данные).

Определим минимальную величину скорости счета i_{min} , которая для данного времени t может быть установлена с заданной относительной статистической ошибкой δ . Для количественных анализов (см. часть 2) величина δ должна быть не более 0,1 (10%).

На основании выражения (6. 30) (см. далее) величина i_{\min} определяется как корень квадратного уравнения

$$I_{\min}^{2} - \frac{1}{\delta^{2}t} I_{\min} - \frac{2\phi}{\delta^{2}t} = 0,$$

т. е.

$$I_{\min} = \frac{1 + \sqrt{1 + 8\delta^2 \Phi t}}{2\delta^2 t}.$$
 (4.6)

В частности, для радиометра РАЛ-1 при $\Phi = 2$ имп/мин, t = 30-мин и $\delta = 0,1$ $I_{min} = 5,7$ имп/мин.

Исходя из формул (4.4), (4,5), (2.52) и (2.66), рассчитаем пороги чувствительности анализов на радий.

При использовании электрометра СГ-1М

$$L_{\rm Ra} = \frac{3\Delta\phi}{\eta_{\rm Ra}} = \frac{3\cdot0.3}{1.5\cdot10^{11}} = 6\cdot10^{-12} e \,{\rm Ra};$$

при использовании радиометра РАЛ-1 (измерения в течение t = 30 мин)

$$L_{\rm Ra} = \frac{3}{\eta_{\rm Ra}} \sqrt{\frac{2\phi}{t}} = \frac{3}{3,6 \cdot 10^{12}} \sqrt{\frac{2,2}{30}} = 3 \cdot 10^{-13} e \, {\rm Ra}.$$

Таким образом, порог чувствительности анализов на раднометре РАЛ-1 более чем на порядок лучше, чем на электрометре СГ-1М.

При расчете минимальной величины навесок порошковых проб

$$P_{\rm min} = \frac{I_{\rm min}}{\eta_{\rm Ra} q_{\rm P} r} \tag{4.7}$$

и минимального объема воды

$$V_{\min} = \frac{I_{\min}}{\eta_{Ra} q_V r} \tag{4.8}$$

величина I_{\min} для радиометров РАЛ-1 принимается согласно приведенному выше расчету равной 5,7 *имп/мин*. Для электрометров СГ-1М I_{\min} можно определить по утроенной величине порога чувствительности, исходя из того, что относительная ошибка измерений на пороге чувствительности (см. часть 2) превышает 33% и уменьшается для значений I, бо́льших порога чувствительности. Поскольку порог чувствительности анализа на электрометре СГ-1М равен $L_I = 3 \cdot \Delta \Phi = 3 \cdot 0, 3 = 0, 9$ *дел/мин*, то $I_{\min} = 3 \cdot 0, 9 = 2,7$ *дел/мин*.

Минимальная навеска порошков проб, содержащих радий в концентрациях $q_P = 1,7 \cdot 10^{-12} \ e$ Ra на 1 e породы (5 · 10⁻⁴% урана в равновесии), для электрометра СГ-1М будет равна

$$P_{\min} = \frac{2.7}{1.5 \cdot 10^{11} \cdot 1.7 \cdot 10^{-12} \cdot 0.72} = 15,$$

а для раднометра РАЛ-1

$$P_{\min} = \frac{5,7}{3,6 \cdot 10^{12} \cdot 1,7 \cdot 10^{-12} \cdot 0,72} = 1,3 \, 2.$$

Для проб воды, содержащих радий в концентрации $q_V = i\hat{v}^{-12} r/n$, при измерениях на электрометре СГ-1М минимальный объем должен быть равен

$$V_{\rm min} = \frac{2,7}{1,5\cdot10^{11}\cdot10^{-12}\cdot0,72} = 25 \ \text{a},$$

а при измерениях на раднометре РАЛ-1

$$V_{\min} = \frac{5.7}{3.6 \cdot 10^{12} \cdot 10^{-12} \cdot 0.72} = 2.2 \text{ A}.$$

Определим максимальные содержания радия, которые могут быть установлены анализом, считая, что максимально возможный отсчет I_{max} на электрометре СГ-1М составляет 200 дел/мин, а на раднометре РАЛ-1 беспросчетный счет возможен до $I_{max} = 6000 \, umn/mun$. Поскольку минимальная навеска P порошковых проб должна быть не менее 0,5 e, а величина r = 0,17,

$$q_{\max} = \frac{I_{\max}}{0.5 \cdot 0.17 \eta_{Ra}} = \frac{12I_{\max}}{\eta_{Ra}}.$$
 (4. 9)

Тогда для электрометра СГ-1М

$$q_{\text{max}} = \frac{12 \cdot 200}{1.5 \cdot 10^{11}} = 1.6 \cdot 10^{-8} Ra/c,$$

а для радиометра РАЛ-1

$$q_{\rm max} - \frac{12 \cdot 6000}{3.6 \cdot 10^{12}} = 2 \cdot 10^{-8} \epsilon \, {\rm Ra/c.}$$

Таким образом, максимальное содержание радия в порошковых пробах для приборов обоих типов практически одинаково порядка 2:10⁻² г/г.

Для проб воды, учитывая, что их минимальный объем составляет 0,2 л, имеем

$$q_{\max} = \frac{I_{\max}}{0, 2 \cdot 0, 17 \eta_{Ra}} = \frac{30I_{\max}}{\eta_{Ra}}.$$
 (4.10)

Отсюда для электрометров СГ-1М

$$q_{\max} = \frac{30 \cdot 200}{1.5 \cdot 10^{11}} = 4 \cdot 10^{-2} c \operatorname{Ra}/a,$$

а для радиометров РАЛ-1

$$q_{\max} = \frac{30.6000}{3.6 \cdot 10^{12}} = 5 \cdot 10^{-8} e \operatorname{Ra}/\lambda.$$

Для проб воды верхние пределы анализов на радий у приборов обоих типов оказались, как и для порошковых проб, практически одинаковыми.

Полученные расчетные значения нижних и верхних пределов анализов и соответствующих им величин навесок для приборов различных типов с соответствующей интерполяцией можно использовать для установления минимальных навесок в зависимости от ожидаемых концентраций радия (табл. 4.3).

Таблица 4.3

	В порошковых пробах			В пробах воды		
Ожидаемая концентрация радия, г/г или г/л	единица измерения	навеска в г, при измерениях		единица	объем в <i>л.</i> при измерениях	
		электро- метром СГ-1М	радно- метром РАЛ-1	измерения	электро- метром СГ-1М	радно- метром РАЛ-1
10-12 10-11 10-11	e Ra/e	15 1,5 0,5	1,5 0,5 0,5	e Ra/n	25 2,2 0,2	2,5 0 ,2 0,2

Определение минимальных навесок (объемов) проб в зависимости от ожидаемых концентраций Из табл. 4. 3 видно, что при использовании радиометров РАЛ. для анализов проб, содержащих кларковые и средние концентрации радия, можно брать навески любой величины (или пробы воды любого объема) без предварительной отбраковки проб по содержанию радия. Чаще всего берут навеску порошковых проб 1-1,5 г, а объем проб воды 1-2 л.

Данные табл. 4. 3 могут быть использованы и для определения величины навески при определениях коэффициента эманирования эманационным методом. Если для данного образца можно приближенно оценить ожидаемый коэффициент эманирования α (в долях единицы), то минимальная навеска должна быть не менее отношения величины навески, указанной в табл. 4. 3, к коэффициенту эманирования.

Обычно осадочные породы характеризуются коэффициентами эманирования 15—25% в порошках и 20—40% в кусках; порошки торфяных отложений часто имеют коэффициент эманирования 40-50%, а иногда 70—90%. Изверженные и метаморфические породы эманируют в меньшей степени, чем осадочные; их коэффициент эманирования составляет обычно 10-20% в порошках и 5—10% в кусках.

Если, например, требуется определить навеску порошка гранита с содержанием радия порядка 10^{-12} *г/г* для определения коэффициента эманирования на приборе РАЛ-1, то, поскольку для такой концентрации радия в табл. 4. 3 указана навеска 1,5 г, для определения коэффициента эманирования с ожидаемым значением $\alpha = 0,1$ (10%) потребуется навеска

$$P_{\min} = \frac{1.5}{0.1} = 15 \ e.$$

29. Факторы, мешающие измерениям по радону

Измерениям по радону мешают следующие факторы:

1. Негерметичность камер, устанавливаемая по уменьшению показаний манометра, соединенного с откачанной камерой, в течение некоторого времени. Место повреждения находят, помещая камеру в воду; при этом один кран камеры закрывают, а через другой при помощи резиновой груши или насоса нагнетают воздух. В местах повреждения корпуса камеры будут появляться пузырьки.

2. Образование радноактивного налета в камерах. При длительном использовании одной и той же эманационной камеры в ней постепенно накапливаются долгоживущие продукты распада радона, что повышает естественное рассеяние или фон камер. Для удаления активного налета поверхность ионизационной камеры и электрода необходимо изредка промывать слабым раствором соляной кислоты (1:10); внутреннюю поверхность сцинтилляционных камер следует промывать чистой водой, предварительно сняв стекло камеры вместе с уплотнителем. 3. Плохое качество соединительных резиновых трубок стеклянных крапов и барботеров. При низком качестве соединительных резниовых трубок могут происходить потери радона при переведении его из барботера в камеру: в этом случае трубки нужно заменить новыми.

4. Недостаточно хорошая притирка кранов создает негерметичность системы. Для устранения этого краны необходимо смазать вакуумной смазкой или в крайнем случае техническим вазелином.

5. Наличие в барботере трещин или маленьких отверстий делает его негодным к употреблению, поэтому перед работой барботеры следует тщательно проверить.

6. Потеря изоляционных свойств изолятора камеры и электрометра вследствие загрязнения. Проверить качество изолятора можно, подав напряжение на нить электрометра и отсоединив зарядник; при загрязненном изоляторе нить электрометра будет спадать к нулю. В этом случае изолятор нужно промыть чистым спиртом. Однако после промывания спиртом изолятор может приобрести объемный заряд, который сохраняется длительное время, искажая показания прибора. Заряд обнаруживают по отклонению нити в момент отключения зарядника, когда к ним не прикладывается потенциал от постороннего источника. Для снятия заряда необходимо в течение 1—2 ч облучать янтарь достаточно мощным источником гамма-излучения (более 0,1 г радия).

§ 33. Определение тория в растворах

Определение тория в растворах основано на измерении количества торона, выделяющегося из данной навески пробы при распаде ThX. Таким образом, в этом случае определяют не сам торий, а ThX.

Расчет тория по количеству тория X допустим только при условии, что эти элементы находятся в равновесии. Практически указанпое условие почти всегда выполняется, так как продолжительность жизни продуктов распада тория в масштабе геологического времени относительно мала. Нарушение равновесия между мезоторием I (изотопом радия) и торием возможно в редких случаях, в условиях гипергенеза.

30. Условия и последовательность анализа

Вследствие малой продолжительности жизни торона (период полураспада 54,5 *сек*) его нельзя определять подобно радону путем предварительного введения в камеру и последующего измерения.

При определении торона он непрерывно увлекается в ионизационную камеру воздухом по мере его выделения из исследуемой пробы. Для измерения собирают установку, которая создает струю воздуха, проходящую с постоянной скоростью через барботер
с раствором и измерительную камеру (рис. 47); непрерывно образующийся в исследуемой пробе торон увлекается струей воздуха в камеру, проходя по пути через осушитель, улавливающий зодные пары и ионы.

ные пары и попла. Число атомов эманации *с*, распадающихся в измерительной камере за единицу времени, зависит не только от количества эманации *q* (кюри), выделяемой пробой за единицу времени, и ее доли *a*, увлекаемой воздушным потоком, по и от объемной



Рис. 47. Общий вид установки для измерений по торону.

1 — реомеци. 2 — стеклянная бутыль емкостью 2—5 л; 3 — барботер с эталоном (или пробой); 4 — эманационная камера; 5 — склянка Дрекселя; 6 — осущитель; 7 — прибор РАЛ-1.

скорости ω (*л/мин*) тока воздуха и размеров измерительной установки. Указанная зависимость имеет следующий вид:

$$c = aq \cdot 3, 7 \cdot 10^{10} \left(e^{-\lambda \frac{v_1}{\omega}} - e^{-\lambda \frac{v_1 + v_2}{\omega}} \right), \qquad (4.11)$$

- где v_1 объем воздуха, заключенный в подводящей к измерительной камере системе (в барботере над поверхностью раствора, промывалке, осушителе и соединительных трубах), в *л*;
 - U₂ объем измерительной камеры в л;
 - _λ постоянная распада торона в мин.

Первый член в скобках показывает, какая часть эманации, извлекаемой из пробы, не распадается за время

$$t_1 = \frac{v_1}{\omega}$$

и поэтому доходит до измерительной камеры, второй — какая часть эманации выходит из измерительной камеры через время

$$t_2=\frac{v_1+v_2}{\omega}.$$

Коэффициент использования, эманации (отношение числа распадов в камере к числу распадов, соответствующему полному количеству эманации, выделяемому пробой) определяется следующим соотношением:

$$P = \frac{c}{a\omega q \cdot 3, 7 \cdot 10^{10}} = e^{-\lambda \frac{v_1}{\omega}} - e^{-\lambda \frac{v_1 + v_2}{\omega}}$$
(4.12)

Из выражения (4. 12) следует, что для увеличения коэффициента использования эманации необходимо увеличивать v_2 и уменьшать v_1 . Сувеличениемобъем-

шать о<u>л</u>. Сувеличениемоовемной скорости коэффициент использования эманации увеличивается (рис. 48), достигает максимального значения при

$$\omega_{\text{ont}} = \frac{\lambda v_2}{\ln \frac{v_1 + v_2}{v_1}} \quad (4. 13) \quad q$$

и далее асимптотически приближается к нулю. Величину определяют из условия $\frac{\partial c}{\partial \omega} = 0.$

Из уравнений (4.12) и (4.13) следует, что максимальный коэффициент использования эманации равен



Рис. 48. Зависимость коэффициента использования торона от скорости струи воздуха ω при $v_1 = 38$ мл (по В. Л. Шашкину, 1961).

$$P_{\max} = e^{-\frac{v_1}{v_2} \ln \frac{v_1 + v_2}{v_1}} - e^{-\frac{v_1 + v_2}{v_2} \ln \frac{v_1 + v_2}{v_1}}.$$
 (4.14)

Существенно, что этот коэффициент не зависит от природы эманации и определяется только размерами установки (v_1 и v_2).

Необходимо заметить, что сильно уменьшить объем v_1 нельзя не только в связи с необходимостью использования ряда вспомогательных сосудов (осушителя, емкости для устранения влияния актинона), но и потому, что при малых v_1 коэффициент использования установки достигнет максимума при очень малой объемной скорости тока воздуха, в связи с чем резко уменьшится количество выделяющейся из раствора эманации. Более целесообразно увеличивать коэффициент использования эманации путем увеличения размеров камеры. При этом следует учитывать, что с увеличением объема иопизационных камер для создания тока насыщения требуются большие разности потенциалов, а в сцинтилляционных камерах соответственно возрастает естественный фон. В применяемых на практике установках коэффициент использования эманации составляет ~70%. Зависимость коэффициента использования торона от скорости струи воздуха при $v_1 = 38 \text{ мл}$ и $v_2 = 1000$; 550 и 360 мл, рассчитанная по уравнению (4. 10), приведена на рис. 48.

Подготовка установки. Для проведения анализа собирают установку, общий вид которой приведен на рис. 47 Затем экспериментально определяют оптимальную при данном соотношении объемов v_1 и v_2 скорость тока воздуха, соответствующую максимальной чувствительности установки, подбирая ее путем измерения ионизационного тока (или скорости счета импульсов)



Рис. 49. Зависимость ионизационного тока (скорости счета импульсов) от скорости струи воздуха для Ra и Th.

в камере от какого-либо раствора, выделяющего торон, при различных скоростях струи воздуха (рис. 49). Скорость тока воздуха контролируют реометром. Для работы **устанавливается** сколько большая объемная скорость, соответствующая максимальному коэффициенту использования. При этом неизбежные варнации не будут ее величины оказывать существенного влияния на результат измерений.

Для выравнивания тока воздуха между воздуходувкой и реометром 1 (см. рис. 47) помещают бутыль 2 емкостью 2—5 л. Для исключения дополнительного эффекта от актинона, который может присутствовать в исследуемых растворах, между барботером 3 с исследуемым раствором и измерительной камерой 4 помещают промывалку 5 емкостью 0,5 л, проходя через которую актинон полностью распадается, так как период его полураспада равен 3,92 сек. Промывалку соединяют с измерительной камерой через осушитель.

Измерения ThX в растворах. Сначала определяют естественное рассеяние (или естественный фон) установки. Для этого в схему вместо барботера с исследуемым раствором включают барботер с таким же объемом дистиллированной воды, подкисленной HCl.

Затем измеряют ионизационный ток или скорость счета импульсов от ториевого эталона, заменяя барботер с водой барботером с эталоном. До начала измерений через всю систему в течение 5—6 мин продувают воздух, чтобы во всей системе установилось стационарное распределение торона ¹. Повторное измере-

¹ Для этого через измерительную камеру пропускают приблизительно пятикратный объем воздуха.

ние естественного рассеяния (естественного фона) установки производят после того, как вся система вновь продута воздухом в течение 5—6 мин.

После этого измеряют ионизационный ток (или скорость счета импульсов) от пробы аналогично измерениям эталона.

Эталон, проба и фон необходимо измерять в идентичных условиях, при одной и той же скорости продувания воздуха. Чувствительность установки определяют с помощью эталона два раза в день: в начале и в конце работы; естественное рассеяние (или естественный фон) проверяют после измерения каждой пробы.

Содержание ThX в пробе, полученной из навески *P*, вычисляют по формуле

$$Q_{\rm ThX} = \frac{Q_{\rm P} I_{\rm II}}{I_{\rm P} P e^{-\lambda t}},$$
 (4.15)

где Q_3 — содержание Th в эталоне в r; Q_{TbX} — содержание ThX в пробе в r равновесного тория на 1 r породы; i_n — ионизационный ток (или скорость счета импульсов) от пробы в den/mun (или umn/mun); I_3 — ионизационный ток (или скорость счета импульсов) от эталона в den/mun (или umn/mun); λ — постоянная распада ThX в 1 час; t — время с момента отфильтровывания раствора после высаживания BaSO₄ до момента измерения в 4.

Период полураспада тория X равен 3,64 суток, поэтому его количество в растворе в определенный момент времени не соответствует имевшемуся во время отделения ThX от RdTh в момент фильтрования или декантации после осаждения BaSO₄. Поэтому в расчетную формулу для определения ThX введена поправка на его распад $\left(\frac{1}{e^{-\lambda t}}\right)$, величину которой определяют по таблице (см. приложение 14).

Факторы, мешающие измерениям по торону. При многих способах переведения изотопов радия в раствор в него частично попадает RdTh (изотоп тория), присутствие которого трудно учесть. Поэтому определять ThX в растворе необходимо как можно скорее после его приготовления. Обычно производится не менее двух измерений: первое сразу после окончания химической обработки пробы, а второе не позднее чем через 15 u.

Если измерения произведены не позже чем через 5 u после окончания химической обработки, поправка на распад ThX не превышает 5%, а ошибка за счет неполного отделения RdTh 1—2% (В. Л. Шашкин, 1961).

Учесть количество радиотория, присутствующего вместе с торием X возможно, если в течение нескольких дней после приготовления раствора измерить ThX и способом наименьших квадратов (И. Е. Старик и Е. С. Щепотьева, 1946) рассчитать раздельно содержание ThX и RdTh. Для двух измерений тория X расчет ThX и RdTh в граммах равновесного тория может быть выполнен по сле. дующим формулам:

$$Q_{\rm ThX} = \frac{Q'_{\rm ThX} \left(1 - e^{-\lambda_{\rm ThX} t_2}\right) - Q''_{\rm ThX} \left(1 - e^{-\lambda_{\rm ThX} t_1}\right)}{e^{-\lambda_{\rm ThX} t_1} - e^{-\lambda_{\rm ThX} t_2}}, \quad (4, 16)$$

$$Q_{\rm RdTh} = \frac{Q_{\rm ThX}^{''} e^{-\lambda} {\rm Th} x^{t_1} - Q_{\rm ThX}^{'} e^{-\lambda} {\rm Th} x^{t_2}}{e^{-\lambda} {\rm Th} x^{t_1} - e^{-\lambda} {\rm Th} x^{t_2}}, \qquad (4.17)$$

где Q_{ThX} и Q_{ThX} — количество тория X, полученное при 1-м и 2-м измерениях, соответственно через время t_1 и t_2 после приготовления раствора, в г Th в равновесии.



Содержание ThX и RdTh вычислить проще, если второе измерение произвести через 20—30 сут, когда практически весь ThX не равновесный с RdTh распадается.

Результаты определения концентрации ThX в пробах с большим содержанием урана могут быть завышены вследствие влияния актинона и радона. Однако, исходя из теоретических предпосылок, изложенных выше, следует заметить, что условия продувания, наиболее выгодные для торона, невыгодны для актинона, так как константа его распада в 14 раз меньше константы распада торона. Вследствие этого влияние актинона будет существенно голько в случае его значительного преобладания в растворе над тороном. Чтобы практически полностью исключить влияние актинона, в схему установки между барботером и камерой сбязательно включают дополнительный сосуд (банку Дрекселя) объемом 0,5 Λ , проходя через который актинон полностью распадается.

На рис. 50 приведены экспериментальные кривые зависимости показаний прибора от скорости продувания воздуха при измерении препаратов, содержащих AcX с радием и только радий, полученные на установке с дополнительным сосудом и без него. Кривые наглядно иллюстрируют, что наличие дополнительного сосуда практически исключает влияние актинона на результаты измерения торона.

Экспериментальные данные и теоретические расчеты локазывают, что заметного влияния радона при измереннях по торонуэлектрометром, так же как и радиометром РАЛ-1, практически не наблюдается. если его содержание в растворе не превышает 1.10⁻² г (В. Л. Шашкин, 1961; И. Е. Старик и Е. С. Щепотьева, 1946). При большем содержании в растворе радия эффект от образующегося из него радона может оказаться соизмеримым с эффектом от торона. Чтобы в подобных случаях можно было вводить поправку на радон, установку необходимо прокалибровать по радию. Для этого берут раствор с известным содержанием радия (не менее 10⁻⁸) и измеряют ионизационный ток (или скорость счета импульсов) от выделяющегося радона в таких же условиях, как от торона. Перед началом измерений радон, ранее накопившийся в растворе, удаляют путем продувания воздуха через раствор в течение 10-15 мин. По полученным данным можно рассчитать (по простой пропорции) поправку на радон, которую нужно внести в измерения по торону. Если рассчитанная величина не является ничтожно малой, ее вычитают из показаний прибора как естественный фон (или рассеяние) прибора.

После описанной калибровки всю систему необходимо продуть, чтобы в ней не осталось радона. Измерения по торону следует начинать спустя несколько часов, когда распадается активный налет на стенках камеры.

При длительных измерениях раствора по торону на стенках камеры может накапливаться некоторое количество ThB и ThC; последний является альфа-излучателем и может вызвать увеличение измеряемой альфа-активности. Активность накопившегося ThC можно учесть, если дополнительно измерить альфа-активность камеры через 5 *мин* после прекращения продувания воздуха, когда Tn и TnA полностью распадутся, и измеренную активность принять за фон.

§ 34. Организация работ при массовых радиохимических анализах с применением радиометра РАЛ-1¹

Если в лаборатории имеется достаточный для непрерывного проведения анализов объем проб, можно организовать работы так, чтобы при заданной точности анализов производительность была максимальной, стоимость низкой.

Конкретные мероприятия по улучшению организации работ разрабатываются в зависимости от условий данной лаборатории. Ниже рассматриваются практические приемы организации работ в производственной лаборатории, выполняющей определения содержаний радия и тория главным образом в горных породах.

^{&#}x27; Составлен Б. Я. Юфа.

На основании параметров прибора РАЛ-1 специальным расчетом (см. часть 6) было установлено, что для обеспечения заданной точности анализов в раствор необходимо переводить навеску 20 г, а продолжительность измерений при определении радия принимать равной (для проб, эталона и фона) 5 мин, а при определении тория для эталона 10 мин, а для проб различной в зависимости от содержания тория (приближенно определяемого по скорости счета за 1-ю минуту).

Было сделано предположение, что чувствительность эманационных камер различна. В связи с этим при анализах на торий чувствительность установки в целом определяют по эталонному раствору тория; стабильность чувствительности самого прибора контролировали с эталонной камерой. При анализах на радий предварительно относительную чувствительность всех используемых камер определяли по отношению к какой-либо одной, а чувствительность последней — по эталонному раствору радия. Наиболее удобно определять относительную чувствителность камер на тороновой установке, измеряя (по возможности с максимальной точностью) для каждой камеры скорость счета от одного и того же эталонного раствора.

Далее рассматривается последовательность операций при выполнении работ.

31. Определение радия

Все работы выполнялись одним оператором на одном приборе РАЛ-1 с комплектом камер (20 шт.). Последовательность операции приведена на циклограмме (рис. 51).

Прибор включали, в течение 20 мин прогревали и затем проверяли его чувствительность с эталонной камерой в течение 5 мин. Для этого камеру устанавливали в прибор и после выдержки времени послесвечения включали для счета; через 3 мин записывали промежуточный отсчет без остановки счета (нарастающее время). По окончании 5-й минуты счет прекращали и результаты измерений записывали в журнал. После этого эталонную камеру снимали и устанавливали первую рабочую камеру для определения ее естественного фона, затем вторую и т. д. Во время счета фона второй камеры первую подключали к воздуходувке для создания в ней вакуума. Обе операции (измерение фона и откачку камер) производили последовательно для всех 20 рабочих камер. Как видно из циклограммы, в это же время оператор переводил радон из барботеров с раствором проб в откачанные камеры.

Действуя по рассматриваемому циклу, оператор не может постоянно следить за переводом радона в камеру, поэтому последнюю операцию целесообразно выполнять по следующей схеме, несколько измененной сравнительно с общепринятой.





260

барботера с дистилированной водой л — включение в систему барботера с раствором пробы; м—расчет содержания тория в пробах № 1, 2, 3. равномерного распределения торона; е — включение воздуходувки для дезманнрования системы; д — из мерение скорости счета от раствора 3, запись; е -- измерение фона установки, запись; ж -- измерение скорости счета от раствона эталона. запись; з -- установка расчетов содержаний -- подбор камер с минимальным фоном, измерение фона, запись; в – включение воздуходувки в систему для этвлонной камеры, измерение, запись; и — включение в систему барботера с эталониым раствором; к – включение продолжение прибора для прогрева, присоединение барботера с раствором пробы к воздуходувке, вкли,чение пробы Ne 1 a

риметание то Придвухсменной работе между последними циклами измерения фона и эталона, располагаются измерения пробы.

фона камер полностью заканчивалось. Продолжая камер и перевод откачку радона, оператор В них повторно проверял чувствительность прибора ПΟ эталонной камере. После этого следовал получасо. вой перерыв, к концу ко. торого время накопления первой радона B камере достигало З ч.

Следующая операция (измерение скорости счета от радона, накопившегося в камерах) производилась для каждой из 20 камер в той же последовательности, в которой осуществлялся перевод радона в камеру.

После измерений в каждой камере открывали оба крана и камеру подключали к воздуходувке для Камеры деэманирования. одинаковым примерно С содержанием радия можно подключать к воздуходувке, последовательно соедитрубнив их резиновыми ками.

После окончания замера последней камеры устанавливали эталонную камеру и проверяли чувствительность прибора.

32. Определение тория

COопределении При каждая держаний тория камера может быть использована для измерений не более 2—3 проб. Исходя условия, указанного ИЗ измерений полный ЦИКЛ 15 состоял из следующих операций (рис. 52).

1. Прогрев прибора — 20 *мин*; в это время барботеры с растворами проб подключали к воздуходувке или водоструйному насосу для удаления из них радона.

2. Включение в установку барботера с дистиллированной водой — 1 мин.

3. Подбор камеры с минимальным фоном — 5 мин.

4. Измерение фона установки — 5 мин.

5. Замена барботера с водой барботером с раствором эталона тория — 1 мин

6. Продувание установки для равномерного распределения торона в системе — 5 мин.

7. Измерение скорости счета от торона в камере — 10 мин.

8. Включение в установку барботера с дистиллированной водой — 1 мин.

9. Продувание установки для ее деэманирования — 5—10 мин.

10. Замена барботера с раствором эталона тория барботером с раствором пробы — 1 мин.

11. Продувание установки для равномерного распределения торона в системе — 5 мин.

12. Измерение скорости счета от раствора пробы — 10— 40 мин.

13. Включение в установку барботера с дистиллированной водой — 1 мин.

14. Продувание установки для деэманирования — 5—10 мин.

15. Измерение фона установки — 5—30 мин.

После окончания замера фона (операции 15) вновь повторяли операции 10—15 еще для 1—2 растворов проб, после чего оператор приступал к измерению чувствительности установки (операции 5—9). На этом заканчивался цикл измерений с первой камерой; затем тот же цикл повторялся со второй, третьей и т. д. камерами.

При недостаточной стабильности работы прибора можно контролировать его чувствительность по эталонной камере без ущерба для производительности не только в начале и конце цикла, но и на промежуточных стадиях, например во время продувания системы (операции 6, 9 и т. д.).

На операции, связанные с измерением чувствительности установки, затрачивалось около 40 *мин* в начале цикла и столько же в конце цикла. В связи с этим наиболее производительно включать в один цикл большее число проб. Для этого прежде всего необходимо за один цикл измерять пробы с близкими содержаниями тория; тогда после измерений проб с низкими содержаниями тория фон не будет заметно повышаться, а для проб с повышенным содержанием тория некоторое увеличение фона не окажет существенного влияния на точность анализов.

Так как время на измерение фона и эффекта различно для проб с разным содержанием тория, иногда цикл кончается раньше

(или позднее) конца смены, поэтому в случаях, когда это возможно, целесообразно организовать двухсменную работу.

Наиболее существенное повышение производительности наблюдается при обслуживании одним оператором одновременно 2—3 установок. Для проб с кларковыми концентрациями тория такая организация работ возможна, так как все операции, связанные с измерениями скорости счета, а также некоторые другие продолжаются более 10 мин и при работе на одной установке это время практически не используется.

Если анализируются пробы с повышенным содержанием тория, для организации работы оператора на 3 установках имеет смысл несколько увеличить время на соответствующие операции, что существенно повысит качество анализов и вместе с тем производительность.

При разработке циклограммы одновременной работы на нескольких установках необходимо сместить во времени начало и конец каждой операции на одной установке относительно этих же операций на других установках.

Циклограмма несколько усложняется в случаях, когда необходимо измерять чувствительность всех установок с одним и тем же эталоном. В подобных случаях цикл одной установки следует начинать с измерения ее чувствительности эталонным раствором тория, а циклы других установок — с измерений чувствительности прибора по эталонным камерам. Эталонный раствор тория можно включать в циклы других установок по мере его освобождения.

На рис. 52 приведена циклограмма одной смены работы на 3 установках; чувствительность установок контролировалась с помощью одного эталонного раствора.

Если лаборатория работает в две смены, целесообразно иметь одного подсменного (работающего между двумя сменами). В его обязанности входят замена оператора на время обеденного перерыва, продувка и запайка барботеров с растворами проб после определения в них содержания тория для накопления радона и запись результатов измерений в свободный журнал. Наличие подсменного дает возможность удлинить двухсменный цикл на 1-2 ч и соответственно увеличить производительность.

Опыт показал, что бригада, состоящая из 4 операторов и одного подсменного, при указанной выше организации труда за двухсменный рабочий день может выполнить измерения до 35— 40 растворов радия и до 25—30 растворов тория.

§ 35. Определение эманирующей способности и коэффициента эманирования пород и минералов в образцах

Определение эманирования пород, руд и минералов необходимо как для оценки результатов радиометрического анализа, так и для интерпретации данных полевых методов поисков и разведки урановых руд (эманационная съемка, гамма-каротаж и т. д.).

Из методов определения коэффициента эманирования в практике массовых лабораторных анализов используют радиометрический и эманационный. При радиометрическом методе (см. часть 3) эманирование определяют по изменению со временем активности герметизированной пробы, обусловленному накоплением продуктов распада эманации, при эманационном --- по результатам прямых измерений эманации, выделяемой пробой. Последний метод применяют при анализе проб с содержанием более 3.10-11 г радия на 1 г породы и значительным (больше 10%) эманированием по радону. Для определения эманирования исследуемую пробу в виде порошка или мелких кусочков породы помещают в стеклянную трубку (в зависимости от количества пробы диаметром от 15 до 20 мм и длиной от 15 до 20 см) между двумя кусками ваты во избежание высыпания пробы; образцы значительных размеров металлические трубки большого объема или в спепомещают циальные камеры, причем образец должен занимать не более половины объема трубки. Коэффициенты эманирования могут быть определены как по торону, так и по радону. Если необходимо знать оба коэффициента эманирования, то вначале определяют коэффициент эманирования по торону, а затем — по радону.

33. Определение эманирования по радону

Для определения эманирования по радону пробу помещают в трубку и тщательно деэманируют путем продувания струи воздуха в течение 5—10 *мин*; после этого концы трубки запаивают и оставляют для накопления радона. Навеску исследуемой пробы и время накопления радона выбирают в соответствии с указаниями п. 24 (см. § 32).

Радон переводят из трубки в камеру вакуумным способом ¹. Для лучшего извлечения накопившегося радона трубку рекомендуется осторожно перевертывать и встряхивать или пропускать через нее отдельные порции воздуха; переведение эманации в камеру должно продолжаться не менее 10 *мин*. Окончив эту операцию, закрывают кран на камере и записывают время окончания переведения; эффект I_n от пробы измеряют через 1—3 ч после этого. Эманирующую способность пробы (количество радона, выделяемого 1 г пробы) вычисляют по формуле

$$Q_{\rm Rn} = \frac{\epsilon_l I_{\rm n}}{(1 - e^{-\lambda_{\rm Rn} I_{\rm H}}) P} \ \kappa \omega p u/z, \qquad (4.18)$$

где є, — константа измерительной установки в кюри/дел/мин (кюри/имп/мин), определяемая при эталонировании для данного

¹ Если объем трубки с пробой больше 20% объема камеры, радон переводят в камеру циркуляционным способом.

времени накопления продуктов распада радона; $I_{\rm m}$ — показания прибора от пробы в *дел/мин* (*имп/мин*); $t_{\rm m}$ — время накопления радона в трубке в 4; λ — постоянная распада радона; $1 - e^{-\lambda_{\rm Rn}t_{\rm m}}$ — поправка на накопление радона за время $t_{\rm m}$ (см. приложение 15); P — навеска пробы в ϵ .

Для определения радона, образующегося в породе, производят радиохимический анализ средней пробы на содержание радия. Зная эманирующую способность и содержание радия в 1 г породы, коэффициент эманирования рассчитывают по формуле

$$K_{3} = \frac{Q_{\rm Rn}}{Q_{\rm Ra}} \ 100\%, \qquad (4.19)$$

где \hat{Q}_{Rn} — количество радона, выделяющегося из 1 г образца; Q_{Ra} — количество радона, образующегося из 1 г образца (численно равное содержанию радия по данным радиохимического анализа).

34. Определение эманирования по торону

Эманирование проб по торону определяют при измерениях в проходящей струе воздуха. В этом случае в схему установки вместо барботера с исследуемым раствором включают стеклянную трубку с пробой; скорость струи воздуха определяют экспериментально. Максимальный коэффициент использования эманации при определении эманирования достигается при меньших скоростях воздушного потока, чем в случае измерения эманации из раствора. Количество торона, выделяемого из 1 г пробы, вычисляют по формуле

$$Q_{\mathrm{Tn}} = \frac{Q_{\mathfrak{I}}I_{\mathrm{n}}}{I_{\mathfrak{I}}P},\qquad(4.20)$$

где Q_9 — количество торона, выделяющегося из эталона; I_{π} и I_9 — измеренный эффект соответственно от пробы и эталона; P — навеска в *г*.

Для определения количества торона, образующегося в породе, производят радиохимический анализ средней пробы на содержание тория. Коэффициент эманирования рассчитывают на основании количества выделяющегося торона и содержания тория $Q_{\rm Tb}$ в образце по формуле

$$K_{9} = \frac{Q_{\mathrm{Tn}}}{Q_{\mathrm{Th}}} 100\%, \qquad (4.21)$$

где Q_{Tn} — количество торона, выделяющегося из образца; Q_{Th} — общее количество торона, образующегося в образце (данные раднохныческого анализа).

Применение жидких эталонов для определения эманирования по торону нецелесообразно, так как короткоживущие эманации выделяются из раствора не полностью.

Рекомендуется использовать сухие эталоны — сильно эманирующие препараты пальмитата бария, содержащие ThX. Методика их приготовления изложена в литературе (И. Е. Старик и др., 1955; Отто Хан, 1947). Эманирующую способность сухих эталонов определяют методом активного налета по бета-излучению; она составляет около 91% (И. Е. Старик, В. В. Меликова, 1955). Однако вследствие сравнительно малого периода полураспада ThX эти эталоны недолговечны, поэтому редко используются в практике.

Долгоживущие сухие эманирующие эталоны можно получить, если осаждать пальмитат бария в растворе, содержащем наряду с ThX RdTh или RdAc. Благодаря большой внутренней поверхности пальмитата бария изотопы тория сорбируются практически полностью. Коэффициент эманирования таких сухих эталонов составляет 47—49% по торону.

В качестве сухого эманирующего эталона торона можно использовать также ториевую руду, определив ее эманирование путем сравнения с искусственным эталоном.

Следует иметь в виду, что эманирующая способность сухих эталонов может меняться со временем вследствие изменения физического состояния пробы (главным образом влажности). Поэтому их использование не очень удобно.

Следует отметить, что у жидких эталонов Th коэффициент эманирования может быть завышен вследствие неполного выделения торона из эталонного раствора.

ГЛАВА 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОШЕНИЙ U²³⁴/U²³⁸, Io/U и RdTh/Io¹

Как указывалось выше, при решении многих геохимических задач необходимо определять не только содержание радиоактивных элементов и соотношения между ними, но и соотношения между изотопами этих элементов в анализируемой пробе. Для минералов, руд и горных пород представляет интерес определение U, Th, Ra, Th/U, Ra/U, U^{234}/U^{236} , Io/U, Ra/Io, для природных вод, кроме перечисленных, Ra/MsTh₁, AcX/Ra, AcX/ThX, ThX/MsTh₁, UX₁/Io.

Существующими химическими методами определять соотношения между указанными изотопами нельзя. Для этого используют методы, основанные на предварительном радиохимическом разделении радиоактивных элементов и спектрорадиометрическом измерении излучений определяемых изотопов (Ю. В. Кузнецов

¹ Составлена В. И. Малышевым, Е. И. Зайцевым и З. А. Соколовой.

ב בבי בביני אינייני איניין איניאי איניאין אינייני אינייניענער אינייני אינייניער אינייניער אינייניער אינייני איני בביניין אינייני געענייני איניין אינ

ETTI EELTIKA

The severale again a person which and the Endles and the Band a HERE IELINEDIO (SAPESATZE CILERA CILERE Z INPA IIIIII) Z ZENSENO (CLIZZNE ZEJENIE DE OTATA I MINE) DERIVERA. NO LERROÀ MENDINE EN LENTOT ZECTOR PAR LETE E TURE, LIR VEIO XCI. D. LEGVIT DELITZZ USSZERIEZE, 2 1217 IDINETUTATERENIA N EXCEPTION TRANSFER TELLINE TELLINE ILLERA REDTORES TOPER OPRIMERRY ZUEUSSEETO CART - D. דרובדו און-2, בטוסטאא לאגבוצר צבלציברבובלע בואלבטוא עבודביב אותייבי בסלנטבואל להנינים אותיים בילטובט בסטוטבאז קנקצו גע-3-ר. פביבל סדבבינים ביוצו מטמציא ERE C CYLLERATON DEPRAS, LIR OEDERETELLECTO OTTELEERE TERE OR אצבבצה שלעקבעים שהכדףצבתצים.

При ралионетрических измерениех пресидаты изотогоз уран אייקבט בקר אבולאמנים אבצראהנסקדאינים אושנים בבקרא בדיר אוויין בקרא א LEEREN REGEDER DELEN MARKEN CERENTER CENTREMIN FRIER 3 Captorep 11A DOCTORYROWER SURFERED COLORISM

The EBOTOLEOTO 2H2.7E32 EECONOTELES CALLES FRANKE

1. ANDERS, FOCT 3760-47, 25-EPETETE PETER.

2. Амхений азотнокистый, ГОСТ ЭТСІ-Т.

3. Аммоний щавелезокислый, ГОСТ 5712-51, дасытный ractery.

4. Барий хлористый кристаллический, ГССТ 4108-15, 10-сросетема раствор.

5. Бромкрезолозый синий, BTY MXII ОРУ 3-34

6. железо азотнокислое, раствор, содержаний санас 10 ж в 2 1 x1¹

7. Индикаториая бумага универсальная. ТУ МАП ОРУ 76-56.

8. Karnogur KN-2.

9. Kuczora azorhag yzeashoro seca 1.4 [c:r], ITCT 445143.

10. Кислога азогная, разбаяленная (1 : 1).

11. Кислога азотная 0.5 М.

12. Kuenera opphan, MCT 1214-18. 12-apouenrush paersey.

13. Lucions contrary visuation sees till Fart. FOIT HER

- 14. Ruchora Markar, panariestat (L : U.
- 13. QUOLORI UNIVERS, PRAVARIES 41 (2:3).
- 15 GROOT MULYER, PRAILEROUSE (: : +.

TRUCK CUSALAR A PUNCTURE STORAGE INCLUSE

Congress and and and a stately of provident with the side of the

18. Кислота фтористоводородная (плавиковая), ТУ МХП 289-47.

19. Кислота хлорная, ТУ МХП ОРУ 87-57.

20. Кислота щавелевая, ГОСТ 5873-51, насыщенный раствор.

21. Натрий углекислый, безводный, ГОСТ 8341-56.

22. Натрий углекислый, 5-процентный раствор.

23. Эфир медицинский, госфармакопея, ІХ.

Примечание. Катионит КУ-2 приготовляют следующим образом. Имеющуюся в продаже смолу просеивают через сита d = 0,25 и 0,5 мм и фракции <0,25 мм и >0,5 мм отбрасывают; фракцию 0,25—0,5 мм помещают в колбу и, перемешивая, отмывают соляной кислотой (1:4) от железа (проба с роданистым аммонием), а затем от хлор-иона водой (проба с азотнокислым серебром). После приготовления смолу сушат на воздухе и хранят в банке с притертой пробкой. Регенерация КУ-2 производится следующим образом: использованную смолу помещают в колбу и при непрерывном встряхивании в течение 10 мин промывают 5—6 раз насыщенным раствором щавелевокислого аммония, 5—6 раз водой; 5—6 раз соляной кислотой (1:4) и еще 5—6 раз водой. После такой обработки смола пригодна к употреблению.

ХХVIII. ХИМИЧЕСКАЯ ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

Разложение пробы. Навеску тонко измельченной пробы (от 0,1 до 3 г в зависимости от содержания урана) ¹ обрабатывают в платиновой чашке смесью плавиковой и хлорной кислот при пагревании. Раствор медленно упаривают до появления паров хлорной кислоты, затем приливают еще 5—10 мл плавиковой кислоты для дополнительного разложения силикатов и упаривание продолжают до удаления хлорной кислоты (до исчезновения белых паров) ². Сухой остаток растворяют при нагревании в соляной кислоте (1:1), раствор выпаривают досуха и еще раз растворяют в соляной кислоте (1:4), а затем переводят из чашки в стакан емкостью 250 мл. обмывая чашку горячей соляной кислотой (1:4). Если раствор непрозрачен или на дне остается хотя бы незначительный нерастворимый остаток, необходимо отфильтровать

¹ Навеску рассчитывают так, чтобы для анализа было взято не менее 0,3 *мг* урана примерно в таком соответствии.

Содержание урана в пробе, %	Навеска, г
0,010,1	3,0-1,0
0.15.0	1,00,5
5-10	0,5-0,2
10—50	0,2-0,01

² Следует избегать перегрева сухого остатка, чтобы не допустить вспышек хлорной кислоты. его через плотный фильтр, озолить, прокалить и сплавить с небольшим количеством соды. Сплав выщелачивают водой, добавив затем соляной кислоты до растворения осадка, после чего приливают соляную кислоту в таком количестве, чтобы концентрация ее в растворе по отношению к воде была 1:4; если полученный раствор совершенно прозрачен, его добавляют к основному фильтрату¹.

Йри анализе водных проб радиоактивные элементы предварительно концентрируют путем соосаждения их с гидроокисью железа. Для этого в воду добавляют железо из расчета ~ 10 мг на 1 л и гидроокись железа осаждают аммиаком при рH = 7-8; осадок после отстаивания отфильтровывают и растворяют в соляной кислоте (1:4). Дальнейший анализ аналогичен анализу твердых проб. Для определения в воде Ra отбирают отдельно пробу объемом 1 л.

§ 36. Отделение тория от урана и радия

Для отделения тория от урана и радия полученный раствор пропускают через колонку с катиопитом КУ-2. При прохождении раствора HCl с кислотностью 1 : 4 па катионите КУ-2 задерживается торий, в то время как все катионы, включая уран, радий и другие радиоактивные элементы, вымываются со смолы кислым раствором. Раствор пропускают через колонку со скоростью не более 12—14 капель в минуту. Для вымывания остатка задержавшихся на смоле железа и радиоактивных элементов через колонку дополнительно пропускают 100 *мл* соляной кислоты (1 : 4) с той же скоростью и еще 100 *мл* соляной кислоты (1 : 3), увеличив скорость пропускания до 20—25 капель в минуту, затем 100 *мл* воды для вымывания свободной кислоты (скорость 5 *мл* в минуту). После этого на смоле остаются практически чистый торий и его изотопы, а в фильтрате содержатся уран и радий. Время окончания отделения тория фиксируют.

Торий смывают путем пропускания через колонку 150—200 мл пасыщенного раствора щавелевокислого аммония или щавелевой кислоты со скоростью 12—14 капель в минуту. К полученному раствору оксалата тория добавляют 5—10 мл азотной кислоты удельного веса 1,40 Г/см³ и выпаривают досуха. Сухой остаток несколько раз обрабатывают крепкой азотной кислотой, выпаривая каждый раз досуха, до полного разложения оксалатов и удаления аммонийных солей. После этого остаток растворяют в 5 мл горячей азотной кислоты и производят электроосаждение тория. Для этого

¹ Если в растворе опять имеется нерастворимый остаток, его отфильтровывают, озоляют в платиновом тигле и прокаливают. Затем приливают в тигель плавиковую и соляную кислоты (по 5—7 мл) и выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают, сплавляют с содой и обрабатывают водой и соляной кислотой, как описано выше; раствор добавляют к основному фильтрату.

полученный раствор азотнокислого тория разбавляют водой до объема 10 *мл*, нейтрализуют аммиаком по индикатору бромкрезолу синему до синей окраски (pH в пределах 2—4), добавляют 10 *мл* насыщенного раствора щавелевокислого аммония и переливают в электролизер, обмывая стакан водой.

Для электроосаждения тория используют прибор, показанный на рис. 53. Торий выделяется на катоде — полированном диске из нержавеющей стали; анодом и одновременно мешалкой служит



платиновая проволока толщиной ~1 мм, на конце которой припаяна платиновая сетка; сила тока во время электролиза должна быть около 2 а. Продолжительность электролиза 1 ч.

На первой стадии электролиза раствор подкисляют азотной кислотой (1 : 1), прибавляя ее по каплям до перехода синего цвета в устойчивый желтый. Затем в течение первых 10 мин после этого обычно вновь наблюдается переход окраски в синюю, поэтому добавление азотной кислоты приходится повторять. В течение дальнейших 50 мин электролиз идет при устойчивой желтой окраске раствора (pH \approx 2).

На второй стадии электролиза ощущается резкий запах выделяющихся паров окислов азота; поэтому электролиз следует проводить в вытяжном шкафу. Образовавшаяся на диске тонкая блестящая пленка и есть препарат изотопов тория, пригодный для измерения.

§ 37. Отделение радия от урана

Для разделения урана и радия последний осаждают с сернокислым барием из раствора, пропущенного через колонку с KY-2; для этого к нему добавляют 1 *мл* 10-процентного раствора $BaCl_2$ и 10 *мл* 10-процентного раствора серной кислоты, смесь кипятят в течение 5 *мин*, добавляют еще 0,5 *мл* 10-процентного раствора хлористого бария и кипятят еще 3 *мин*. На следующий день раствор фильтруют через плотный фильтр, перенося на него осадок BaSO₄, и осадок на фильтре несколько раз промывают холодной водой: после этого весь радий оказывается в осадке.

Осадок вместе с фильтром помещают в платиновый тигель, озоляют и сплавляют с содой для перевода сульфата бария (радия) в карбонат. Сплав выщелачивают водой и переносят в стакан емкостью 100 мл, обмывая тигель горячей водой. Образовавшийся осадок карбонатов отфильтровывают, промывают на фильтре 2-процентным раствором соды до удаления иона SO₄ (проба с BaCl₂), тщательно обмывая также и стакан с остатками карбонатов. Затем осадок на воронке растворяют горячей 5-процентной соляной кислотой (30—40 мл), собирая фильтрат в тот же стакан, из которого выщелачивался сплав. Полученный раствор помещают в барботер для последующего измерения радия и его изотопов эманационным методом.

§ 38. Получение препарата урана

После отделения в фильтрате осадка $Ba(Ra) SO_4$ (для освобождения раствора от лишних солей) уран вместе с железом и другими полуторными окислами осаждают аммнаком, не содержащим углекислоты ¹, аммиак добавляют в минимальном количестве, необходимом для осаждения гидроокисн железа. Раствор с осадком нагревают, отфильтровывают и осадок 2—3 раза промывают водой, содержащей немного аммиака. Затем осадок переносят с фильтра в тот же стакан, в котором производилось осаждение, и растворяют горячей соляной кислотой (1:1), промывая и фильтр той же кислотой.

Полученный раствор упаривают до влажных солей (не доводя досуха), добавляют 50 *мл* воды и 5-процентный раствор соды до нейтрализации осадка, после чего прибавляют еще 50 *мл* раствора соды, кипятят в течение 20 *мин*, отстаивают и фильтруют, не стараясь перевести весь осадок на фильтр. Осадок в стакане и на фильтре 2—3 раза промывают горячей водой. После стекания раствора с фильтра осадок переносят в тот же стакан и снова растворяют на фильтре горячей соляной кислотой (1 : 1). Затем раствор опять упаривают до влажных солей, добавляют 50 *мл* воды, 5-процентный раствор соды до нейтрализации и еще 50 *мл*, кипятят в течение 20 *мин*, пропускают через фильтр и фильтрат соединяют с первым содовым фильтратом.

Объединенный раствор подкисляют азотной кислотой и кипятят до полного удаления углекислоты, добавляют 2—3 мл раствора азотнокислого железа, содержащего 10 мг Fe в 1 мл, гидроокиси

¹ В случае анализа малой навески пробы, когда в растворе содержится недостаточное количество полуторных окислов, перед осаждением урана в раствор добавляют 5 мл хлорного железа, содержащего около 10 мг железа в 1 мл.

железа вместе с ураном осаждают аммиаком (без CO₂). После 3минутного кипячения осадок отфильтровывают, 2—3 раза промывают аммиачной водой и растворяют на фильтре и в стакане 30—40 *мл* горячей 0,5 *М* азотной кислоты. Раствор насыщают азотнокислым аммонием, добавляя сухую соль. После этого извлекают уран из раствора 4—5-кратной экстракцией равным объемом эфира.

Экстракцию производят в делительной воронке емкостью 250 мл. Раствор с эфиром каждый раз встряхивают в течение 4-5 мин (во избежание выталкивания пробки и разбрызгивания раствора во время встряхивания воронки рекомендуется время от времени, опрокидывая воронку вниз пробкой, приоткрывать кран для выпуска паров эфира). После каждого встряхивания открывают пробку воронки и дают растворам разделиться. Нижний слой сливают через кран, а эфирный — через верхнее отверстие воронки. Эфирные вытяжки объединяют в стакане емкостью 250 мл, добавляют 5 мл воды и упаривают досуха, погружая стакан с эфиром в стакан с горячей водой (не допуская вскипания эфира). Сухой остаток растворяют в 5 мл крепкой азотной кислоты и снова упаривают досуха для удаления следов органических остатков эфира. Получившийся в результате этого сухой остаток снова растворяют в 20 мл воды с добавлением нескольких капель азотной кислоты (1:1), раствор нейтрализуют аммиаком и добавляют избыток его до рН \approx 9 (по универсальной индикаторной бумажке). Затем добавляют 5 мл насыщенного раствора щавелевокислого аммония и производят электроосаждение урана, пользуясь электролизной установкой (см. рис. 53). Электролиз продолжается 1 и при силе тока около 2 а. При хорошем качестве пленка урана должна быть блестящей с яркими цветами интерференции. Время выделения изотопов урана на диске фиксируют.

XXIX. РАДИОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРОБ

В результате радиохимической обработки проб получают препараты урана, тория и радия в радиохимически чистом виде.

Радиохимически чистый уран, электролитически осажденный на полированную стальную подложку, используют для определения изотопного состава урана. Его радиоактивное излучение обусловлено (см. табл. 1. 1):

1) альфа-активностью изотопов урана (U^{238} , U^{234} , U^{235}) с энергией альфа-частиц соответственно 4,19; 4,77; 4,39 *Мэв*;

2) бета-активностью UX₁, UX₂, UZ и UY, которые быстро накапливаются в препарате в результате радиоактивного распада изотопов урана и имеют максимальную энергию E_{max} , равную 0, 19; 2,32; 1,5; 0,30 *Мэв*;

3) мягким гамма-излучением изотопов урана и короткоживущих продуктов их распада. Для определения изотопного состава тория применяют электролитически осажденный на полированную стальную подложку радиохимически чистый торий, радиоактивное излучение которого обусловлено:

1) альфа-активностью 10, Th, RdTh, RdAc с энергией альфачастиц соответственно 4,68; 4,00; 5,42; 5,98 *Мэв*;

2) бета-активностью UX₁ и продуктов его распада, а также UY;

3) гамма-излучением изотопов Th и продуктов их распада. Для определения изотопов радия служит раствор хлористого

радия (бария), помещенный в барботер. Изотопы радия (Ra, AcX, ThX) определяют эманационным способом по альфа-излучению Rn, Tn, An и короткоживущих продуктов их распада (см. главу 8).

Анализ изотопного состава урана и тория может быть осуществлен альфа-спектрометрическим методом (В. И. Баранов и др., 1958, 1959; Е. А. Исабаев, В. В. Чердынцев, 1959). В частных случаях, например для ориентировочных определений отношений U²³⁴/U²³⁸, может быть использован рассматриваемый ниже более простой в отношении применяемой аппаратуры альфа-бета-метод (Н. Г. Сыромятников, 1961; В. В. Чердынцев, 1955).

Альфа-спектрометрический метод основан на том, что большинство изотопов урана и тория испускают альфа-лучи различных строго определенных энергий; это позволяет идентифицировать по данным альфа-спектрометрических измерений соответствующие изотопы и по интенсивности линий альфа-излучения определять относительное содержание этих изотопов (или их соотношение).

В современной альфа-спектрометрической аппаратуре используются в основном детекторы трех типов: электронно-импульсные ионизационные камеры, полупроводниковые кремниевые детекторы и сцинтилляциопные счетчики.

Импульсные нонизационные камеры при наполнении их нейтральными газами (например, аргоном) высокой чистоты обеспечивают хорошее энергетическое разрешение 1—2% (по Ро²¹⁰); при таком разрешении пики амплитудного распределения импульсов, обусловленные альфа-излучением изотопов урана (U²³⁴, U²³⁵, U²³⁸) и тория (Th, Io, RdTh), разделяются практически полностью.

Полупроводниковые кремниевые детекторы обладают высоким энергетическим разрешением (для лучших экземпляров до 0,5 — 0,6% по Po²¹⁰) и отличаются простотой в работе, так как их можно эксплуатировать в атмосфере воздуха. Детекторы этого типа очень перспективны для использования при изотопном анализе; однако в настоящее время их применение сдерживается малыми размерами чувствительной поверхности (0,25—1,0 см²), в связи с чем время измерений с их использованием очень велико. Сцинтилляционные детекторы обладают более низким энергетическим разрешением. При использовании люминофора CsJ (Tl) практически достижимо разрешение в 6—7% по Po²¹⁰, что обеспечивает идентификацию и определение большинства изотопов альфа-излучателей урана и тория. Устройство и эксплуатация сцинтилляционного датчика значительно проще, чем импульсной ионизационной камеры, поскольку он работает в атмосферном воздухе и, следовательно, не требует вакуумного оборудования и газа-наполнителя.

§ 39. Определение отношения U²³⁴/U²³⁸

35. Альфа-бета-метод

Метод заключается в сравнении альфа- и бета-активности уранового препарата и радиохимически чистого равновесного эталона (приготовление эталонов описано в приложении 13).

Как уже отмечалось выше, суммарная альфа-активность препарата урана обусловлена радноактивным излучением всех трех его изотопов; однако излучение U^{235} составляет только 2% излучения $U^{238} + U^{233}$, в связи с чем на практике им можно пренебречь. Следовательно, скорость счета I_{α} составляет

$$I_{a} = \varepsilon_{a}a_{a} (U^{238} + U^{234}) umn/mun,$$
 (4. 22)

где U^{238} — количество U^{238} в *г*; U^{234} — количество U^{232} в *г* равновесного U^{233} : a_a — число альфа-частиц, испускаемых в 1 минуту 1 *г* U^{238} или U^{234} при радиоактивном равновесни между ними; ε_a — эффективность регистрации альфа-излучения.

Для равновесного эталона ($U^{224}/U^{222} = 1$)

$$I_a^{\mathfrak{s}} = 2\varepsilon_a a_a \mathbf{U}^{238}. \tag{4.23}$$

Бета-активность препарата обусловлена излучением ряда короткоживущих продуктов распада изотопов урана (UX₁, UX₂, UZ, UY); однако основная доля излучения приходится на UX₁ и UX₂ (бета-излучение UZ составляет 0,15%, а UY 4,6% от излучения UX₂).

При измерении бета-излучения препарата

$$I_{B} = \epsilon_{B} \alpha_{\beta} U^{238} (1 - e^{-\lambda_{U} X_{1}^{t}}), \qquad (4.24)$$

где. I_{β} — число зарегистрированных импульсов в 1 минуту; ε_{β} — эффективность регистрации бета-излучения данным счетчиком; a_{β} — число бета-частиц, испускаемых в 1 минуту UX₁ и UX₂, находящихся в равновесии с 1 г U²³⁸; λ_{UX_1} — константа распада UX₁; t — время накопления UX₁ после отделения урана от других радиоактивных элементов.

Для равновесного эталона

$$I_{\beta}^{\mathfrak{d}} = \varepsilon_{\beta} a_{\beta} \mathsf{U}^{2\mathfrak{d}}. \tag{4.25}$$

273

Из уравнений (4. 22)—(4. 25) следует

$$\frac{U^{234}}{U^{238}} = 2 \frac{I_{\alpha} I_{\beta}^{3}}{I_{\beta} I_{\alpha}^{3}} \cdot (1 - e^{-\lambda U X_{1} t}) - 1.$$
 (4.26)

Для измерения суммарной альфа-активности применяют альфараднометр РАЛ-1, который при фоне 2—3 имп/мин имеет чувствительность 550 имп/мин на 1 мг урана.

Точность определения отношения U^{234}/U^{236} альфа-бета-методом зависит главным образом от точности измерения незначительной бета-активности препарата. Сцинтилляционный бета-счетчик со стильбеновым люминофором при фоне 8—10 имп/мин имеет чувствительность 280 имп/мин на 1 мг урана (в равновесии с UX₁). Использование такого счетчика позволяет при содержании на диске от 0,05 до 2 мг U определять отношение U²³⁴/U²³⁸ с точностью до 10%.

При определении отношения U^{234}/U^{238} альфа- и бета-активность измеряют не раньше, чем через 10—20 суток после отделения изотопов урана; за это время бета-активность увеличивается. Производят 3—4 независимых измерения в разное время и по ним определяют среднее арифметическое; результаты измерений записывают в таблицу (табл. 4. 4).

Таблица 4.4

Ме пробы	Дата приго- товления препарата	Дага взие- ревня препа- рата	$t_3 - t_3 = \Delta t$	∆t TUX,	$1 - e^{-\lambda_U X_1 t}$	I _a	β	J ^ع	, 9 β	1410/1620
8073-1	2/VIII 2/VIII 2/VIII 2/VIII	7/V111 24/V111 19/1X	5 22 48	0,207 0,913 1,987	0,146 0,468 0,748	115 128 128	6 21 35	434 438 439	229 235 235	1,95 2,06 1,92

Результаты измерений отношения U²³⁴/U²³⁸

По данным табл. 4. 4 среднее отношение изотопов урана равно

$$\frac{U^{234}}{U^{238}} = \frac{1.95 + 2.06 + 1.92}{3} \approx 2.0.$$

Время измерения определяется активностью препарата.

Для определения отношения U²³⁴/U²³⁸ альфа-бета-методом необходима тщательная радиохимическая очистка урана, так как при использовании этого метода нельзя проконтролировать чистоту препарата по альфа-излучению; она контролируется только по изменению его бета-активности со временем.

Точность метода невысока (~10%), а время выполнения анализа не меньше 20—30 суток. Однако из-за простоты и доступности применяемой аппаратуры он может быть использован для получения предварительных результатов. Измерения сцинтилляционным альфаспектрометром. При энергетическом разрешении альфаспектрометра 6—7% по Po^{210} , практически достижимом в сцинтилляционном датчике, пики амплитудного распределения для изотопов урана полностью не разрешены, т. е. наблюдается их перекрытие в области средних энергий (4,3—4,6 *Мзв*). Пик от U²³⁵ (4.39 *Мэв*), в области которого интенсивность альфа-излучения составляет примерно 5% по сравнению с U²⁵⁵. вуалируется склонами амплитудного

пиков амплитудного распределения от U^{238} (4,19 *Мэв*) и U^{234} (4,77 *Мэв*).

На рис. 54 сплошной линией показана кривая амплитудного распределения импульсов для содержащего изотопы урана препарата, полученная с помощью сцинтилляционного спектрометра. Левый пик обусловлен альфа-излучением U²³⁸, а правый U²³⁴

Перед началом измерений коэффициент усиления и уровень порового дискриминатора

необходимо выбрать такими, чтобы максимум амплитудного распределения для U²⁸⁴ приходился, например, при использовании 20-канального амплитудного анализатора на 14—16-й каналы.

Для достижения статистической точности определений ± 4 — 5% необходимо набрать 2000—4000 импульсов (суммарное); при этом длительность измерения препарата, содержащего 1 мз урана, составляет 5—7 мин, а если в препарате содержится 0,1 мз урана, то 60 мин.

По результатам измерений строят кривую амплитудного распределения импульсов, откладывая по горизонтальной оси номер канала, а по вертикальной количество импульсов, сосчитанных в данном канале; полученные точки соединяют плавной кривой (см. рис. 54). Изотопное отношение U²³⁴/U¹²⁹ определяют по соотношению площадей, ограниченных кривыми амплитудного распределения импульсов для соответствующих изотопов и осью абсцисс.

Для графического разделения пиков левую ветвь пика U²⁸⁴ экстраполируют до пересечения с осью абсцисс, этим учитывая



Рис. 54. Спектрограмма изотопов урана, полученная сцинтилляционным альфа-спектрометром.

наклон левой ветви пика U²³⁸, и из общей кривой амплитудного распределения графически вычитают полученную кривую амплитудного распределения для U²³¹.

Площади, ограниченные разделенными пиками U²³⁸ и U²³⁴ и осью абсцисс, измеряют раздельно с помощью планиметра или путем суммирования импульсов в соответствующих каналах.

Поскольку выход альфа-излучения для равновесных количеств U^{238} и U^{234} одинаков, то $S_2/S_1 = U^{234}/U^{238}$ (в равновесных единицах).

Погрешности, обусловленные влиянием U^{235} , не превышают 1—2%. Действительно, интенсивность альфа-излучения U^{235} составляет примерно 5% альфа-излучения U^{238} , причем благодаря тому, что энергия альфа-частиц U^{235} приходится примерно на середину энергетического интервала между U^{238} и U^{234} , его вклад в пики амплитудного распределения для U^{234} и U^{238} примерно одинаков и практически не искажает получаемых значений величины U^{234}/U^{238} . Относительные погрешности из-за влияния U^{235} не превышают 0,3—0,5% для препаратов с $U^{234}/U^{238} \approx 1$ и 1—2% при $U^{234}/U^{238} \approx 5$.

Другим источником погрешностей являются неточности экстраполяции левого склона пика U^{234} ; ошибка в определении площади пика U^{234} на 5% обусловливает относительную погрешность определений отношения U^{234}/U^{238} около 10% при $U^{234}/U^{238} \approx 1$, около 20% при $U^{234}/U^{238} \approx 3$. По эксперимен гальным данным ошибки в определении площади пиков обычно не превышают 2-4%.

Сопоставление результатов измерений сцинтилляционным спектрометром и ионизационной импульсной камерой показывает, что погрешности определений составляют в среднем 6—7% отн.

На первом этапе освоения методики и аппаратуры целесообразно измерять каждую пробу дважды, чтобы исключить грубые промахи. В случае резкого расхождения результатов повторных замеров пробу следует проанализировать еще раз и взять среднее из последнего замера с наиболее близким результатом из двух первых.

№ канала	Чпсло сосчитанных импульсов	№ канала	Число сосчитавных ямпульсоя
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10		$ \begin{array}{c} 11\\ 12\\ 13\\ 14\\ 15\\ 16\\ 17\\ 18\\ 19\\ 20\\ \end{array} $	465 493 986 1072 761 449 223 48 0 0

Пример. В результате измерений препарата изотопов урана получены следующие данные.

По этим данным построена кривая амплитудного распределения (см. рис. 54) н описанным выше способом разделены пики U²³⁸ и U²³⁴. Данные об исправленных скоростях счета импульсов в каналах, полученные для разделенных пиков этих изотопов, приведены в табл. 4. 5.

Таблица 4.5.

М узиала	Число со импу	Считанных Ильсов	М канала	Число сосчитанных импульсов			
	для U ²⁸⁶	для U ²³⁴		для U ²³⁴	для U ³³⁴		
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	103 182 250 452 815 1217 1000 595 260		11 12 13 14 15 16 17 18 19 20		355 493 985 1072 761 449 223 48		

Исправленные скорости счета импульсов в каналах 20-канального спектрометра, полученные для разделенных пиков U²³⁸ и U²³⁴

Суммы импульсов в каналах для соответствующих пиков равны

$$\sum U^{232} = 4984,$$
$$\sum U^{234} = 4711,$$

а отношение

$$\frac{U^{234}}{U^{238}} = \frac{\sum U^{234}}{\sum U^{238}} = 0.95.$$

Измерения ионизационным спектрометром. Наиболее точные определения изотопного состава радиоактивных элементов можно получить при использовании ионизационного альфа-спектрометра. Спектрометры подобного типа имеют энергетическое разрешение 1—2% по Po²¹⁰, что позволяет разделять пики амплитудного распределения изотопов урана и тория. На рис. 54 для примера представлены спектрограммы альфа-излучения препаратов урана и тория, полученные на ионизационном спектрометре со 100-канальным амплитудным анализатором.

Перед измерениями ионизационную камеру тщательно очищают от всех газов путем откачки форвакуумным насосом и затем наполняют ее смесью чистого аргона и паров толуола до давления 1—2 am. Исследуемый препарат помещают в ионизационную камеру и измеряют По окончании измерения снимают показания в каждом из каналов анализатора по ним строят кривую амплитудного распределения импульсов.

Для определения отношения изотопов радиоактивных элементов на спектрограмме выбирают каналы, отвечающие альфалиниям соответствующих изотопов; отсчеты в выбранных каналах суммируют и рассчитывают изотопные отношения.

Продолжительность измерения зависит от активности препарата и требуемой точности. Так, для заданной статистической точности 1—2% препарат, содержащий 1 *мг* урана, необходимо измерять 20—30 *мин*, а препарат, содержащий 0,1 *мг* урана, около 200 *мин*.

Пример. В табл. 4. 6 приведены результаты измерений альфаактивностп уранового препарата по каналам. Время измерения препарата t = 120 мин, интегральный счет = 9027 импульсов.

Таблица 4.6

Число	импульсов	ОТ	альфа-частиц	B	каналах	100-канального	спектрометра
-------	-----------	----	--------------	---	---------	----------------	--------------

М десятка	№ канала										
канала	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	
1 2 3 4 5 6 7 8 9	$ \begin{array}{r} - \\ 7 \\ 42 \\ 424 \\ 4 \\ 15 \\ 6 \\ 18 \\ 280 \\ 3 \end{array} $	$ \begin{array}{c c} 5\\ 15\\ 22\\ 176\\ 7\\ 10\\ 8\\ 24\\ 285\\ 0\\ \end{array} $	8 14 38 32 6 11 7 15 404 0	3 18 129 18 6 5 5 19 640 0	8 13 161 7 10 5 8 29 719 0	4 16 258 6 11 5 12 37 668 0	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	7 36 675 2 26 12 15 118 23 0	13 41 664 3 16 7 11 144 6 0	

В каналах N_{2} 4-37 $\sum U^{2} U^{2} = 3740$ импульсам.

В каналах № 54-90 ∑ U²³⁴ = 4211 импульсам.

Отношение

$$\frac{U^{234}}{U^{238}} = \frac{4211}{3740} = 1,12.$$

Средняя относительная погрешность измерений (q_n) для U²³⁸ и U²³⁴ равна

$$\delta_{11} = \frac{\sqrt{3740}}{3740} = 0,0164,$$

$$\delta_{11} = \frac{\sqrt{4211}}{4211} = 0,0155.$$

Средняя относительная погрешность определения отношения U²³⁴ и U²³⁸ составляет

$$\frac{V^{234}}{U^{235}} = \sqrt{(0,0164)^2 + (0,0155)^2} = 0,022.$$

Следовательно,

$$\frac{U^{234}}{U^{238}} = 1,12 \pm 0,02.$$

§ 40. Определение отношения Io/U

При анализе природных образований определение отношения Io/U может быть заменено определением отношения Io/UX₁, поскольку в горных породах, рудах и минералах между U и UX₁ всегда существует радиоактивное равновесие.

Для препаратов, не содержащих тория, отношение lo/UX₁ в единицах активности определяют путем сравнения отношений альфа- и бета-активностей препарата изотопов тория, приготовленного из пробы, и радиохимически чистого уранового эталона. В этом случае

$$\frac{I_{O}}{U} = \frac{2I_{\alpha}I_{\beta}^{3}}{I_{\alpha}I_{\beta}} e^{-\lambda_{UX_{1}}t}, \qquad (4.27)$$

где I_{α} и i_{β} — результаты измерений исследуемого препарата соответственно по альфа- и бета-лучам; I_{α}^{3} и I_{β}^{3} — результаты измерений эталонного препарата изотонов урана с короткоживущими продуктами распада соответственно по альфа- и бета-лучам; t — время с момента радиохимического выделения изотопов тория до момента измерения.

Альфа-активность препарата удобно измерять с помощью установки типа РАЛ-1, а бета-активность с помощью сцинтилляционного бета-датчика.

Первое измерение производят сразу после приготовления препарата изотопов тория, когда фиксируется максимальная бетаактивность от UX₁, а затем еще 2—3 измерения с промежутком в несколько суток. Отношение lo/U получают как среднее арифметическое этих измерений. Результаты записывают в таблицу (табл. 4.7).

По данным табл. 4. 7 среднее отношение ю/U равно

$$\frac{0,90+0,88+0,98}{3}\approx 0,9.$$

Если в исследуемой пробе содержится торий, альфа-активность исследуемого препарата не характеризует содержания иония, поскольку торий и продукты его распада также являются альфаизлучателями. В этом случае вместо суммарной альфа-активности

Таблица 4.7

Результаты измерений альфа- и бета-активности препаратов для определения отношений 16/U

Me npodu	Дата разде- ления изото- пов (1	Дата изме- рения пре- парата l _s	$t_1 - t_1 = \Delta t$	TUX, ,	-hux,t	ſα	ľβ	۲ ^э ۵	/ ^э β	<u>410</u> 9U
0593	I/VI1	4/VII1	3	0,124	0,917	32	31	526	251	0,90
	1/VI1	8/VII	7	0,290	0,818	33	28	537	246	0,88
	1/V11	1/VIII	31	1,281	0,412	29	13	424	228	0,98

препарата нужно определить долю альфа-активности, приходящуюся на ионий, на основании измерений препарата с помощью сцинтилляционного или ионизационного спектрометра.



Рис. 55. Спектры альфа-излучения изотопов урана (а) и тория (б).

На рис. 55 и 56 представлены дифференциальные кривые амплитудного распределения импульсов, полученные для содержащего пзотопы тория препарата соответственно с помощью ионизационного и сцинтилляционного альфа-спектрометра. Путем обработки спектрограмм, на которых хорошо выделяется пик иония (4,61—4,68 *Мэв*), может быть найдена доля альфа-излучения, обусловленная ионием I_{10} .

Методика определения величины I_{Io} с помощью 20-канального сцинтилляционного спектрометра заключается в следующем. Перед началом определений устанавливают необходимый уровень порогового дискриминатора и подбирают коэффициент усиления, при котором максимум амплитудного распределения для иония приходится на 10-й—11-й каналы анализатора. Последовательность измерений такая же, как при анализе изотопов урана. Длительность измерений определяется активностью препарата и должна уточняться в процессе измерения.

Для достижения статистической точности определений 4—5% необходимо набрать в пике иония в сумме не менее 1000 импульсов.

На полученной при измерении препарата, содержащего изотопы тория, спектрограмме пик иония выделяют путем экстраполяции его скло-HOB ДО пересечения с осью абсцисс; при наличии в препарате радиотория или тория в соизмеримых с ионием количествах (в единицах активности) ветви пика экстраполируют ИОНИЯ по методике, принятой для разделения пиков U²³⁴ и U²³⁸. По выделенному пику альфа-актив-НОСТЬ, обусловленную ионием, определяют путем суммирования ИМпульсов. сосчитанных В соответствующих каналах, причем для полу-



Рис. 56. Спектрограмма изотопов тория, полученная сцинтилляционным альфа-спектрометром

чепных экстраполяцией участков кривой активность в каналах определяется по соответствующим ординатам.

Определять величину I₁₀ с помощью ионизационного альфаспектрометра еще проще, так как в этом случае пик иония выделяется более отчетливо.

Для определения отношения Io/U в пробах, содержащих торий, кроме доли излучения иония в исследуемом препарате, необходимо измерить с применением спектрометра также суммарную альфа-активность радиохимически чистого (U²³⁸ + U²³⁴) уранового эталона; бета-активность препарата и эталона измеряют сцинтилляционным бета-счетчиком.

Отношение иония к урану определяется как

$$\frac{I_o}{U} = \frac{2I_{1c}}{I_a^3} \frac{I_A^9}{I_B} e^{-\lambda_{MX_1} t} . \qquad (4.28)$$

281

§ 41. Определение отношения RdTh/Io

Отеошение RdTh/Io может быть определено с использозанием всяхзащовного или (с меньшей точностью) сцинтилляционного спектрометра. Прогедение измерений и построение иригой амплитудного распределения гналогично рассмотренным выше; длятельность измерений определяется необходимостью набрать в пике новия не менее 1000 импульсов.

Отношение RdTh/Io трудно определять по соответствующим пикам амплитудного распределения в связи с плохим разделением пиков RdTh и ThX на спектрограмме. Однако это осложнение может быть преодолено, поскольку ThX является продукточ распада RdTh и влияние его альфа-излучения нетрудно учесть, зная момент отделения изотопов тория. Если измерение препарата производится через 2—3 недели после отделения изотопов тория, т. е. равновесие между RdTh и ThX уже установилось, то

$$\frac{\text{RdTh}}{I_o} = 1,54 \frac{S_{(\text{RdTh}+\text{Th}X)}}{S_{Io}}, \qquad (4.29)$$

где $S_{(RdTh+ThX)}$ и S_{Io} — соответственно площади суммарного пика RdTh + ThX и пика иония на спектрограмме препарата; RdTh и Io — содержание изотопов, весовые единицы равновесных с ними материнских элементов Th и U.

Если препарат измеряют до наступления равновесия между RdTh и ThX, то

$$\frac{\text{RdTh}}{I_{o}} = \frac{S_{(\text{RdTh}+\text{ThX})}}{3,09S_{Io}(2-e^{-\lambda t})}.$$
(4.30)

Точность определения величины RdTh/Io в значительной степени зависит от соотношения изотопов; при величине RdTh/Io $> 0,1 \div 0,2$ погрешность определения составляет 10—30%, при RdTh/Io $< 0,1 \div 30$ —50% отн. Для повышения точности должна быть увеличена длительность измерений до набора в пике RdTh + ThX не менее 100 имп.

В основе радиографического метода исследования лежат способность радиоактивных излучателей действовать на чувствительный слой фотографической пластинки или пленки. Полученное на эмульсии радиографическое изображение дает возможность выяснить характер распределения радиоактивного вещества поверхности исследуемого объекта и определить количество этого вещества. Этот метод в течение многих лет применяется для обнаружения естественных радиоактивных элементов в породах и минералах; дальнейшее развитие метода непосредственно связано с применением радиоактивных изотопов в качестве индикаторов (метод меченых атомов) и с разработкой специальных фотоэмульсий, предназначенных для регистрации отдельных ионизирующих частиц.

Возможность регистрации любой частицы, попадающей на эмульсию, приблизила чувствительность количественной радиографии к ее теоретическому пределу — к обнаружению одного распадающегося атома в исследуемом объекте (если этот распад произошел во время опыта и условия измерений позволяли фиксировать частицы, распространяющиеся в любом направлении).

Радиография во многих случаях дополняет другие методы регистрации частиц, выгодно отличаясь от них тем, что для анализа этим методом можно использовать ничтожно малое количество радиоактивного вещества в виде включений без выделения последних в чистом виде.

В настоящее время в связи с разнообразием изучаемых объектов и целей исследования разработано довольно много модификаций радиографического метода.

При изучении распределения радиоактивных элементов в горных породах, рудах и минералах в зависимости от задач исследований применяют обычно макрорадиографию или микрорадиографию. При макрорадиографии (визуальной, контрастной) о распределении и количестве радиоактивных элементов в исследуемом объекте судят по визуальным наблюдениям или на основании фотометрических измерений оптической плотности почернения фотослоя. При микрорадиографии (следовой радиографии) анализ прсизводится под микроскопом путем подсчета числа следов альфа-частиц и измерения длины этих следов. Эта модификация радиографического метода возникла только на основании применения современных высокочувствительных ядерных эмульсий; ее основным достоинством является возможность количественной оценки содержания радиоактивных веществ в самых мелких деталях препарата путем подсчета числа следов альфа-частиц, излучаемых этим веществом.

Ниже рассматривается применение радиографии для исследования естественно радиоактивных пород и руд.

ГЛАВА 10

визуальная радиография

Степень потемнения фотографической эмульсии пропорциональна интенсивности излучения. В связи с этим радноактивность препарата может быть оценена при исследовании раднографии визуально или фотометрически по степени потемнения фотографической эмульсии.

Визуальная раднография широко применяется для выявления радноактивных минералов и выяснения характера их распределения в исследуемых породах и рудах.

Для получения раднографий пригодны фотографические эмульсии, имеющие высокую разрешающую способность, мелкозернистые, с большим содержанием серебра и малой вуалирующей способностью. Наилучшими являются следующие материалы отечественного производства:

1) диапозитивные фотопластинки чувствительностью по H и D = 2,5;

2) позитивные форматные пленки чувствительностью по H и $D = 5 \div 16$;

3) рентгеновская пленка и рентгеновская бумага.

Как стандартный материал для раднографических исследований можно рекомендовать рентгеновскую безэкранную пленку.

Необходимо отметить, что многие сорта рентгеновских материалов обладают повышенной вуалирующей способностью. Для получения удовлетворительных радиографий на этих материалах необходимо увеличивать время экспозиции в 2-3 раза.

Образцы для получения четких радиографий должны быть тщательно подготовлены. Исследуемую плоскую поверхность образца шлифуют и затем полируют. Особенно важно, чтобы на поверхности образца не было трещин и впадин и не оставалось канифоли или другого вещества, применяемого при полировке; канифоль действует на чувствительный слой пластинки (или пленки), вызывая почернение бромистого серебра.

Не принимающие полировку породы только шлифуют до получения ровной плоской поверхности; противоположную поверхность образца необходимо срезать параллельно отполированной, чтобы удобнее было прижимать образец к пластинке (или пленке).

Рыхлые небольшие образцы следует закреплять бакелитовым лаком или сургучом и после этого шлифовать. Для закрепления рыхлых образцов используют отбеленный горный воск, который плавится при температуре 85° С, быстро поглощается пористым образцом и достаточно тверд для сухой полировки паждачной бумагой. Для закрепления образцов небольших размеров может быть использован металл Вуда, обладающий температурой плавления 60° С, гораздо более твердый, чем горный воск, и допускающий лучшую полировку краев образца. Мелкие кристаллы или шлихи можно прикреплять к картону или стеклу.

После полировки образец должен быть тщательно промыт куском мокрой гигроскопической ваты для удаления минеральной пыли, попавшей на поверхность во время полировки, и просушен.

Подготовленный образец шлифа или препарат из зерен накладывают на эмульсионный слой фотографической пластинки (или пленки). Для лучшего контакта поверхности образца с эмульсией и для исключения возможности смещения и сдвига во время экспозиции образец закрепляют на пластинке (или пленке) с помощью специального зажима; мелкие аншлифы могут быть закреплены с помощью деревянных или металлических зажимов типа лабораторных или бельевых.

При использовании рентгеновских пленок необходимо подкладывать под них непрозрачное стекло, чтобы усилить коштакт поверхности образца с эмульсией и исключить засвечивание пленки снизу. Накладывая образец на эмульсию, следует избегать трения между эмульсией и поверхностью образца, так как при этом может образоваться фрикционная вуаль (черточки и точки).

Закрепленный таким образом на пластинке (или пленке) образец помещают в светонепроницаемую коробку и оставляют в темной комнате на все время экспозиции. Контуры образцов и аншлифов очерчивают острием иглы или засвечивают в момент снятия образца с пластинки (или пленки). Последняя операция требует некоторой осторожности во избежание вуалирования пластинки (или пленки) и производится путем включения на мгновение электрической лампочки в темной комнате; при этом необходимо следить, чтобы образец был плотно прижат к сверхчувствительному слою. Экспозиция. Продолжительность экспозиции при радиографических исследованпях зависит от интенсивности и природы радиоактивного излучения образца, а также от используемого фотоматериала. В каждом отдельном случае время экспозииии выбирают экспериментально. Ориентировочные данные о времени экспозиции при получении радиографии на рентгеновской пленке приведены ниже.

Активность, %-экв.урана в равновесии	Время	экспозиции, ч
80,0 50,0 63,0		6 8 10—12
7,0 9,7 7,9	•	24-26
2,9		48

Проявление и фиксирование. Под действием радиоактивных излучений в светочувствительном слое эмульсии образуется невидимое простым глазом скрытое изображение. Для его проявления экспонированную пластинку (или пленку) помещают в кювету с проявителем эмульсией кверху.

Состав проявителя (в граммах) на 1 л раствора приведен ниже.

Метол					1
Сульфит натрия кристаллический					40
Или сульфит натрия безводный					20
Гидрохинон	•	•		•	4
Поташ			•		19
Бромистый калий					1

Проявление ведут при температуре $+18-20^{\circ}$ С и заканчивают в течение 4—6 *мин*; более длительное проявление может вызвать появление общей вуали, вследствие чего тонкие детали изображения будут утрачены. По тем же причинам не следует часто вынимать проявленную пластинку (или пленку) из проявителя для рассматривания ее на просвет.

После окончания проявления раднографию в течение 3---5 мин промывают в струе чистой воды и переносят в фиксажный раствор.

Пластинку (или пленку) фиксируют 10—15 *мин* до полного исчезновения на просвет молочно-белой окраски; некоторое увеличение времени фиксирования не причиняет вреда эмульсии. Лучше всего пользоваться кислым фиксажным раствором следующего состава.

Вода Сульфит кристалличе Серная кислота конце	500 см ^я 50 г 5—6 см ^я		
	Раствор 2		
Вода Гипосульфит		500 см ⁸ 250 г	

После полного растворения реактивов раствор 1 вливают в раствор 2.

Следует отметить, что растворы проявителя и фиксажа должны фильтроваться.

После фиксирования радиографию следует промыть в проточной воде в течение 30—40 *мин*, затем высушить и с полученного негатива изготовить фотоотпечатки.

Все операции по обработке фотографических пластинок (или пленок) следует проводить в темной комнате при темно-красном освещении.

ГЛАВА 11

микрорадиография

Микрорадиографический метод был впервые предложен В. И. Барановым и др. (1935, 1944) для исследовання распределения микроскопических включений в горных породах. Дальнейшая экспериментальная и теоретическая разработка метода (R. J. Coppens, 1949, 1950; J. Curie, 1946) позволила использовать его также для количественного определения общей радиоактивности отдельных минеральных включений и для установления их природы па основании анализа длины следов альфа-частиц.

Важнейшим преимуществом микрорадиографии по сравнению с визуальной радиографией является значительно большая чувствительность, возможность количественной оценки радиоактивности, а также точной локализации радиоактивных минералов в шлифе путем совмещения шлифа и микрорадиографии при изучении руд и минералов. Существенна возможность определения радиоактивности в том случае, когда минерал не выделен в чистом виде, а лишь вскрыт плоскостью аншлифа или прозрачного шлифа.

Применение микрорадиографии значительно расширяет возможности изучения закономерностей распределения минералов радиоактивных элементов в рудах. Особенно большое значение имеет этот вид анализа при выявлении деталей взаимоотношений радноактивных минералов с нерудной составляющей вмещающих пород, что очень важно для решения вопросов обогащения и технологической переработки руд.

Микрорадиографический анализ осуществляется следующим образом. Плоскоотшлифоранную поверхность исследуемой породы или минерала накладывают на специальную фотографиче-
скую пластинку с толстым эмульсионным слоем и выдерживают на ней в течение определенного времени. Для исключения возможности смещения во время экспозиции образец помещают в специальное зажимное устройство или закрепляют на пластинке зажимом.

Однако при весьма малых включениях радиоактивных минералов описанный выше способ наложения исследуемого образца на пластинку не позволяет точно установить связь между радиоактивными включениями в шлифе и следами альфа-частиц на радиографии; в этом случае используют метод жидкой эмульсии, разработанный В. И. Барановым и Г. Тлеубергеновой (1956), по которому фотографическую эмульсию наносят непосредственно на поверхность исследуемого шлифа, благодаря чему обеспечивается максимально плотный контакт между чувствительным фотографическим слоем и исследуемой поверхностью образца и полностью устраняется ошибка, связанная с наличием воздушного слоя между фотопластинкой и шлифом породы во время экспозиции.

После химической обработки эмульсионный слой со шлифом просматривают под микроскопом, причем безошибочно обнаруживаются источники альфа-частиц, зарегистрированных на эмульсии. Кроме того, этот метод позволяет изучать шлифы с эмульсионным слоем при любом увеличении, что невозможно при использовании фотопластинок.

Метод жидкой эмульсии, незаменимый при исследовании микроскопических включений радиоактивных элементов, все же обладает некоторыми недостатками.

При химической обработке эмульсни вместе со шлифом исследуемая поверхность породы может быть нарушена, причем степень нарушения зависит от состава исследуемого образца. В случае темного фона поверхности шлифа просмотр следов альфачастиц на эмульсни в проходящем свете значительно затрудняется, а иногда оказывается невозможным.

Для минералогических исследований шлифа необходимо снять эмульсионный слой, что не всегда возможно без нарушения поверхности шлифа. Кроме того, техника проведения анализа с применением жидких эмульсий значительно сложнее, чем с использованием фотопластинок, и не всегда удобна практически.

По указанным причинам при массовых минералогических исследованиях более широко используется метод микрорадиографии с применением толстослойных фотопластинок.

Характеристика фотографических эмульсий. Эмульсии, применяемые в настоящее время для регистрации заряженных частиц, отличаются от обычных фотоэмульсий двумя особенностями:

1) отношение количества галондного серебра к количеству желатины в них приблизительно в 8 раз больше;

2) толщина слоя, как правило, в 10-100 раз больше.

Для микрорадиографического анализа используют специальные толстослойные фотографические эмульсии типа А-2; при качественном анализе можно использовать также эмульсии типа MP¹.

Концентрация галоидного серебра в указанных эмульсиях очень высока, и они обладают высокой чувствительностью к альфаизлучению. Характерной особенностью таких эмульсий является однородность зерен галоидного серебра по размерам и форме.

Основные характеристики эмульсий А-2 и МР приведены в табл. 5. 1.

Таблица 5.1

Тып фотомате- риада	Толшина эмуль- свонного слоя жк	Концинтраиня галовиного се- ребра в слое, %	Средний диаметр проявленного ¹ зерна, жк	Вид регистрируемого радноактивного излучения	Срок годности, месяцы	Использование
А-2 МР	50—60 5—10	8586 8586	0,34 0,44	Альфа-частицы и осколки деления Электроны с энергией выше 200 <i>кэв</i> и альфа-	6—8 2	Для качественного и количественного анализа Для качественного анализа
				частицы		

Характеристика фотоматериалов А-2 и МР

Если экспонированная пластинка не проявляется тотчас же после экспозиции, в эмульсиях типа А-2 и МР происходит регрессия ². Чем больше интервал времени между окончанием экспозиции и началом проявления, тем эаметнее исчезновение скрытого изображения. Процесс регрессии ускоряется при повышенных влажности и температуре, поэтому необходимо, чтобы во время экспозиции пластинок температура была низкой (порядка 10— 12° С), воздух сухим и атмосферное давление нормальным. Этого легче есего достигнуть, помещая пластинки в эксикатор, который хранится в холодильнике. При длительной экспозиции (более 10 суток) ослабления регрессии экспонируемые пластинки следует помещать в атмосферу азота; при этом следы альфа-частиц практически не исчезают в течение 30 суток (Г. Тлеубергенова, 1956).

¹ Изготовляются фабрикой № 2 фотопластинок Управления химической промышленности Мосгорсовнархоза.

² Явление регрессии, заключающееся в исчезновении следов альфа-частиц в непроявленных эмульсиях со временем, обусловлено в основном окислением центров скрытого изображения кислородом воздуха; оно зависит от температуры, влажности, состава окружающей среды и давления.

Хранение пластинок. До экспонирования пластинки должны храниться в сухом, хорошо вентилируемом помещении при температуре не выше 18° С.

Эмульсии типа МР, чувствительные к электронам, непрерывяю регистрируют космические и радиоактивные излучения; срок их годности не более 2 месяцев, после чего они из-за большого фона становятся непригодны для исследования микроструктур. Однако для характеристики микроструктуры эти пластинки можно кс-пользовать и более, чем через 2 месяца. Эмульсии типа А-2 можно хранить 6-8 месяцев.

ХХХ. ТЕХНИКА ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОРАДИОГРАФИЙ

Микрорадиографическому анализу могут быть подвергнуты образцы пород, руд и минералов в виде прозрачных шлифов и аншлифов, а также отдельных минеральных зерен.

37. Микрорадиография с использованием фотопластинок

Подготовка исследуемого материала заключается в приготовлении полированных или прозрачных шлифов, а в случае необходимости исследования отдельных минеральных зерен специальных препаратов из них.

Полированные шлифы готовят стандартным способом. Для фиксирования положения образца на фотопластинке один край его отшлифованной поверхности срезают под прямым углом.

Прозрачные шлифы приготовляют для микрорадиографического анализа обычным способом, но не покрывают покровным стеклом. Если шлиф уже покрыт стеклом, его можно снять, немного подогрев на газовой горелке, свечке или спичке; после этого необходимо тщательно промыть поверхность шлифа бензолом, чтобы растворить имеющийся на нем бальзам, который вызывает потемнение эмульсии.

Отдельные минеральные зерна должны быть наклеены на предметное стекло (лучше с использованием желатины).

Для микрораднографического анализа обычно требуются фотопластинки размером 3×4 см, тогда как их стандартный размер -9×12 см. Для резки пластинок необходимы специальный стелик и алмаз. Столик представляет собой эбонитовую рамку, внутренний размер которой несколько меньше соответствующего размера пластинок; пластинку накладывают на столик эмульсией вниз, так, чтобы только ее края шириной примерно 1 мм ложились на выступ рамки.

Препарат закрепляют на фотографической пластинке с помощью специального зажима и помещают в ящик для экспонирования размером 30×30×20 см, изготовляемый из металла или дерева; внутреннюю его поверхность зачерняют или оклеивают черной бумагой. Ящик закрывают плотной крышкой, лучше двойной, чтобы внутрь не мог проникнуть свет.

После экспонирования (перед проявлением) часть пластинки со шлифом закрывают черной бумагой, а края засвечивают с помощью электрической лампы мощностью не более 15 вт¹. Для засвечивания фотопластинок приспосабливают ящик, в верхнюю стенку которого вставлено стекло, а внутри помещена матовая электрическая лампа. Шлифы с пластинками кладут на стекло горизонтально шлифом вниз и пластинку засвечивают путем включения электрической лампочки па 1 сек.

Все операции с экспонируемыми пластинками (а также их хранение) производят в темной комнате при слабом красном или зеленом освещении. Источником красного света может служить обычный фотографический фонарь с темно-красным фильтром. Поскольку при излишнем освещении красным светом на пластинке образуется вуаль, целесообразнее пользоваться желто-зеленым светом, применяя матовый желто-зеленый фильтр № 117 или 118 размером 13×18 см и лампу мощностью 25 вт.

Продолжительность экспозиции зависит от радиоактивности исследуемого образца и от характера анализа.

Микрорадиографический анализ состоит из двух этапов: качественного, который дает возможность выяснить присутствие на исследуемой поверхности радиоактивных элементов и характера их распределения, и количественного, с помощью которого обпределяют активность выделенных на исследуемой поверхности радиоактивных проявлений.

В первом случае требуется значительная экспозиция, чтобы получить совершенно четкую картину распределения радиоактивпых элементов на исследуемой поверхности. Для выделения включений радиоактивных минералов, если последние содержат не менее 0,5% урана, достаточна экспозиция в течение 5—6 суток. Если же на исследуемой поверхности не имеется отдельных включений радиоактивных минералов, то эта экспозиция вполпе достаточна для того, чтобы по полученной плотности следов альфачастиц определить характер распределения радиоактивных минералов в материале, содержащем не менее 0,1% урана.

В случае, когда исследованию подвергаются породы, содержащие несколько тысячных долей процента урана, экспозиция должна быть более длительной — 18—20 суток.

При количественном микрорадиографическом анализе время экспозиции следует подбирать экспериментально. Экспозиция должна быть такой, чтобы в поле зрения микроскопа оказалось достаточное для подсчета количество следов альфа-частиц (не меньше 2—3 и не больше 40—50 в поле зрения размером около 0,02 мм²).

¹ Предложено И. П. Баталовым.

Ориентировочные экспозиции (по экспериментальным данным) приведены ниже.

	Суммарная	активность,% урана		f Bj	еобходимое ремя экспо- зиция, ч
7045					0,3
4020 2015					0,75 1,0
15-10	• •				1,5
5-1			•	•	3,0
10,5				•	4,05,0

При исследовании образца приходится, как правило, делать с него две микрорадиографии: одну — для качественного анализа при экспозиции 5—6 суток, вторую — для количественного анализа при экспозиции от нескольких минут до нескольких часов (в зависимости от радиоактивности).

38. Микрорадиография при использовании жидких эмульсий 1

При использовании для микрорадиографии толстослойных эмульсий не всегда удается получить тесный контакт поверхности образца со светочувствительным слоем. В некоторых случаях между ними остается незначительная прослойка воздуха, влияющая на расположение следов частиц в эмульсионном слое.

Кроме того, при использовании контактной микрорадиографии методы совмещения микрорадиографии с образцом (засвечивание контура образца, координатный метод и др.) достаточно точны.

Наиболее тесный контакт между поверхностью исследуемого образца и эмульсией создается при нанесении жидкой эмульсия на поверхность исследуемого образца; это позволяет одновременно просматривать и микрораднографию и поверхность исследуемого образца с увеличением в 800 раз.

Порядок работы при применении этой методики следующий. Нанесение подслоя на поверхность шлифа. Эту операцию производят при температуре 25—27°С методом купания, после чего шлиф сушат в вертикальном положении; эту операцию повторяют дважды. Подслой (обычно толщиной 2—3 мм) имеет следующий состав.

Вода дистиллированная	. 90 мл
Желатин	. 0,33 <i>e</i>
Квасцы хромовые (3%-ный раствор)	.0,5 »
Тимол (3%-ный спиртовой раствор)	. 10 мл

Если нет тимола, можно взять другой антисептик (например, фенол).

¹ Составлено по данным НИКФИ и работе В. И. Баранова и Г. Тлеубергеновой (1956).

При изготовлении подслоя сначала плавят желатин в воде при температуре 35°С и затем при перемешивании медленно вводят растворы в следующей последовательности: квасцы, тимол. Подготовленный подслой фильтруют через бумажный фильтр.

Следует отметить, что подслой не выдерживает длительного хранения, поэтому его нужно готовить в небольших количествах непосредственно перед работой.

Подготовка эмульсии к поливу. Для предотвращения набухания эмульсионного слоя при обработке перед нанесением на шлиф эмульсию необходимо задубить. Это достигается введением соответствующих добавок: смеси спирта с глицерином (1:3) и смеси ацетата хрома (10%-ный раствор) с 4%-ным раствором безводного Na₂CO₃. Эмульсию плавят в водяной бане при температуре 40° С медленно перемешивая. Добавки вводят в определенной последовательности: сначала смесь спирта с глицерином, а затем дубитель. Дубитель добавляют по каплям при непрерывном перемешивании. На 100 см³ эмульсии расходуют 4 мл смеси спирта с глицерином и 1,5 мл дубителя.

Перед введением в эмульсию приготовляют смесь растворов ацетата хрома и соды в соотношении 1 : 1 и разбавляют дистиллированной водой в 6 раз; в 100 *мл* эмульсии вводят 1,5 *мл* смеси.

Перед поливом прозрачных шлифов породы жидкой эмульсией ¹ поверхность шлифа очищают этиловым спиртом и шлиф помещают на горизонтальную плоскость. При поливе на пластинку размером 9×12 см обычно наносят 5,5 см³ расплавленной эмульсии для получения фотографического слоя толщиной 50 мк. На шлифы, площадь которых составляет 5 см², эмульсию наносят, исходя из этого расчета; двумя способами.

Нанесение жидкой эмульсии каплями.

На шлифе отмечают площадь размером 5 см², в которую входят вся поверхность шлифа и небольшая часть стекла вокруг шлифа породы. На отмеченный участок наносят 5—6 капель жидкой задубленной эмульсии (при температуре 30—35° С) и равномерно распределяют по всей площади. Распределение эмульсии по поверхности следует производить быстро, так как в противном случае толщина слоя эмульсии становится неравномерной. После сушки нанесенный таким образом слой эмульсии имеет толщину 22—26 мк; в результате химической обработки она уменьшается до 11—13 мк.

Покрытые эмульсией шлифы породы высушивают при комнатной температуре в течение 1—1,5 суток. Опыт показал, что этот способ нанесения эмульсии на шлифы вполне пригоден для использования при изучении распределения радиоактивных элементов в породах.

¹ Способы нанесения эмульсии па подложку находятся в стадии разработки, поэтому трудно указать, какой из применяемых способов лучше.

Полив шлифов породы разбавленной эмульсией. В этом случае жидкую эмульсию перед поливом разбавляют дистиллированной водой комнатной температуры в отношении 1:1¹; в дистиллированную воду предварительно вводят 1 мл 10%-ного раствора бромистого калия на 1 л воды.

После разбавления эмульсию фильтруют через слой батиста, смоченного дистиллированной водой. В связи с тем, что разбавленная эмульсия хранится хуже, для полива приготовляют небольшое ее количество; оставшуюся часть хранят в холодильнике. На исследуемый образец эмульсию наносят методом купания в разбавленном растворе.

Покрытые эмульсией шлифы породы, как и в первом случае, сушат в течение 1—1,5 суток. Толщина фотографического слоя эмульсии после сушки колеблется в пределах 20—30 мк и при многократном купании может быть доведена до 40—50 мк.

После сушки покрытые эмульсией шлифы аккуратно завертывают в черную бумагу и сохраняют в течение необходимого времени в эксикаторе для обеспечения постоянной влажности эмульсионного слоя. Время экспозиции определяется экспериментатором в зависимости от радиоактивности испытуемого образца.

Удаление эмульсионного слоя с поверхности прозрачиого шлифа породы. Если необходимо снять эмульсионный слой с поверхности шлифа породы, покрытые эмульсией шлифы пропитывают водой в течение 1—2 ч при комнатной температуре, а затем на 10—15 мин погружают в подогретую до 36—37° С воду. После этого поверхность шлифа осторожно протирают ватой в той же воде; эмульсия легко отделяется.

39. Химическая обработка эмульсионного слоя типа A-2 и MP на жесткой подложке

При обработке эмульсии необходимо, чтобы эмульсионный слой проявился полностью и равномерно. Это достигается применением одной из описанных ниже методик обработки с использованием амидолового проявителя.

Первая (ускоренная) методика.

1-я стадия — проявление в проявителе следующего состава:

сульфит натрия кристаллический	25 г
амидол	6 »
бромистый калий	2 »
вода	до 1 л

Продолжительность проявления при температуре 22 ± 1° С 25 мин.

¹ Для более равномерного нанесения слоя на препарат, чувствительность эмульсий при этом не изменяется.

При более высокой температуре образуется вуаль и эмульсия окрашивается в коричневый цвет, что затрудняет анализ полученных микрорадиографий под микроскопом.

2-я стадия — тщательная промывка проявленных пластинок в воде в течение 3-5 мин и затем 10-15-минутная стоп-ванна из 1%-ного раствора уксусной кислоты (температура 5-7° С).

З-я стадия — снятие черного налета путем легких движений по поверхности эмульсии смоченного в дистиллированной воде ватного тампона в течение 1-2 мин.

4-я стадия — фиксирование в 40%-ном растворе гипосульфита натрия (температура 5-7° С) в течение 90 мин.

5-я стадия — промывка в водопроводной воде.

6-я стадия — сушка без циркуляции воздуха в течение 120 мин. Вторая методика. 1-я стадия — пропитывание пластинки дистиллированной во-

дой при температуре 20-22° С в течение 10 мин.

2-я стадия — проявление в проявителе следующего состава:

2,5 2* амидол , 10,0 » сульфит натрия безводный , до 1 л вода

Доведение рН проявляющего раствора до нужной величины (6,8) осуществляется добавлением в проявитель необходимого количества лимонной кислоты (обычно 0,4-0,6 г); контроль осуществляется по потенциометру. Продолжительность проявления при температуре $22 \pm 1^{\circ}$ С 10 мин.

3-я стадия — стоп-ванна из 0,5%-ного раствора уксусной кислоты с pH = 3,4 (температура 5-7° С) в течение 10 мин.

4-я стадия — снятие черного налета в течение 1-2 мин.

5-я стадия — фиксирование в растворе следующего состава:

метабисульфит калия (5% -ный раствор) для подкисления фик-5 cm³ сируемого раствора до рН = 5,8. . до 1 л вода ...

Время фиксирования при температуре 5-7° С 90-120 мин; фиксаж необходимо менять через каждые 30 мин.

6-я стадия — промывка в водопроводной воде (температура 9—10°С) в течение 120 мин.

7-я стадия — промывка в 2%-ном водном растворе глицерина (температура 9—10° С) в течение 5—10 мин.

8-я стадия — сушка без циркуляции воздуха в обеспыленном помещении при комнатной температуре.

^{*} Если при растворении амидола в воде выпадает черный осадок, то для приготовления проявителя необходимо брать 3 г амидола; проявитель готовится иепосредственно перед употреблением.

ні. Химическая обработка эмульсионного слоя, панесенного на шлифы породы

При обработке змульсий, нанесенной на шлифы, следует обратить винмание на полноту и равномерность проявления эмульсвоиного слоя по глубине. Обларужить следы альфа-частиц можно только при таком проявлении эмульсионного слоя, так как они входят в эмульсию со стороны шлифа породы. Равномерное прошление эмульсионного слоя по глубине достигается при помощи амидолового проявителя.

Режим обработки.

1-я стадня — пропитывание дистиллированной водой при температуре 20-22° в течение 5 мин.

2-я сталля — проявление при температуре 22 ± 1°С в течение 20-25 мин.

Бл стадия — промывка в воде в течение 3—5 мин.

-состаля» сущие без циркуляции воздуха в обеспыленном спортовлении стор температуре 18—20° С. Если при сушке эмуль спортовление пем сбразуются пузыри, необходимо ввести сталис спартовой сущие (выдерживание в 5%-ном растворе глицетовит в 73%-ном спирте при температуре 10—12° С в течение 15—20 мин), после чего производить воздушную сушку. В результоте спиртовой сущие эмульсионный слой иногда принимает молочно-белую окраску, которая пропадает при высыхании слоя.

При химической обработке эмульсионного слоя необходимо следить. чтобы в кювету с проявителем не попал фиксажный раствор и наоборот, так как в этом случае на нем появляются пятна.

Составляя проявитель и фиксаж, необходимо обращать винмание на чистоту химических реактивов, особенно на качество сульдита натрия. Все растворы необходимо готовить на дистиллирозанной воде и тщательно фильтровать их.

Амидоловые проявители быстро окисляются, поэтому их нужно притотовлять в небольших количествах непосредственно перед улотреблением.

ХХХІ. АНАЛИЗ МИКРОРАДНОГРАФИЙ

Азализ микрорадиографии выполняется в два этапа. На перим (уалественисм) этапе их бегло просматривают под мпкроскоим для вияснения характера распределения радноактивных миистралов на исследуемой поверхности. На втором этапе производетья холичественный анализ микрорадиографий. При качественном анализе микрорадиографий фотографическую пластинку закладывают эмульсией вверх в зажимы подвижного столика микроскопа и рассматривают при увеличении × 50—100. При этом увеличении трудно заметить отдельные следы альфачастиц, но можно отчетливо установить общий характер распределения радиоактивных включений.

Обнаружение радиоактивных проявлений. Исследование заключается в достаточно медленном передвижении пластинки на столике в одном направлении и рассматривании ее. При этом необходимо выяснить, равномерно ли распределены следы альфа-частиц, которые различаются в виде серых пятен различного размера. Положение всех скоплений следует отметить, записав координаты их по столику. При большом увеличении следует убедиться в том, что эти серые пятна действительно являются скоплениями следов альфа-частиц, которые особенно хорошо заметны по краям потемнения в виде характерного ореола. Из-за наличия ореола альфа-частиц отпечаток радиоактивного включения оказывается больше его действительных размеров.

Увеличение размеров отпечатка (порядка 30—40 *мк*) зависит от энергии излучаемых альфа-частиц, угла их падения в эмульсии, размеров включения и толщины эмульсионного слоя.

Сопоставление изображений. На первом этапе анализа важно не только обнаружить радиоактивные проявления на исследуемой поверхности аншлифа или прозрачного шлифа, но и выяснить, с чем они связаны. Для этого в случае исследования аншлифов один край образца обязательно срезают под прямым углом и при наложении на эмульсию совмещают с одним из углов пластинки. При анализе этот угол можно использовать как начало координат и по отношению к нему определять, пользуясь подвижным столиком, положение любого потемнения, связанного с действием радиоактивного минерала.

В случае анализа прозрачных шлифов удобно одновременно рассматривать и шлиф и микрорадиографию; при этом один из препаратов нужно рассматривать со стороны стекла; таким образом удобнее рассматривать микрорадиографию, поместив ее над прозрачным шлифом на расстоянии 1—2 мм. Если прозрачный шлиф правильно расположен относительно микрорадиографии, обнаруженное на последней потемнение сразу может быть сопоставлено с соответствующим ему минеральным включением в шлифе; для этого достаточно изменить фокусное расстояние микроскопа, чтобы четко увидеть в поле зрения поверхность прозрачного шлифа.

Описанное выше частичное засвечивание фотопластинок перед проявлением дает возможность совместить их со шлифом настолько точно, чтобы выделить радиоактивные включения размером

20—30 мк. Следует отметить, что этот анализ можно проводить только с первым объективом (т. е. при увеличении порядка ×50—60).

При весьма малых включениях радиоактивных минерадов, когда контактный способ наложения фотографической пластинки на исследуемый образец не позволяет точно установить связь радиоактивных включений в шлифе со следами альфа-частиц на пластинке, удобнее использовать метод жидкой эмульсии.

§ 43. Количественный анализ

Для количественных определений радиоактивности выявленных радиоактивных включений применяют увеличение порядка ×500. При этом увеличении в поле зрения микроскопа четко видны отдельные следы альфа-частиц. Отличить следы альфачастиц от царапин на поверхности эмульсии, имеющих с ними большое сходство, удается лишь по расположению их в эмульсии: следы альфа-частиц уходят в глубь эмульсии, что хорошо заметно при небольшом перемещении тубуса микроскопа; царапина при этом исчезает из поля зрения полностью, а след альфа-частицы лишь частично.

Для подсчета следов удобно, чтобы поле зрения микроскопа имело квадратную форму. Площадь поля зрения должна быть измерена с помощью объект-микрометра (при увеличении ×500 она составляет примерно 0,02 мм²). Если следы альфа-частиц расположены более или менее равномерно по всей исследуемой площади, достаточно исследовать пластинку в двух взаимно перпендикулярных направлениях (т. е. один горизонтальный и один вертикальный ряд), чтобы с достаточной точностью определить среднюю плотность следов альфа-частиц. Если же следы образуют скопления, необходимо исследовать каждое из них, определить его размеры и распределение в нем следов альфа-частиц.

Определение плотности следов осуществляют путем подсчета их количества последовательно в каждом поле зрения.

Следы альфа-частиц в эмульсии имеют различные пробеги от пулевых до максимальных, так как альфа-частицы попадают в эмульсию не только с самой поверхности, но и из глубины минерала и тратят часть энергии на пробег в минерале. Поэтому необходимо выбрать минимальную длину следа альфа-частицы и при апализе всегда производить-подсчет, начиная со следа этой длины, который должен содержать не менее 5 зерен, что примерно соответствует пробегу в эмульсии 7 мк.

В зависимости от размеров радиоактивных включений количество исследуемых полей зрения может быть различным. Если размеры включений достаточно велики (не менее нескольких миллиметров), рекомендуется просмотреть 100 полей зрения.

Запись следует производить по следующей схеме (табл. 5. 2).

После окончания подсчета определяют общее количество следов альфа-частиц на всей исследуемой площади. По величине экспозиции, при которой получена данная микрорадиография, и размеру общей площади исследования можно рассчитать количество следов альфа-частиц на единицу площади в единицу времени (плотность следов альфа-частиц). Поскольку эта величина пропорциональна суммарной альфа-активности исследуемого образца, ее можно использовать для приблизительной количественной оценки его радиоактивности.

Таблица 5.2

Определение радиоактивности образца выполняют обычно относительным методом — путем плотности сравнения следов альфа-частиц образца и эталонного минерала. Абсолютный метод, требующий сложных дополнительных определений, в практике используется редко.

Применение относительного метода определения суммарной

радиоактивности образца требует наличия минерала-эталона. Микрорадиографию минерала-эталона и образца приготовляют одновременно на разных частях одной и той же фотографической пластинки.

В качестве эталона можно использовать любой однородный по составу минерал, в котором содержание урана определено химическим методом. Лучше иметь несколько минералов с различным содержанием урана.

Для определения радиоактивности достаточно сравнить плотность следов исследуемого минерального включения и эталонного минерала и по простой пропорции определить искомую активность. Чтобы не применять при каждом определении эталон, можно определить по эталену чувствительность к альфа-излучению для пластинок данного типа, т. е. количество следов альфа-частиц, соответствующих 1% урана, и использовать эту величину в качестве пересчетного коэффициента при определении активности.

Экспериментально установлено, что для фотографических эмульсий типа А-2 количество следов альфа-частиц, соответствующих содержанию 1% урана, остается практически постоянным и составляет 46-48 альфа-частиц

В качестве контроля рекомендуется каждый раз при смене эмульсии определять чувствительность к альфа-излучению.

Пример. Требуется рассчитать суммарную активность исследуемого образца при микрорадиографическом анализе. Если плотность следов альфа-частиц исследуемого минерала оказалась

№ поля зрения	Площадь поля зрения, мм ²	Количество следов альфа- частиц
1 2 3	0,0225 0,0225 0,0225	15 16 17
100	0,0225	 14

равной 1250 <u>мм²."</u> и для пластинок данного типа содер. жанню 1% урана соответствует 46 <u>ельфа-частин</u>, то активность исследуемого материала будет эквивалентна $\frac{1250}{46} = 26,6\%$ урана. Если в исследуемом материале предполагается присутствие определенного радиоактивного минерала, в качестве эталона рскомендуется брать именно этот материал. Расчет радиоактивности

$$\Lambda = Q_{\mathfrak{s}} \frac{d_{\mathfrak{n}}}{d_{\mathfrak{s}}}, \qquad (5.1)$$

где d_n — плотность следов альфа-частиц исследуемого минерала; d_s — плотность следов альфа-частиц эталонного минерала; Q_s — содержание радиоактивных элементов в эталонном минерале.

в этом случае производят по формуле

При количественном микрорадиографическом анализе, кроме определения плотности следов альфа-частиц, следует обращать внимание на характер следов, а именно на их длину, которая зависит от природы радиоактивного излучения.

Природу радиоактивного излучения при микрорадиографическом анализе определяют по результатам измерения под микроскопом длины следов альфа-частиц, попавших в эмульсию с исследуемой поверхности.

Наибольшая длина пробега в урано-радиевом семействе отмечается у альфа-частиц радия С' (6,87 см), в ториевом ряду тория С' (8,53 см) и в актино-урановом ряду — актиния А (6,42 см). Альфа-частицы с большей длиной пробега можно не учитывать из-за их малого выхода. Согласно имеющимся данным (Г. Тлеубергенова, 1959) средняя длина пробега альфа-частиц в фотоэмульсии типа А-2 № 2289 НИКФИ равна для RaC' 38,5 мк, а для ThC' 47,3 мк; таким образом, разница 9 мк позволяет достаточно четко отличить следы альфа-частиц ThC' от следов альфа-частиц RaC'.

И. Кюри (1946) теоретически доказала возможность определения альфа-методом отношения Th/U в толстых слоях минерала. Для этого она использовала формулу Эванса для значений $a_{\rm B}$ числа альфа-частиц, излучаемых в 1 сек насыщенным для альфа-частиц слоем пробы площадью 1 см²:

$$a_{\rm H} = \frac{a_{\rm V}}{4} \, k \, (R_0 - \varrho), \tag{5.2}$$

где a_V — число альфа-частиц, излучаемых 1 см³ вещества в 1 сек; R_0 — пробег альфа-частиц в воздухе; Q — минимальный остаточный пробег, который может быть зафиксирован; k — коэффициент = $\frac{R}{R_0}$ (где R — пробег альфа-частиц в исследуемом веществе); для данной фотоэмульсии k согласно выражению (3. 24) величина постоянная. Если радиоактивное вещество одновременно содержит торни, уран и актиноуран, то самые длинные следы будут принадлежать альфа-частицам, испускаемым ThC'.

Число альфа-частиц, которые имеют пробег в воздухе более 7 см и, несомненно, принадлежат ThC', согласно формуле Эванса равно

$$a_{\rm II}(7) = 0,663 \frac{a_{V, \rm Th}}{4} k(8,53-7),$$
 (5.3)

где 0,663 — выход альфа-частиц с данным пробегом.

Число альфа-частиц с пробегом в воздухе больше 5,8 см составляет

$$a_{R(5,8)} = 0,663 \frac{a_{V, \text{Th}}}{4} k (8,53 - 5,8) + \frac{a_{V, \text{U}}}{4} k (6,87 - 5,8) + \frac{a_{V, \text{U}}}{4} k \cdot 0,04 (6,42 - 5,8).$$
(5.4)

Частицы с длиной пробега в воздухе от 5,8 до 7 см принадлежат RaC', AcA; частично это — альфа-частицы ThC, замедленные в слое исследуемого вещества. Их число определяют — как разность между $a_{\rm H}$ (5,8) и $a_{\rm B}$ (7), т. е.

$$a_{\rm H}(5,8-7) = 0,663 \frac{a_{V.\rm Th}}{4} k \cdot 1,73 + \frac{a_{V.\rm U}}{4} k \cdot 1,10.$$
 (5.5)

Разделив уравнение (5.5) на (5.-3), найдем

$$\frac{a_{\rm H}(5.8-7)}{a_{\rm H}(7)} = 0.8 + 1.1 \frac{a_{\rm V. U}}{a_{\rm V. Th}}.$$
(5.6)

На основании данных табл. З. 1 и формулы (З. 21)

$$\frac{a_{V,U}}{a_{V,Th}} = 3 \frac{Q_U}{Q_{Th}}.$$
(5.7)

Из выражений (5. 6) п (5. 7) получим окончательно

$$\frac{Q_{\rm Th}}{Q_{\rm U}} - \frac{3.3}{\frac{a_{\rm H}(5.8-7)}{a_{\rm H}(7)} - 0.8}.$$
(5.8)

Формула (5.8) позволяет вычислить по числу следов альфачастиц, обладающих соответствующими пробегами, отношение Th/U в образце.

Практически при определении длины следа альфа-частиц в эмульсии ограничиваются измерением только проекции следа па поверхность эмульсии. Эти измерения проводят следующим образом: в микроскоп вместо обычного окуляра вставляют окуляр-микрометр с подвижной шкалой; шкалу окуляра-микрометра (в микронах) градуируют с помощью микрометра. По цене деления шкалы окуляра-микрометра и пересчетному коэффициенту можно определить количество делений шкалы, соответствующее минимальной длине следа альфа-частицы в эмульсии. Полагая, что пробег альфа-частицы в воздухе, равный 1 см, соответствует пробегу этой же альфа-частицы в эмульсии, равному 6 мк, находим

$$k = \frac{6 \cdot 10^{-4}}{1} = 6 \cdot 10^{-4}.$$

Если пробег альфа-частиц в воздухе составляет 5,8 см и более, длина следа этих альфа-частиц в эмульсии равна 34,8 мк и более. В каждом поле зрения определяют длину следов альфа-частиц с таким пробегом. Измерения производят только для тех следов, которые идут по поверхности эмульсии или располагаются к ней под небольшим углом. Такое ограничение не окажет влияния на величину $\frac{a_{\rm H}(5.8-7)}{a_{\rm R}(7)}$, а следовательно, на отношение $\frac{Qa_{\rm Th}}{Qa_{\rm U}}$, если точно установить и поддерживать постоянной величину наклона.

При исследовании каждого минерала рекомендуется измерять длины порядка 100 следов альфа-частиц. По количеству измеренных следов, пробег которых в эмульсии больше 42 *мк* (что соответствует пробегу в воздухе более 7 *см*), определяют величину $a_{\rm g}(7)$.

Затем вычисляют разность между общим количеством измеренпых следов и величиной $a_{\rm H(7)}$. Эта разность соответствует количеству следов альфа-частиц, пробег которых в эмульсии колеблется между 34,8 и 42 *мк* (что соответствует в воздухе пробегу 5,8—7 *см*), т. е. определяется величина $a_{\rm H(5,8-7)}$. После этого по формуле (5.8) вычисляют отношение Th/U. Наблюдения записывают по следующей форме.

№ поля арения	Порядковый номер следа	Отсчет по шкале окуляра-микрометра	Длина следа, <i>мк</i>	Примечавие

41. Погрешности в определении отношения Th/U и порог чувствительности микрографического метода

Погрешности в определении количества радиоактивных элементов по счету следов альфа-частиц в эмульсии в основном обусловлены статистической природой радиоактивного распада, а также варнациями числа фоновых следов альфа-частиц, возникших в результате радиоактивных загрязнений эмульсии и окружающей среды. Эти погрешности тем меньше, чем больше число альфачастиц с большой длиной пробега испускает исследуемый объект и чем меньше вариаций фоновых следов. Влияние радиоактивных загрязнений в свежеприготовленных фотопластинках невелико.

По данным Г. Тлеубергеновой (1959) количество фоновых следов, приходящихся на 1 cm^2 поверхности эмульсии типа A-2, через і месяц после изготовления составляет около 40, что соответствует 10⁻⁷% U; через 3 месяца это число увеличивается приблизительно до 100 частиц на 1 cm^2 .

В старых фотоэмульсиях, сохраняемых 5--6 месяцев и более, влияние фоновых следов значительно (около 220 на 1 см²). Чтобы снять эти следы, фотопластинки в течение 15 ч выдерживают в термостате в атмосфере насыщенных паров воды при температуре 35° С; в результате этого фоновые следы альфа-частиц подвергаются искусственной регрессии. При этом они снимаются с поверхностного слоя эмульсии почти полностью и только частично сохраняются в ее нижних слоях. При соблюдении некоторых условий (использование свежих недавно приготовленных фотопластинок, помещение их в атмосферу азота для уменьшения регрессии, снятие фона путем выдерживания в атмосфере насыщепных паров воды и др.) экспозицию можно увеличивать до нескольких месяцев и таким образом обнаруживать активность объектов с весьма малым содержанием радиоактивных элементов.

Порог чувствительности фотографического метода ограничивается фоновыми следами альфа-частиц, которые обусловлены примесями радиоактивных элементов, содержащихся в эмульсии, стеклянной подложке и атмосфере. Для учета этого влияния применяют контрольные пластинки, по которым можно определять число фоновых следов-на 1 см² и вносить соответствующую поправку.

При использовании свежеприготовленных эмульсий порог чувствительности определений составляет 5.10⁻⁵%.

Измерения с учетом фона при экспозиции, равной двум месяцам, позволяют определять содержание радиоактивных элементов в объекте исследования до $5 \cdot 10^{-4}$ %. Чтобы установить отношение Th/U, активность должна быть много выше (приблизительно $5 \cdot 10^{-3}$ % эквивалентного урана).

42. Факторы, оказывающие влияние на качество радиографий

Эти факторы могут быть связаны с химическими реакциями, происходящими в эмульсии, с помехами от люминесценции, с псевдофотографическим эффектом, а также с действием давления. Однако нужно иметь в виду, что указанные причины в основном влияют на качество радиографий, полученных с использованием обычных фотографических материалов; радиографии и микрорадиографии, полученные на мелкозернистых эмульсиях для альфачастиц (т. с. на эмульсиях ядерного типа), в значительной степени лишены этих недостатков.

Из химических реакций, происходящих в эмульсии, можно отметить действие газообразного сероводорода или растворов серинстых металлов на соединения серебра, в результате которого образуются коричневые пятна сериистого серебра, не растворимые в фиксаже. На этой реакции основан метод обнаружения включений сериистого железа и марганца в стали. Однако по данным работы Н. Jagoda (1949) после 50-суточной экспозиции на пластинках с мелкозериистой эмульсией для альфа-частиц никаких признаков химической реакции между поверхностью обычных сериистых минералов и веществом эмульсии не было сбнаружено.

Некоторые минеральные фосфоры фотолюминесцируют при действии солнечного света и при продолжительном контакте со светочувствительной эмульсией вызывают ее почернение. Разновидности серпистого цинка (например, вурцит), а также разновидпости флюорита (хлорафон и антозит) активируются ультрафиолетовой частью солнечных лучей. Воздействие на фотографическую пластинку люминесценции этих минералов может быть ошибочно принято за доказательство их радиоактивности.

Бромосеребряные эмульсии ядерного типа мало чувствительны к свету. Исследование их свойств показывает, что они не чернеют в результате фотолюминесценции минерала, даже если их подвергают воздействию этих лучей тотчас же после возбуждения сильным фотолюминесцирующим источником ультрафиолетовых лучей.

Псевдофотографический эффект является серьезной помехой при радиографии, особенно в случае изучения слабых источников излучения, для регистрации которых требуются и большие экспозиции и высокочувствительные эмульсии. Этот эффект может быть обусловлен воздействием на фотографическую эмульсию перекиси водорода, которая образуется в результате окисления свежеобработанной поверхности и способности некоторых органических ссединений (например, канадского бальзама, древесины, льняного масла и шеллака) образовывать во влажной атмосфере перекисные соеданения. Действие перекнси водорода на эмульсию аналосично действию света; эмульсии, более чувствительные к свету, легче активируются следами этого ссединения.

Чтобы устранить возможность образования перекиси водорода, несблоднию выбрать соответствующие материалы для креплевия сбразаа, а также конструкцию камеры (ящих) для эксповирования. В качестве держателей тонких срезов нельзя употреблять канадихий бальзам, сургуч и смолы. Креме того, для изготовления штатизсв и камер, применяющихся во время эконозиции, рехоменлуется эместо древесним использовать илистих.

Кроже серекион водорода, вуалирующими сройствама обладат другие вещества, которие могут сооцавать в салондосеребряных эмульсиях такие же центры проявления, как свет. В их числе надо указать гипофосфиты, оловянные соли и мышьяковистые соединения.

Почернение некоторых эмульсий после проявления вызывает внешнее давление. При нормальном проявлении плотность изображения меняется с давлением, но почти не зависит от продолжительности его приложения. Изучая процесс проявления скрытого изображения, создаваемого давлением в обычных галоидосеребряных и сенсибилизированных к красным лучам эмульсиях, можно увидеть, что для создания измеримого эффекта необходимо давление около 1000 $\kappa\Gamma/cm^2$. При передаче давления на эмульсию через полированную поверхность вес образца распределяется равномерно и давление в любой точке контакта очень мало (не больше давления, создаваемого скреплением пластинки или пленки с образцом для предотвращения смещения во время экспозиции).

Эмульсии ядерного типа чувствительны к ссадинам и механическим ударам. Поскольку эмульсионный слой этих пластинок содержит много галоидного серебра и незначительное количество желатины, всякое механическое воздействие может повредить его поверхность. Места повреждений после проявления пластинок выглядят, как черные полосы или разводы. Характер почернения поверхности зависит от вида воздействия: царапины образуют черные полосы, трение эмульсионной поверхности о бархат столика при резании пластинок — образование черных разводов по всей поверхности эмульсионного слоя. Повреждения эмульсионного слоя при резании пластинок можно избежать путем применения специального столика.

В местах выступов частей поверхности исследуемого образца образуются дополнительные почернения эмульсионного слоя, поэтому особенно важно тщательно полировать поверхность исследуемого образца.

В связи с тем, что ядерные пластинки чувствительны к синему свету, при работе с ними необходимо применять светофильтры определенной спектральной характеристики. Не активны для указанных пластинок желто-зеленые светофильтры № 118—117.

Если при работе описанные условия не будут соблюдаться, можно оптически засветить зерна галоидного серебра поверхности эмульсионного слоя, что ухудшит контрастность изображения.

XXXII. ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ МИКРОРАДИОГРАФИИ¹

Систематическое применение микрорадиографии при изучении радиоактивных руд открыло широкие возможности ее использования. Особенно ценно применение микрорадиографии для изучения текстурных и структурных особенностей тонко вкрапленных радиоактивных руд на гидротермальных и осадочных месторожде-

¹ Составлено Е. В. Копченовой и К. В. Скворцовой.

ннях, для изучения взаимоотношений нерудных и рудных (урановых, ториевых и др.) минералов, распределения радиоактивности в содержащих радиоактивные элементы прозрачных и полупрозрачных минералах, распределения радиоактивных акцессорий в составе горных пород.

Приведем несколько примеров применения микрорадиографий при минералогических исследованиях.

Осадочные и гидротермальные месторождения урана часто характеризуются тонко вкрапленными рудами, не всегда поддающимися изучению в отраженном свете при больших увеличениях. В таких рудах первичный урановый минерал находится в состоянии крайне тонкого распыления среди слюдистых агрегатов — серицита, гидрослюд, хлорита и других минералов. Характер распределения радиоактивного минерала в этом случае хорошо устанавливается с помощью микрораднографии. Так, например, на микрорадиографии (рис. 57) фиксируется приуроченность уранового минерала к полосчато расположенным зонам в фельзитпорфире, обогащенном серицитом. Микрорадиография шлифа на рис. 58 показывает приуроченность равномерно распыленной урановой минерализации к обломкам хлоритизированного гранодиорита в кварце.

Приведенные примеры показывают, что с помощью микрорадиографии могут быть выявлены существенные детали текстурных особенностей руд, а также взаимоотношения радиоактивных минералов с нерудными.

В рудах осадочных урановых месторождений с помощью микрорадиографии можно установить характер распределения урановой минерализации, когда сделать это другими методами крайне трудно или невозможно (например, в фосфоритах или отложениях, богатых костными остатками рыб).

Применение микрорадиографии при изучении прозрачных и полупрозрачных минералов, содержащих радиоактивные элементы, открывает новые возможности их исследования. Например, устанавливается, что в баритах, содержащих радий (так называемых радиобаритах), радий концентрируется лишь во внешних частях выделений или кристаллов (рис. 59)¹; при этом радиоактивная кайма обнаруживается как в гипергенных, так и гипогенных баритах, что позволяет сделать предположение о вторичном характере обогащения барита радием.

В плотных аллофанах, содержащих включения радиобарита, микрораднографией иногда устанавливаются мелкие неравномерные скопления следов альфа-частиц, указывающие, вероятнее всего, на частичную сорбцию радия аллофаном, так как каких-либо различных минеральных выделений в этих местах не обнаруживается (рис. 60).

¹ Раднохимически в этих баритах определено до 2,54 · 10⁻⁸ г Ra/г и 0,04% U.















С помощью микрорадиографии можно получить интересные данные о распределении урана и тория в минералах редких элементов (тантало-ниобатах и др.). Предварительные исследования показали, что чаще всего радиоактивные элементы распределяются в этих минералах равномерно, но в некоторых случаях отмечается зональное или неравномерно пятнистое их распределение, что представляет интерес для дальнейшего изучения.

Акцессорные минералы, содержащие радноактивные элементы, также достаточно отчетливо фиксируются при микрорадиографии.

Приведенными примерами далеко не исчерпываются возможности практического значения метода микрорадиографии, широкое применение которого способствует выявлению многих интересных особенностей распределения радиоактивных элементов в рудах.

часть 6 планирование радиометрических анализов

Планирование радиометрических измерений является важным этапом аналитических работ. В процессе планирования выбирают наиболее рациональную методику анализа, соответствующую измерительную установку и оптимальные условия измерений.

При массовых радиометрических анализах измерения планируют не для каждой пробы в отдельности, а для группы проб, отобранных с целью решения одной и той же конкретной геологоразведочной задачи. Например, при планировании анализов на уран в пробах, отобранных с целью подсчета запасов, особое внимание должно быть уделено снижению влияния тех факторов, для которых ошнбка пропорциональна измеряемой величине (дрейф чувствительности, просчеты импульсов, различие вещественного состава проб и эталонов и т. д.); вместе с тем влияние мешающих радпоактивных элементов (тория и калия) можно не учитывать, если их содержание в породах близко к кларковым.

При анализах проб с очень высокими концентрациями радиоактивных элементов может оказаться более выгодным выполиять измерения на установке с меньшей чувствительностью, что соответственно повысит верхний предел измерений, тогда как, анализируя пробы с кларковыми концентрациями радноактивных элементов, необходимо использовать установки с максимальной чувствительностью и применять такую методику, при которой влияние мешающих элементов минимально.

В литературе фактическую точность радиометрических измерений часто характеризуют расчетной величиной статистических флюктуаций счета импульсов, не учитывая при этом, что это лишь часть полной ошибки; более того, при анализах проб с высокой радиоактивностью другие виды ошибок могут доминировать над статистическими.

При планировании раднометрических измерений по рассматриваемой ниже методике учитываются в основном два главных источника случайных ошибок: статистические флюктуации счета и дрейф чувствительности измерительной установки. Очевидно, что в связи с дополнительным влиянием других многочисленных источников ошибок фактическая погрешность анализов всегда будет больше теоретически рассчитанной.

Оценка фактической точности радиометрических анализов производится на основе данных повторных измерений эталонов или одних и тех же проб (см. часть 7).

Сравнение теоретически рассчитанной и фактической ошибок дает возможность определить долю влияния различных не учтенных теорией искажающих факторов и, если эта доля велика, принять меры к ее снижению.

ГЛАВА 12

СЛУЧАЙНЫЕ ОШИБКИ ПРИ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЯХ

По классификации, принятой в метрологии, радиометрический анализ относится к косвенным измерениям, выполняемым на основе прямых измерений числа отсчитанных импульсов, времени измерений и в некоторых случаях величины навески проб.

Ниже рассматриваются случайные ошибки результатов прямых и косвенных измерений для основных функций, используемых при радиометрическом анализе. Особое значение придается оценке влияния различных факторов на точность радиометрического анализа и выбору оптимальных условий измерений с учетом особенностей массовых анализов.

При массовых анализах следует разумно сочетать взаимно конкурирующие условия высокой точности, максимальной производительности и минимальной стоимости анализов. Необходимо подчеркнуть, что достаточно жесткими современными требованиями к точности радиометрических анализов (особенно для проб с повышенными концентрациями определяемых элементов) предусмотрено по существу лишь влияние практически неустранимых источников случайных ошибок.

Исходя из указанных особенностей массовых радиометрических анализов, сформулируем следующие основные требования, которым должна удовлетворять наиболее рациональная методика.

1. Предельная стандартность, не зависящая от особенностей отдельных проб. Это условие предусматривает единообразие процесса измерений всех проб или по крайней мере отдельных их групп. Очевидно, что дифференцированный подход к методике анализов каждой пробы при массовых анализах нежелателен.

2. Если фон и эталон измеряются не после каждой пробы, время, затрачиваемое на измерение скорости счета от пробы, должно быть минимальным. Так, при анализах 40 проб в течение дня сокращение продолжительности измерений каждой пробы даже на <u>1 мин</u> дает больший вынгрыш в производительности, чем эко. номия времени при измерениях фона и эффекта от эталона на 5—10 мин, поскольку последние обычно измеряются не более 2—3 раз в день.

ХХХНІ. СЛУЧАЙНЫЕ ОШИБКИ ПРЯМЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

§ 44. Ошибки измерения числа импульсов

Если за время t счетчиком, эффективность которого равна е и фон Φ , отсчитано Φt фоновых импульсов и M импульсов от радиоактивного препарата с постоянной распада λ , то стандартное отклонение от среднего числа импульсов составит ¹

$$\sigma_N = \sqrt{\Phi t + M (1 - \varepsilon + \varepsilon e^{-\lambda t})}. \tag{6.1}$$

На основании формулы (6. 1) стандартное отклонение от среднего числа отсчитанных импульсов минимально при $\varepsilon = 1$. В этом случае

$$\sigma_N = \sqrt{\Phi t + M e^{-\lambda t}}.$$
 (6. 2)

С уменьшением эффективности счетчика величина σ_N увеличивается, приближаясь в пределе к

$$\sigma_N = \sqrt{\Phi t + M.} \tag{6.3}$$

Выражение (6. 3) справедливо при любой эффективности счетчика в пределах $0 < \varepsilon < 1$, если период полураспада исследуемого радиоактивного препарата много больше времени отсчета, т. е. при $\lambda t \ll 1$.

Из уравнения (6. 3) следует, что при счете активности долгоживущего радноактивного элемента стандартное отклонение (а следовательно, абсолютная ошибка в определении числа импульсов) равно корню квадратному из числа отсчитанных импульсов. Однако на этом основании нельзя считать, что для повышения точности измерений необходимо уменьшить число отсчитываемых импульсов.

Относительная ошибка в числе отсчитанных импульсов равна

$$\delta_N = \frac{\sigma_N}{N} = \frac{1}{\sqrt{N}}, \qquad (6.4)$$

т. е. с увеличением σ_N относительная ошнбка измерения уменьшается обратно пропорционально корню квадратному из N. Таким образом, для увеличения точности измерений необходимо увеличивать число отсчитываемых импульсов или время измерений.

¹ Формула (6. 1) выведена на основе биномнального закона распределения среднего числа распадающихся ядер с введением в вероятность распада поправки на эффективность счетчика.

Однако тот факт, что величина N находится под знаком корня, ограничивает возможности существенного повышения точности измерений путем увеличения времени отсчета. Так, если для уменьшения $\delta_{\Lambda'}$ с 10 до 5% время измерений необходимо увеличить в 4 раза, то для уменьшения этой величины с 10 до 1% — уже в 100 раз, что не всегда целесообразно.

Формула (6. 4) приближенно справедлива и при измерениях ионизационного тока *i* методом накопления заряда, если за N считать полное число ионизирующих частиц за время наблюдения. Относительную флюктуацию можно рассчитать (В. И. Баранов, 1955), если известны электрическая емкость прибора C и изменение потенциала ΔV за время измерения t:

$$\delta_{l} = \sqrt{\frac{Ke}{it}} = \sqrt{\frac{Ke}{\Delta VC}}, \qquad (6.5)$$

где К — число пар ионов, образуемых отдельной частицей; е — заряд иона.

При анализах радиоактивных элементов, период полураспада которых соизмерим с интервалом времени наблюдения, последний не должен быть очень большим (так как за это время могут распасться все радиоактивные ядра) и не очень малым (поскольку при малом числе отсчетов N ошибка измерений будет значительной).

В работе В. И. Гольданского и др. (1959) показано, что оптимальное время t_0 измерений зависит от фона Φ , начальной активности a_0 и постоянной распада λ препарата следующим образом:

$$\frac{a_0}{\Phi} = \frac{1 - e^{-\lambda t_0} - 2\lambda t_0 e^{-\lambda t_0}}{e^{\lambda t_0} (1 - e^{-\lambda t_0})}.$$
 (6.6)

Величина активности не всегда известна заранее. Поэтому практически интересно решить задачу для отношения средней скорости счета / к фону, так как приближенно величину / можно оценить по скорости счета, измеренной в начальный момент. В этом случае нетрудно показать, что

$$\frac{l}{\phi} = \frac{1 - e^{-\lambda t_0} - 2\lambda t_0 e^{-\lambda t_0}}{\lambda t_0 e^{-\lambda t_0}}.$$
(6.7)

На рис. 61 приведен график зависимости изменения оптимального времени i_{\circ} в долях периода полураспада радиоактивного элемента, содержащегося в препарате, от отношения средней скорости счета к фону. Ниже даны значения t_{\circ} для торона ($T = 54.5 \ ce\kappa$).

Ι/Φ	t ₀ , мин	1/Φ	t _o , мин
0. 1. 2. 3.	1.6 2,5 3,3 3,5	4. 5. 10. 15. 25.	3,8 4,1 5,1 5,5 6,4

Из этих данных и из формул (6. 6) и (6. 7) следует, что с уве Из этих данных и из чероди (или скорости счета) к уве. личением отношения активности (или скорости счета) к уве. время наблюдения увеличивается.



Рис. 61. Оптимальное время to измерений в зависимости от отношения скорости счета / к фону Ф и периода полураспада Т радиоактивного элемента.

§ 45. Ошибки измерения времени

Интервал времени измеряется с некоторой ошибкой, которая в общем случае имеет систематическую и постоянную состав-

По инструкции Главной палаты мер и весов № 247-54 максимальная абсолютная случайная ошибка от измерения времени

Таблица 6. 1 Максимально допустимые отклонения от среднего арифметического (в секундах) при использовании секундомеров различных классов T

Класс	Интервал измерений, мин		
секундомера	0,5	15	
1 2 3	0,3 0,3 0,3	0,3 0,4 0,5	

для секундомеров различных классов не должна превышать величин, указанных в табл. 6. 1.

Обычно раднометрические измерения продолжаются более 1 мин. В этом случае применение секундомера даже 3-го класса дает ошибку менее 1%.

Такой ошибкой отсчета времени, как правило, можно пренебречь.

В. И. Гольданским и др. (1959) показано, что в связи с неточпостью отсчета времени относительная ошибка счета числа импульсов δ_N с увеличением N стремится не к нулю, как это следует из выражения (6.4), а к некоторой конечной величине

$$\delta_N = \sqrt{\frac{1}{N} + \delta_t^2}, \qquad (6.8)$$

где б_і — относительная ошибка определения времени.

316

Ошнбки взвешивания обусловлены в основном неточностью гирь, используемых при взвешивании, и неравноплечностью коромысла весов.

Инструкции по проверке рабочих гирь (мер массы) № 69-56.



Рис. 62. Зависимости наибольшей погрешности совокупности аналитических гирь от их суммарного номинального веса (по К. А. Снесаренову и др., 1960).

На рис. 62 приведен график зависимости предельной ошибки взвешивания от массы гирь (К. А. Снесарев, А. И. Зараковская и М. Т. Воробьева, 1960), из которого видно, что точность взвешивания максимальна для масс, кратных 50 *мг*, т. е. в случаях, когда используется минимальное количество гирь.

Обычно при радиометрическом анализе производятся относительные измерения, при которых в расчетные формулы входит вес препарата, отнесенный к весу эталона. Это обстоятельство существенно снижает требования к точности взвешивания.

Для уменьшения погрешности взвешивания в результате неточности массы гирь необходимо стремиться взвешивать пробы и эталон на одних и тех же весах с одним и тем же комплектом разновесов при минимальном для каждого взвешивания числе гирь. Так, необходимо предпочитать при взвешивании одну гирю в 5 г с погрешностью 0,6 мг 3 гирям (2+2+1) с погрешностью 1,8 мг. Для исключения влияния неравноплечности весов при относительных измерениях необходимо помещать образец при взвешивании на одной и той же чашке весов.

Относительная ошибка взвешивания уменьшается с увеличе, иием веса препарата. Поэтому в случаях, когда это возможно, вес проб необходимо увеличивать.

Класс точности весов для взвешивания должен быть таким, чтобы относительная ошибка взвешивания не превышала 0,5%.

XXXIV. СЛУЧАЙНЫЕ ОШИБКИ КОСВЕННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

§ 47. Ошибки измерения скорости счета

Измеренная скорость счета і является суммой средней скорости счета от препарата І и фона Ф.

Если измеряемый препарат долгоживущий (т. е. $\lambda t \ll 1$), то

$$i = \frac{N}{t} = \frac{M + N_{\Phi}}{t} = I + \Phi.$$
 (6.9)

В случаях, когда время наблюдения t близко к периоду полураспада измеряемого радиоактивного элемента, скорость счета, определенная по формуле (6.9), будет зависеть не только от активности препарата, но и от времени измерения. Чтобы исключить эту зависимость, необходимо привести величину i к начальному моменту измерения i_0 , пользуясь формулой

$$i_0 = i \frac{\lambda t}{1 - e^{-\lambda t}} + \Phi. \tag{6.10}$$

Ниже приведены значения поправок $P_0 = \frac{\lambda t}{1 - e^{-\lambda t}}$ для торона в зависимости от продолжительности измерения

t, ман		Pa
0,5		1,20
1.		1,42
1,5	•	1,68
2.	•	1,95
25		2,25
3,0	•	2,57

Средняя квадратическая ошнбка измерения скорости счета равна

$$\sigma_{l} = \sqrt{\frac{i}{t} \left(1 - \varepsilon + \varepsilon e^{-\lambda t} + \frac{i}{t} \sigma_{l}^{2}\right) + \frac{\phi}{t} \varepsilon \left(1 - \varepsilon^{-\lambda t}\right)}, \quad (6.11)$$

где о, - средняя абсолютная ошибка отсчета времени.

При измерениях активности долгоживущего радиоактивного элемента

$$\sigma_l = \sqrt{\frac{i}{t} \left(1 + \frac{i}{t} \sigma_l^2\right)} \tag{6.12}$$

независимо от эффективности счетчика.

Пренебрегая ощибками отсчета времени ($\sigma_t = 0$), имеем

$$\sigma_l = \sqrt[]{\frac{i}{t}}.$$
 (6.13)

Уравнения (6. 12) и (6. 13) справедливы и для короткоживущих радиоактивных элементов в случаях, когда эффективность счета мала или, наоборот, близка к единице.

Формулу (6. 13) можно применить для расчета ошибок при измерениях на установках с интегрирующими счетными схемами (например, со стрелочными индикаторами), если величину t заменить удвоенной постоянной времени ($t = 2\tau = 2RC$, где R — сопротивление и C — емкость) счетной системы.

Из приведенных формул следует, что ошибка измерения скорости счета обратно пропорциональна корню квадратному из времени наблюдений.

Относительная ошибка измерения скорости счета

$$\delta_i = \frac{1}{\sqrt{it}} = \frac{1}{\sqrt{N}} \tag{6.14}$$

полностью определяется числом сосчитанных импульсов.

При измерениях ионизациошного тока методом постоянного отклонения относительная флюктуация может быть подсчитана по формуле (6.14), если заменить в ней величину t удвоенной постоянной времени ($t = 2\tau = 2RC$) и положить

$$i = \frac{i_0}{Ke}, \tag{6.15}$$

где *і* — ионизационный ток; *К* — число пар ионов, образуемых каждой частицей; *е* — заряд иона.

Имеются два пути повышения точности радиометрических измерений: получение возможно большего числа импульсов при единичном измерении и повторные измерения. Следует рассмотреть, какой путь (при прочих равных условиях) выгоднее.

При этом необходимо иметь в виду одну важную особенность способа повторных измерений; он не только позволяет повысить точность, но и дает возможность установить (и, следовательно, исключить из последующего рассмотрения) промахи и грубые ошибки, обусловленные, например, неисправностями счетного механизма секундомера, грубой ошибкой при отсчете или записи и т. п. Однако промахи можно установить и при единичных измерениях, если применять промежуточный контроль по так назы-

заемому нарастающему времени. Для этого в процессе измерений нужно записывать не только окончательный результат, но и ряд промежуточных.

Еще одно обстоятельство в пользу бесповторного способа измерений становится ясным из следующего примера, иллюстрирующего попутно способы обработки неравноточных измерений.

Если выполнено *n* неравноточных измерений скорости счета с отсчетом в каждом *j*-м измерении N_i импульсов за время t_i , то наилучшей оценкой средней скорости счета (Д. Мензел, 1951) является величина

$$i_g = \frac{\sum N_i}{\sum t_i} \tag{6.16}$$

при средней квадратической ошибке

$$\sigma_{i_g} = \frac{\sqrt{\sum N_i}}{\sum t_i}.$$
(6.17)

Среднее, вычисленное по формуле (6. 16), является (Д. Мензел, 1957) наилучшей оценкой вообще для любых случайных величин, распределенных в равных интервалах времени по закону Пуассона. Эту величину согласно классификации, принятой для средних величин, можно назвать средней взвешенной гармонической (М. П. Алтунин, 1947).

Если *N* велико, то, как известно, распределение Пуассона переходит в нормальное; в этом случае среднее можно определить и по среднему взвешенному арифметическому:

$$i_a = \frac{\sum P_j i_j}{\sum P_j}, \qquad (6.18)$$

где P_i — статистический вес отдельного измерения; рассчитывается¹ как величина, обратная квадрату средней абсолютной ошибки:

$$P_{j} = \frac{t_{j}^{2}}{N_{j}} = \frac{t_{j}}{t_{j}}.$$
 (6.19)

Если в формуле (6. 14) заменить *P_i* его значением из выражения (6. 19), она примет следующий вид:

$$i_a = \frac{\sum t_i}{\sum_i t_i / i_i}.$$
 (6.20)

¹ В некоторых работах (например, М. фон-Арденне, 1948; В. И. Спицин, 1954) ошибочно рекомендуется вычислять статистический вес по величине, обратной квадрату относительной средней ошибки. В этом случае нетрудно показать, что даже при равноточных измерениях бо́льшие по абсолютной величине результаты измерений получат бо́льший вес. В работе В. В. Налимова (1960), как и во многих других, показано, исходя из принципа наименьших квадратов, что статистические веса необходимо определять только по величине, обратной квадрату абсолютной средней ошибки.

Среднюю квадратическую ошибку среднего взвешенного арифметического можно вычислить по уравнениям

$$\overline{\sigma}_{I_a} = \frac{1}{\sqrt{\sum P_I}} \tag{6.21}$$

или

$$\sigma_{l_a} = \frac{1}{\sqrt{\sum \frac{t_j}{l_j}}}.$$
(6.22)

При измерениях, не содержащих промахов, средняя гармоническая практически не отличается от взвешенной средней арифметической, но вычисляется значительно более просто.

Таким образом, произведя *n* измерений скорости счета и вычислив из этих измерений наилучшую оценку скорости счета по среднему гармоническому, можно тем самым как бы объединить в одно более длительное измерение все произведенные *n* измерений, т. е. при применении в расчетах среднего гармонического одно длительное измерение можно считать состоящим из любого числа *n* отдельных измерений.

Учитывая, кроме того, что чем больше продолжительность измерения при каждом отсчете, тем меньше относительная ошибка измерения этого интервала времени, приходим к окончательному выводу, что при измерениях скорости счета с промежуточным контролем целесообразно ограничиваться одним измерением, продолжительность которого определяется заданной точностью.

Измеренная скорость счета i практически всегда включает скорость счета от пробы I и фон Φ . Если время измерения t велико, например,

$$t \gg \frac{i}{l^2},\tag{6.23}$$

то всегда

$$I = i - \varphi. \tag{6.24}$$

Однако при малых *t* вследствие ошибок измерений *i* и Φ величина *I* может оказаться отрицательной. В работе В. И. Гольданского и др. (1959) приведены формулы для рассматриваемого случая, выведенные при условии, что априорная вероятность интенсивности излучения *I* постоянна для всех $i > \Phi$ и равна нулю при любых $i \leq \Phi$. По табличным данным этой работы нами построены номограммы.

При расчете номограмм принято, что

$$N_{\Phi} = \Phi t, \qquad (6.25)$$

$$\overline{N} = it. \tag{6. 26}$$

На рис. 63 и 64 приведены графики функций \overline{N} и $\sigma_{\overline{N}}$ для различных значений N и N_{Φ} .



Рис. 63. К определению среднего числа импульсов N по числу отсчитанных импульсов от препарата N и фона No: величина No указана цифрами возле кравых.



Ргс. 64. К определению средкей ошибки в числе емпульсов од во числу отсчитанных импульсов от препарата Х в фова Хф; величина Хф указана инфрами возле кризьт.

Пусть, например, на установке РАЛ-1, фон которой равен 4 имп/мин, при измерении альфа-активности пробы за t = 10 мин отсчитано N = 35 импульсов. По формуле (6.9) скорость счета от пробы, равная 35.10 = 3,5 имп/мин после вычета фона 4 имп/мин оказывается отрицательной, т. е. физически бессмысленной, величиной.

Если воспользоваться графиками (см. рис. 63), то при $N_{\Phi} = \Phi t = 4 \cdot 1 = 4$ импульсам для N = 35 импульсам получим величину $\overline{N} = it = 44$ импульсам, откуда

$$i = 44: 10 = 4,4$$
 umn/mun,
 $i = 4,4 - 4,0 = 0.4$ u/m/mun.

Стандартное отклонение по графику (см. рис. 64) для $N_{\oplus} = 40$ импульсам и H = 35 импульсам равно $\sigma_{\overline{N}} = 3,45$ импульсам, откуда

$$\sigma_l = 3,45:10 = 0,35$$
 umn/mun.

Выше предполагалось, что фон установки определен достаточно точно; однако такое условие не всегда соблюдается.

Полагая, что время измерений скорости счета удовлетворяет условию (6. 23), ошибку определяемой формулой (6. 24) скорости счета от пробы можно рассчитывать по результатам независимых измерений скорости счета *i* в течение времени и t_i и фона Φ в течение времени и t_i и фона Φ в течение времени и t_i и фона Φ в течение времени t_{Φ} , пользуясь формулой

$$\sigma_l = \sqrt{\frac{l}{t_l} + \frac{\phi}{t_{\Phi}}}, \qquad (6.27)$$

а относительную ошибку

$$\delta_{I} = \frac{\sqrt{\frac{i}{t_{I}} + \frac{\phi}{t_{\Phi}}}}{i - \phi}.$$
(6.28)

Если времена наблюдения і и Ф одинаковы, то

$$\delta_l = \sqrt{\frac{l+2\phi}{t}}, \qquad (6.29)$$

откуда относительная ошибка определения скорости счета равна

$$\delta_I = \frac{\sqrt{1+2\phi}}{\sqrt{1+2\phi}}.$$
 (6.30)

Из формулы (6. 30) можно получить выражение для расчета необходимого времени измерения:

$$t - \frac{1+2\Phi}{(\delta_1 I)^2} = \frac{1+\Phi}{(\delta_1 I)^2}.$$
 (6.31)

323
В работе В. И. Гольданского и др. (1959) рекомендуется за. имствованная из работы (W. C. Davidon, 1951) формула

$$\delta_{I} = \frac{\sqrt{\frac{i}{t}}}{i - \phi} = \frac{\sqrt{I + \phi}}{i \sqrt{i}}, \qquad (6.32)$$

а также рассчитанная по этой формуле номограмма, которые можно применять только если фон измерен без ошибки (или практически, если ошибка измерения фона намного меньше ошибки измерения скорости счета).

Рассмотрим более подробно выражение (6. 27). Предварительно введем обозначение

$$K_I = \frac{I}{\phi} = \frac{i}{\phi} - 1.$$
 (6.33)

Величина К, показывает, во сколько раз скорость счета от препарата (за вычетом фона) отличается от фона.

Подставив в выражение (6. 27) величину і из уравнения (6. 33), получим

$$\sigma_I = \sqrt[]{\Phi\left(\frac{1}{t_{\Phi}} + \frac{K_I + 1}{t_i}\right)}.$$
(6.34)

Отпосительная средняя квадратическая ошибка δ_I, выраженная в процентах, равна

$$\widetilde{\delta}_{I} = \frac{100}{K_{I}\sqrt{\phi}} \sqrt{\frac{1}{t_{\phi}} + \frac{K_{I}+1}{t_{i}}}.$$
(6.35)

При массовых измерениях обычно придерживаются определенной системы; в зависимости от типа регистратора и измерительной установки используются следующие способы:

а) измерения всех препаратов независимо от их активности и фона при одинаковой продолжительности измерений (способ равных времен);

б) измерения всех препаратов и фона с отсчетом одинакового числа импульсов (способ равного числа импульсов).

В литературе обычно рекомендуется еще один способ, согласно которому время на замер пробы и фона распределяется из условия минимального полного времени, затрачиваемого на измерение; далее будем называть его способом минимального полного времени.

Рассмотрим, при каком из названных выше способов измерений затраты времени при массовых анализах минимальны.

По названию наиболее выгодным кажется способ минимальиого полного времени; однако такое предположение для массовых анализов, как будет показано далее, не всегда верно.

При способе равных времен

$$t_{\Phi,t} = t_{t,t} = t^{*}$$
 (6.36)

по условию. Подставляя выражения (6.36) и (6.34) в формулу (6.35), получим для средней абсолютной и относительной ошибок:

$$\sigma_{I, t} = \sqrt{\frac{\Phi}{t}(K_{I} + 2)}$$
(6.37)

И

$$\widetilde{\delta}_{I,I} = \frac{100}{K_I} \sqrt{\frac{K_I + 2}{\phi_I}}.$$
(6.38)

При использовании способа равных времен (Б. Я. Юфа. 1957) число импульсов, которое необходимо отсчитывать при определениях фона $N_{\Phi, t}$ и измеряемого препарата $N_{t, t}$, может быть подсчитано по следующим выражениям:

$$N_{\Phi, t} = \Phi t = \left(\frac{100}{\tilde{6}_{I, t} K_{I}}\right)^{2} (K_{I} + 2), \qquad (6.39)$$

$$N_{t,t} = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I,t}K_I}\right)^2 (K_I + 1) (K_I + 2).$$
 (6.40)

Полное время, которое потребуется для измерения скорости счета от препарата и фона, равно

$$T_t = 2t = 2\left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I,I}K_I}\right)^2 \left(\frac{K_I + 2}{\Phi}\right). \tag{6.41}$$

По уравнению (6.39) рассчитана (Б. Я. Юфа, 1957) «номограмма t» (рис. 65, а), с помощью которой можно решать ряд практических задач.

Покажем на примерах, как пользоваться «номограммой t».

Пример 1. Найти среднюю квадратическую ошибку измерений для препарата, активность которого равна величине фона (K = 1) при $\Phi = 50$ имп/мин, если препарат и фон измерялись в течение 5 мин каждый.

По «номограмме t» для $N_{\Phi, t} = \Phi t = 50.50 = 2500$ импульсам и K = 1 получим $\delta_{I, t} = 11\%$.

Пример 2. Определить время наблюдения, необходимое для измерения скорости счета от препарата, составляющей 0,5 скорости счета от фона ($K_1 = 0,5$) при величине последнего 40 имп/мин, чтобы относительная средняя квадратическая ошибка не превышала 10%.

Для $K_{t} = 0,5$ и $\delta_{t,t} = 10\%$ по «номограмме t» находим $N_{\Phi,t} = \Phi t = 1000$ импульсам, откуда t = 1000/40 = 25 мин.

При способе равного числа импульсов

$$N_{\Phi,N} = N_{I,N} = N. \tag{6.42}$$

325



Подставив условие (6. 42) в выражения (6. 34) и (6. 35), чолу-чим

$$\sigma_{I,N} = \frac{\phi}{\sqrt{N}} \sqrt{1 + (1 + K_I)^2}, \qquad (6.43)$$

$$\tilde{\delta}_{I,N} = \frac{100}{K_I \sqrt{N}} \sqrt{1 + (1 + K_I)^2}, \qquad (6.44)$$

откуда

$$N = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I,N}K_{I}}\right)^{2} [1 + (1 + K_{I})^{2}].$$
 (6.45)

По формуле (6. 45) построена «помограмма N» (см. рис. 65, б), аналогичная (по построению и использованию) «номограмме t».

Из выражений (6. 43) и (6. 44) после преобразования получим соотношение времен, затрачиваемых при применении этого способа на измерение скорости счета от препарата *i* и фона $\Phi(t_{i,N} + t_{\Phi,N})$:

$$\frac{t_{\Phi,N}}{t_{I,N}} = 1 + K_I. \tag{6.46}$$

Так как по условию (6. 33)

$$K_I \ge 0, \qquad (6.47)$$

то всегда

$$t_{\Phi,N} \gg t_{l,N}, \qquad (6.48)$$

т. е. при применении способа равного числа импульсов на измерение скорости счета от препарата затрачивается меньше времени, чем на измерение фона. Напомним, что по способу равных времен на измерения скорости счета от препарата и фона затрачивается одинаковое время. Время, необходимое для определения фона $t_{\Phi, N}$ и скорости счета от пробы $t_{t, N}$, при использовании способа отсчета равного числа импульсов можно найти из следующих выражений:

$$t_{I, N} = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I, N}K_{I}}\right)^{2} \frac{1 + (1 + K_{I})^{2}}{(1 + K_{I})\phi}, \qquad (6.49)$$

$$t_{\Phi, N} = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I, N}K_{I}}\right)^{2} \frac{1 + (1 + K_{I})^{2}}{\Phi}.$$
 (6.50)

Полное время T_N , затрачиваемое на измерение скорости счета от препарата и фона, составляет

$$T_{N} = t_{l, N} + t_{\Phi, N} = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{l, N}K_{l}}\right)^{2} \frac{(K_{l} + 2)\left[1 + (1 + K_{l})^{2}\right]}{\Phi\left(1 + K_{l}\right)}.$$
 (6.51)

Сравнивая T_N и \overline{T}_t , можно убедиться, что

$$T_N \geqslant T_i,$$
 (6. 52)

327

т. е. полное время, необходимое для измерения скоростей счета ст препарата и фона, при способе отсчета равного числа импуль сов больше, чем при способе отсчета равных времен.

сов больше, чем при способу измерений — способу минимального пол. По третьему способу измерений — способу минимального пол. ного времени — соотношение времен $t_{l, M}$ и $t_{\Phi, M}$

$$T_{M} = i_{l, M} + t_{\Phi, M}, \qquad (6.53)$$

исходя из минимума абсолютной ошибки, будет иметь место при условии

$$\frac{t_{i,M}}{t_{\Phi,M}} = \sqrt{\frac{i}{\Phi}} = \sqrt{1+K_I}.$$
(6.54)

Если условие (6. 54) соблюдено, то средняя абсолютная ($\sigma_{I,M}$) и относительная ($\delta_{I,M}$) ошибки измерения скорости счета равны

$$\sigma_{I,M} = \sqrt[7]{\frac{\phi}{t_{I,M}}(1 + K_I + \sqrt{1 + K_I})}, \qquad (6.55)$$

$$\tilde{\delta}_{I,M} = \frac{100}{K_I \Phi} \sqrt{\frac{\Phi}{t_{I,M}} (1 + K_I + \sqrt{1 + K_I})}.$$
(6.56)

Время отсчета фона $i_{\Phi,M}$ и измерения пробы $i_{l,M}$ находим из выражений

$$t_{I,M} = \left(\frac{100}{\delta_{I,M}K_{I}}\right)^{2} \frac{1 + K_{I} + \sqrt{1 + K_{I}}}{\Phi}, \qquad (6.57)$$

$$t_{\Phi, M} = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I, M}K_{I}}\right)^{2} \frac{1 + K_{I} + \sqrt{1 + K_{I}}}{\Phi \sqrt{1 + K_{I}}}, \qquad (6.58)$$

откуда полное время, расходуемое на измерение активности препарата и фона, равно

$$T_{M} = \left(\frac{100}{\tilde{\delta}_{I, M}K_{I}}\right)^{2} \frac{2(1+K_{I})+(2+K_{I})\sqrt{1+K_{I}}}{\sqrt{1+K_{I}}}.$$
 (6.59)

На рис. 65, в приведена «номограмма M» для способа минимального полного времени, аналогичная по принципу построения «номограмме t» и «номограмме N».

Уравнения (6. 41), (6. 51) и (6. 59) показывают, что

$$T_N \geqslant T_t \geqslant T_M, \tag{6.60}$$

т. е. наибольшее полное время на измерение активности препарата и отсчет фона затрачивается при использовании способа равного числа импульсов, наименьшее, как это и следовало ожидать, при использовании способа минимального полного времени.

Из выражений (6. 46), (6. 49), (6. 50), (6. 56) и (6. 57) находим

$$t_{l,M} \geqslant t_{l,l} \geqslant t_{l,N}, \qquad (6.61)$$

A (1)

$$t_{\Phi,M} \leq t_{\Phi,t} \leq t_{\Phi,N}. \tag{6.62}$$

Из неравенства (6. 61) следует, что наибольшее время на измерения скорости счета от радиоактивного препарата затрачивается при применении способа минимального полного времени, наименьшее — при применении способа равного числа импульсов.

Неравенство (6. 62) объясняет причину получения указанного выше на первый взгляд парадоксального вывода. Дело в том, что максимальное полное время при способе равного числа импульсов получается за счет больших затрат времени на измерение фона. При способе минимального полного времени выигрыш в полном времени получается за счет сокращения времени измерения фона. Этот способ при массовых измерениях невыгоден в случаях, когда фон измеряют не после каждой пробы, поскольку при большом числе измеряемых образцов за рабочий день бо́льший выигрыш во времени можно получить путем уменьшения времени измерения скорости счета от пробы, а не отсчета фона, который измеряется один раз после десятков измерений образцов.

Способ минимального полного времени нерационально применять и при измерениях короткоживущих препаратов, так как в этом случае наиболее выгоден тот способ измерений, который требует меньше времени на измерение активности быстро распадающегося препарата, т. е. способ отсчета равного числа импульсов или равных времен.

Суммируя изложенное, можно прийти к следующим выводам:

1) при последовательных измерениях пробы и фона необходимо пользоваться способом минимального полного времени;

2) при массовых измерениях, когда число отсчетов фона значительно меньше числа измерений проб, препараты и фон следует измерять с отсчетом равного числа импульсов или равных времен.

Способ равного числа импульсов можно применять при использовании регистратора, в любой момент указывающего число отсчитанных импульсов. Поскольку в большинстве установок определять число отсчитанных импульсов без остановки счета невозможно, следует использовать способ равного времени, который все же выгоднее способа минимального полного времени. Кроме того, при выборе способа измерений необходимо учитывать, что при применении способа равных времен для активностей существенно выше фоновых абсолютная случайная ошибка практически одинакова и не зависит от величины *K*, а при использовании способа равного числа импульсов одинакова относительная случайная ошибка.

Рассмотрим далее методику обработки неравноточных измерений активности препарата по разности измеренной скорости счета и фона.

Пусть, например, в результате измерений одной и той же величины получены следующие данные:

 $I_1 = i_1 - \phi_1, I_2 = i_2 - \phi_2, \ldots, I_n = i_n - \phi_n,$

где i_1, i_2, \ldots, i_n и $\psi_1, \psi_2, \ldots, \psi_n$ — определены по резуль, татам неравноточных измерений скорости счета, т. е. при различ. ном числе импульсов N_1, N_2, \ldots, N_n и временах наблюденчи i_1, i_2, \ldots, t_n . Среднее значение I может быть рассчитано двумя способами: по среднему арифметическому взвешенному I_a и среднему гармоническому I_g . По первому способу

$$I_a = \frac{\sum P_j I_j}{\sum P_j}, \qquad (6.63)$$

где

$$P_{I} = \frac{1}{\frac{N_{I.J}}{t_{I,J}^{2}} + \frac{N_{\Phi.I}}{t_{\Phi.J}^{2}}}.$$
 (6.64)

Аналогично вычисляют среднее взвешенное для фона и его ошибку. Среднюю квадратическую ошибку среднего взвешенного в этом случае определяют по формуле

$$\sigma_{I_a} = \sqrt{\frac{I_a + \Phi_a}{\sum t_i} + \frac{\Phi_a}{\sum t_{\phi}}}, \qquad (6.65)$$

где I_a и Ф_a — взвешенные средние скорости счета от препарата и фона.

Если принять в качестве наилучшей оценки I разность средних гармонических i_g и Φ_g , обработка результатов будет еще проще. Среднее значение скорости счета в этом случае составит

$$I_{g} = \frac{\sum N_{l,l}}{\sum t_{l,l}} - \frac{\sum N_{\Phi,l}}{\sum t_{\Phi,l}}, \qquad (6, 66)$$

а средняя квадратическая погрешность среднего гармонического

$$\sigma_{I_g} = \sqrt{\frac{\sum N_{l,j}}{(\sum t_{l,j})^2} + \frac{\sum N_{\Phi,j}}{(\sum t_{\Phi,j})^2}}.$$
(6.67)

На примере данных (табл. 6. 2) рассмотрим способ обработки результатов измерений по среднему гармоническому.

Расчет производится следующим образом:

$$I_g = \frac{3400}{9,1} - \frac{1350}{33,6} = 332 \text{ umn/muh},$$

$$\sigma_{I_g} = \sqrt{\frac{340}{(9,1)^2} + \frac{1350}{(33,6)^2}} = 6.5 \text{ umr/muh}.$$

Как видно из примера, способ расчета среднего и его ошибки по среднему гармоническому не только теоретически более обоснован, чем по среднему арифметическому, но и значительно менее

Таблица б. 2

Nа п/п	N ₁ , импульсы	l _i , мин	$i = \frac{N_l}{t_l}$	NΦ	ĮΦ	$\Phi = \frac{N_{\oplus}}{I_{\Phi}}$
1 2 3 4	1000 1500 600 300	2,7 4,2 1,4 0,8	371 357 428 375	300 450 300 300	6,8 11,2 8,1 7,5	44 40 38 40
Сумма	3400	9,1	-	1350	33,6	_

Результаты измерения фона и скорости счета от препарата

трудоемок. Можно показать, что результаты расчета обоими способами практически одинаковы. Средние будут существенно различаться в случаях, когда исходные данные резко отличаются друг от друга.

В практике радиометрических измерений часто нужно сравнить *n* результатов измерений скорости счета *i*₁, *i*₂, . . . *i*_n, чтобы установить, насколько существенны различия между ними или в какой мере эти результаты согласуются между собой.

Если, например, при малом числе отсчетов измерены две скорости счета i_1 и i_2 за время t_1 и t_2 , то, предполагая, что i_1 и i_2 различаются только случайно, среднее значение *i* может быть вычислено по формуле

$$i = \frac{\sum N_{l,j}}{\sum t_{l,j}} = \frac{i_1 t_1 + i_2 t_2}{t_1 + t_2}.$$
 (6.68)

Для оценки различия *i*₁ и *i*₂ найдем (В. В. Налимов, 1960) величину

$$Z = 2 \left[\sqrt{i_2 t_2} + \sqrt{i t_1} - \sqrt{i t_2} - \sqrt{i_1 t_1 + 1} \right]$$
(6. 69)

при условии $i_2 > i$ и $i_1 < i$.

Если Z > 2,8, можно считать, что при уровне значимости не более 5% i_1 и i_2 различаются случайно.

Например, на установке РАЛ-1 при измерении альфа-активности золы растительности сосчитано 73 импульса за 15 мин, а при измерении фона — 32 импульса за 10 мин. Таким образом, эффект от пробы равен

$$I = \frac{78}{15} - \frac{32}{10} = 5, 2 - 3, 2 = 2,0 \text{ имп/мин.}$$

Оценим, существенно ли различаются величины i_2 и i_1 или, что то же самое, насколько эффект от пробы отличен от нуля. По формуле (6. 68) находим

$$i = \frac{78+32}{10+15} = 4,4$$
 umn/muh,

по формуле (6. 69)

$$Z = 2 \left[\sqrt{5,2 \cdot 15} + \sqrt{4,4 \cdot 10} - \sqrt{4,4 \cdot 15} - \sqrt{3,2 \cdot 10 + 1} \right] = 2,16.$$

Так как Z = 2,16 < 2,8, следует считать, что альфа-активность пробы не отличается от фона.

В случае, когда число отсчетов достаточно велико (N > 100), для оценки согласованности отдельных результатов рекомендуется применять критерий χ^2 , вычисляемый в зависимости от принятого способа измерений *i* различными способами. Так, если все величины *i* определены с отсчетом равного числа импульсов N.

$$\tilde{\kappa}_{N}^{2} = \frac{\sum (t_{j} - \bar{t})^{2}}{\bar{t}^{2}} = N \frac{\sum (t_{j} - \bar{t})^{2}}{\bar{t}^{2}}, \qquad (6.70)$$

где

$$\bar{i} = \frac{\sum i_j}{n}; \qquad (6.71)$$

$$\bar{t} = \frac{\sum t_j}{n} \,. \tag{6.72}$$

Если же все величины *i* измерены в течение одинакового времени *t*,

$$\chi_{i}^{2} = \frac{\sum (N_{i} - \overline{N})^{2}}{\overline{N}} = t \frac{\sum (i_{j} - \overline{t})^{2}}{\overline{t}}, \qquad (6.73)$$

где

$$\overline{N} = \frac{\sum N_{f}}{n}.$$
(6.74)

Считается, что все результаты согласуются между собой в случае, когда вычисленная величина χ^2_N или χ^2_t окажется меньше χ^2 (см. приложение 5) для данного уровня значимости *q* и для степеней свободы f = n - 2.

В некоторых работах (И. М. Назаров, 1957 и др.) число степеней свободы для оценки согласованности результатов радиометрических измерений принимается равным f = n - 1. Поскольку при оценке частот распределения Пуассона имеются две связи (фиксированная сумма частот и среднее значение) необходимо принимать f = n - 2.

Рассмотрим пример применения критерия χ^2 . При 5 измерениях скорости счета от препарата получены данные, приведенные в табл. 6.3.

Из данных табл. 6. 3 плано, что одно измерение (\mathbb{N} 4) явно не согласуется с другим. Проверим этот вывод с помощью критерия χ^2 .

333

Таблица в. 3

№ п/п		N, импульсы	t, мин	$l = \frac{N}{t}$	۵N	Δl	(4N)*	(<i>\</i> /) ¹
1 2 3 4 5		1356 1384 1363 1478 1382	2 2 2 2 2 2	678 692 682 739 691	37 9 30 85 11	18 4 14 43 5	1369 81 900 7225 121	324 16 196 1849 25
Сумма .	•	6963	10	3482		_	9696	2410
Среднее	•	1393	2	696	_	-	6,96	

Результаты измерения скорости счета от преларата и исходные данные для расчета критерия

Поскольку продолжительность скорости счета в каждом измерении одинакова, χ^2 можно рассчитать по формуле (6.73) в двух вариантах:

$$\chi_{i}^{2} = \frac{\sum_{i}^{i} (\Delta N)^{i}}{\overline{N}} = \frac{9696}{1393} = 6,93,$$
$$\chi_{i}^{2} = \frac{\sum_{i}^{i} (\Delta i)^{2}}{\overline{i}} t = \frac{2410}{696} 2 = 6,93$$

Величина $\chi_t^2 = 6,93$ меньше табличной (см. приложение 5): $\chi_t^2 = 7,82$ для f = 5 - 2 = 3 степеней свободы и q = 5%, поэтому можно считать, что все результаты измерений при уровне значимости q = 5% согласуются между собой. Поскольку такой вывод оказался неожиданным, проверим

Поскольку такой вывод оказался неожиданным, проверим степень согласования данных по критериям r и r_M (В. В. Налимов, 1960). Возможность использования этих критериев определяется тем, что для столь больших величин N распределение ляется тем, что для столь больших величин N распределение Пуассона можно считать близким к нормальному.

Так как $i_M = 739$ имп/мин, $\bar{i} = 696$ имп/мин, а

$$S_{i} = \sqrt{\frac{2410}{5-1}} = 24.5 \text{ имп/мин.}$$

TO

$$r = \frac{i_M - \bar{i}}{S_I \sqrt{n} - 1} \sqrt{n} = \frac{739 - 696}{24,5 \sqrt{4}} \sqrt{5} = 1,97.$$

Для $f_i = n - 2 = 3$ согласно приложению 3 при уровне значимости q = 5% находим r = 1,76 и $r_M = 1,87$. Таким образом, фактическая величина r оказалась больше табличных r и r_M , откуда следует, что измерение 4 (см. табл. 6. 3) не только не согласуется с остальными (по критерию r), но и дей. ствительно является промахом (по критерию r_M).

Различие выводов относительно данных, приведенных в табл. 6. 3, по различным критериям обусловлено одной особен. ностью критерия χ^2 , которую, к сожалению, часто не принимают во внимание. Уровень значимости критерия χ^2 обычно принимают равным 5%, не всегда учитывая при этом, что его величина зависит от характера задачи. Чем меньше уровень значимости, тем меньше вероятность забраковать проверяемую гипотезу, когда она верна (ошибка 1-го рода), и тем больше вероятность принятия этой гипотезы, когда она неверна (ошибка 2-го рода). Существенно и то обстоятельство, что уровень значимости контролирует лишь ошибки 1-го рода, оставляя неопределенным риск в связи с ошибками 2-го рода (Н. В. Смирнов, И. В. Дунин-Барковский, 1959).

При проверке работы радиометрической аппаратуры опаснее совершить ошибку 2-го рода, т. е. получить вывод о хорошей работе аппаратуры, когда фактически она работает плохо. Ошибка 2-го рода лишь в q процентах случаев может необоснованно отвергнуть результаты измерений, когда они согласуются между собой. Такой вывод практически приведет лишь к необходимости дополнительной проверки измерений и измерительной установки.

В связи с изложенным при оценке качества радиометрической аппаратуры необходимо по возможности повышать уровень значимости критерия χ^2 или, если число отсчетов достаточно велико, применять критерий *г*. В частности, для данных, приведенных в табл. 6.3, критерий χ^2 при f = 3 и q = 10% ($\chi^2_{табл} = 5,3$) подтверждает несовместимость измерения N_2 4 с остальными.

В литературе критерий χ^2 часто рекомендуется как наилучший метод оценки согласования данных радиометрических измерений.

И. М. Назаров (1957), рассматривая методику статистического контроля за работой радиометрической аппаратуры, основанного на известном свойстве аддитивности χ^2 (В. И. Романовский, 1947), приводит в качестве примера 20 измерений скорости счета с $\overline{N} = 3354$ при $\chi = 25.6$.

Максимальный результат измерений оказался равным 3500. Рассчитаем для этого результата *г*-критерий. При

$$S_N = \sqrt{\frac{86021}{19}} = 67,4$$

$$r = \frac{3500 - 3354}{67,4 \sqrt{\frac{19}{20}}} = 2,23.$$

Согласно приложению 3 для f = 20 - 2 = 18 находим r = 1.93 и $r_M = 2.62$, т. е. хотя максимальный результат N = 3500 не является явным промахом, он не согласуется с остальными данными. И. М. Назаров считает, что по критерию χ^2 для f = 19, равному 30,1, все данные хорошо согласуются.

Если взять более правильную величину f = n - 2 = 18 и состветствующее значение $\chi^2 = 28,9$, то окажется, что н в этом случае при q = 5% несогласие максимального результата с остальными по критерию χ^2 не замечается. Если q = 10%, то $\chi^2 = 26, 0, \tau$. е. в этом случае при уровне значимости 10% по χ^2 получается такой же результат, что и в случае использования критерия r при q = 5%.

Таким образом, для оценки согласованности результатов радиометрических измерений следует рекомендовать критерий χ^2 при q = 10% или критерий r при q = 5%.

§ 48. Ошибки радиометрического анализа однокомпонентных проб

Если известно, что проба содержит только один радиоактивный элемент, или если специальными мерами (как, например, при радиохимическом анализе) выделяется излучение определенного элемента, его содержание определяют по величине активности пробы, выраженной в % экв элемента, содержащегося в эталоне. Эта величина находит применение также при анализах многокомпонентных проб.

Активность A определяется способом сравнения скорости счета от пробы $I_n = i_n - \Phi$ со скоростью счета от эталона $I_s = i_s - \Phi$, содержащего Q_s — процентов некоторого радиоактивного элемента (обычно урана в равновесии с радием), по формуле

$$A = Q_{\mathfrak{s}} \frac{i_{\mathfrak{n}} - \Phi}{l_{\mathfrak{s}} - \Phi}.$$
 (6.75)

Ниже при выводе формулы для абсолютной σ_A и относительной δ_A ошибок определений активности принимается во внимание, что в уравнении (6. 75) числитель и знаменатель коррелируются между собой общим вычитаемым — фоном, хотя сами величины i_n и i_3 определяются независимо. Коэффициент корреляции *г* между числителем и знаменателем, как можно показать, равен

$$r=\frac{\sigma_{\Phi}^2}{\sigma_{I_{\mathfrak{n}}}\sigma_{I_{\mathfrak{n}}}}.$$

Средняя относительная ошибка определения активности с учетом указанной выше корреляции, вычисленная известным приемом для оценки ошибки функции, составляет

$$\delta_A = \sqrt{\frac{\frac{i_{\Pi}}{t_{\Pi}} + \frac{\phi}{t_{\Phi}}}{(l_{\Pi} - \phi)^2} + \frac{\frac{i_{\Im}}{t_{\Im}} + \frac{\phi}{t_{\Phi}}}{(l_{\Im} - \phi)^2} + \frac{2\frac{\phi}{t_{\Phi}}}{(l_{\Pi} - \phi)(l_{\Im} - \phi)}}.$$
 (6.76)

Для удобства последующего анализа выразим скорости счета от пробы *I*_п и эталона *I*_э в единицах фона, т. е.

$$K_{\rm n} = \frac{i_{\rm n} - \Phi}{\Phi}, \qquad (6.77)$$

$$K_{s} = \frac{i_{\mathfrak{z}} - \Phi}{\Phi}, \qquad (6.78)$$

1 обозначим через η чувствительность измерительной установки:

$$\eta = \frac{i_{\mathfrak{I}} - \Phi}{Q_{\mathfrak{I}}} = \frac{K_{\mathfrak{I}}\Phi}{Q_{\mathfrak{I}}}.$$
 (6.79)

Обусловленная статистическими флюктуациями средняя относительная ошибка измерения активности, выраженная в относительных процентах, равна

$$\tilde{b}_{A} = \frac{100}{\sqrt{\Phi}} \sqrt{\frac{K_{n}+1}{K_{n}^{2}} \frac{1}{t_{n}} + \frac{K_{9}+1}{K_{9}^{2}} \frac{1}{t_{9}} + \frac{(K_{n}+K_{9})^{2}}{K_{\pi}^{2}K_{5}^{2}} \frac{1}{t_{\Phi}}}.$$
 (6.80)

По относительной средней ошибке активности можно вычислить и среднюю абсолютную ошибку:

$$\sigma_A = A \frac{\check{\delta}_A}{100}.$$
 (6.81)

Активность может быть определена при счете импульсов от проб, эталона и фона в течение одинакового промежутка времени (по способу равных времен)

$$t_{n,t} = t_{3,t} = t_{\Phi,t} = t,$$
 (6.82)

при равном числе импульсов от проб, фона и эталона и фона (по способу равного числа импульсов)

$$N_{\pi, N} = N_{\sigma, N} = N_{\Phi, N} = N$$
 (6.83)

и при различной продолжительности счета проб t_{nM} , эталона t_{3M} и фона $t_{\Phi M}$ (способом минимального полного времени T).

Рассмотрим каждый из указанных способов.

43. Способ равных времени

Из уравнений (6. 80) и (6. 82) средняя относительная ошибка определения активности при определении по способу равных времен запишется как

$$\widetilde{\delta}_{A,t} = \frac{100}{\sqrt{\Phi t}} \sqrt[4]{S_t}, \qquad (6.84)$$

а средняя абсолютная ошибка

$$\sigma_{A,t} = \frac{K_n}{\eta} \sqrt{\frac{\phi}{t}} \sqrt{S_t}, \qquad (6.85)$$

$$S_{t} = \frac{K_{n} + 1}{K_{n}^{2}} + \frac{K_{9} + 1}{K_{9}^{2}} + \left(\frac{K_{n} + K_{9}}{K_{n}K_{9}}\right)^{2}$$
(6.86)

На рис. 66 приведены графики изменения S_t в зависимости от K_n для различных значений K_9 (0,5; 0,75; 1; 2; 5, ∞), которые могут быть использованы для решения некоторых практических задач.

Пример 1. Определить минимальную продолжительность измерений скорости счета от пробы, эталона и фона при величине последнего 50 имп/мин так. чтобы средняя относительная ошибка активности не превышала 10%, для двух случаев.

a. $K_n = 2$ и $K_3 = 1$.

Из рис. 66 находим, что S_t для $K_{\pi} = 2$ и $K_{3} = 1$ равно 5. На основании выражения (6. 84) имеем

$$= \left(\frac{100}{\widetilde{\delta}_{A-t}}\right)^2 \frac{S_t}{\Phi}.$$
 (6.87)

Для условий данного примера

$$t = \left(\frac{100}{10}\right)^2 \frac{5}{50} = 10$$
 мин.

б. $K_n = 2$ и $K_3 = 5$.

Из рис. 66 находим, что S, для $K_{\pi} = 2$ и $K_{3} = 5$ равно 1,5. По уравнению (6. 87)

$$t = \left(\frac{100}{10}\right)^2 \frac{1.5}{50} = 3$$
 мин.

Сопоставив случаи «а» и «б» примера 1, нетрудно заметить, что с увеличением интенсивности излучения эталона K₃ от 1 до 5 время измерений уменьшается более чем в 3 раза.

Пример 2. Определить продолжительность измерений скорости счета от пробы $K_{::} = 2$, эталона $K_{2} = 5$ и фона, чтобы получить среднюю абсолютную ошибку не ниже 0,001%-экв урана на установке, фон которой равен 50 имп/мин, а чувствительность составляет $\eta = 7$ имп/мин на 0,001% урана (7.10³ имп/мин на 1% урана).

По рис. 66 для $K_n = 2$ и $K_s = 5$ находим $S_f = 1.5$. На основании уравнения (6.85)

$$\dot{t} = \left(\frac{\ddot{K}_{\Pi}}{\eta \sigma_{A,t}}\right)^2 \Phi S_i. \tag{6.88}$$

Для заданных условий

$$t = \left(\frac{2}{7 \cdot 10^3 \cdot 10^{-3}}\right)^2 50 \cdot 1,5 = 5 \text{ мин.}$$

837



Рис. 66. К определению коэффициентов S₁ ошибпроб в зависимости от ве-личин K_{n} и K_{3} . ки измерения активности

Легко показать, что при $K_s = \infty$ функция S_l , а следовательно, ошибка для данного значения K_n достигает минимального значения, равного

$$S_l^{\infty} = \frac{\kappa_n + 2}{\kappa_n^2}.$$
 (6.89)

Из рис. 66 видно, что с увеличением K_s (т. е. интенсивности излучения эталона) величина S_t , а следовательно, ошибка измерения активности в связи со статистическими флюктуациями уменьшается; однако уже при $K_s > 5S_t$ по абсолютной величине несущественно отличается от минимального значения. Отсюда следует, что интенсивность излучения эталона должня быть по возможности максимальной и во всех случаях такой, чтобы скорость счета от него была не менее чем в 5 раз больше фона.

Сформулированное выше требование к интенсивности излучения от эталона справедливо и для других способов отсчета. С точки зрения стандартизации методики это чрезвычайно удобно для массовых анализов.

Из формулы (6. 85) следует, что при $K_n = 0$, т. е. при отсутствии в пробе радиоактивных элементов,

$$\sigma_{A_{0}, t} = \frac{1}{\eta} \sqrt{\frac{2\phi}{t}}.$$
 (6.90)

Выражение (6. 90) определяет среднюю абсолютную ошибку определения активности, обусловленную только флюктуациями фона. Это выражение может быть применено также (см. часть 2) для расчета порога чувствительности L измерений активности по формуле

$$L_{A} = 3\sigma_{A_{0, t}} = \frac{3}{\eta} \sqrt{\frac{2\phi}{t}}.$$
 (6.91)

При К_э = ∞ ошибка измерений активности равна

$$\sigma_{A, t} = \frac{1}{\eta} \sqrt{\frac{\Phi}{t}} \sqrt{K_{\pi} + 2}, \qquad (6.92)$$

т. е. при использовании эталона, обладающего большой интенсивностью излучения, абсолютная ошибка измерения проб, активности которых существенно выше фоновых ($K_n \gg 2$), изменяется почти пропорционально корню квадратному из величины активности. Поэтому, например, при изменении величины K_n от 1 до 20, т. е. в 20 раз, абсолютная ошибка увеличивается всего лишь в 2,7 раза.

Формула (6. 92) может быть применена для планирования радиохимических анализов проб с кларковыми концентрациями определяемых элементов, поскольку измерительную установку в этом случае обычно эталонируют достаточно мощным эталоном $(K_3 \gg K_n)$. Из формулы (6. 92) путем простых преобразований можно получить выражение для средней относительной ошибки анализа *i*-го элемента (радия, тория, и т. д.):

$$\delta_A = \frac{\sqrt{\eta_j Q_j r P + 2\Phi}}{\eta_j Q_j r P \sqrt{t_{\rm H}}}, \qquad (6.93)$$

где r — поправка на накопление или распад исследуемого элемента за время от момента герметизации или осаждения до момента измерения; Q_i — концентрация *j*-го элемента в e/e; t_u — продолжительность измерения скорости счета в *мин*; P — навеска в e; η_i — чувствительность установки к *j*-му элементу в *имп/мин*.

Если обозначить чувствительность, исправленную на неполное накопление или распад определяемого элемента, через

$$\overline{\eta}_{i} = \eta_{i} r, \qquad (6.94)$$

а содержание *j*-го элемента (в граммах) через

$$q_i = Q_i P, \qquad (6.95)$$

TO

$$\delta = \frac{\sqrt{\eta_j q_j + 2\Phi}}{\overline{\eta_j q_j} \sqrt{t_{_{\rm H}}}}.$$
(6. 96)

Из последнего уравнения q₁ рассчитывают по формуле

$$q_{j} = \frac{1 + \sqrt{1 + 8\Phi t_{\mu}\delta_{A}^{2}}}{2\overline{\eta_{j}}t_{\mu}\delta_{A, t}^{2}}.$$
 (6.97)

Величину навески (или необходимое время измерения) вычисляют по следующим уравнениям:

$$P = \frac{Q_{j} + \sqrt{Q_{j}^{2} + 8\Phi t \sigma_{A}^{2}}}{2t_{\mu} \bar{\eta}_{j} \sigma_{A, t}^{2}}, \qquad (6.98)$$

$$t_{\underline{u}} = \frac{\overline{\eta}_{j} Q_{j} P + 2\Phi}{\overline{\eta}_{j} P^{2} \sigma_{A, t}^{2}}.$$
 (6.99)

Уравнения (6. 93)—(6. 99) могут быть использованы для решения различных практических задач. Например, требуется определить величину навески для перевода пробы в раствор с накоплением радона не более 4 суток (r = 0,5) при относительной ошибке анализа не более 5%, если измерения продолжительностью не более 15 мин производятся на установке РАЛ-1; фон равен 4 имп/мин, чувствительность $3,6 \cdot 10^{12}$ имп/мин на 1 г радия.

Чувствительность, исправленная на неполное накопление радона, равна

$$\eta_{Ra} = 3,6 \cdot 10^{12} \cdot 0,5 = 1,8 \cdot 10^{12} umn/muh$$
 Ha l e Ra.

По формуле (6. 97) находим

$$q_{Ra} = \frac{1 + \sqrt{1 + 8 \cdot 4 \cdot 15 (0.05)^2}}{2 \cdot 1.8 \cdot 10^{12} \cdot 15 (0.05)^2} = 1.8410^{-11} \ e \ Ra,$$

откуда величина навески должна быть не менее

$$P = \frac{1,84 \cdot 10^{-11}}{Q_{\text{Ra}}},$$



Рис. 67. Номограмма для определения относительной ошибки δ_{Ra} при продолжительности измерений 10 мин в зависимости от его содержания в пробе; установка РАЛ-1. Шифр кривых — чувствительность установки (в имп/мин на 1 г Ra), исправленная на время накопления радона.

Так, навеска проб с содержаниями радия порядка 0,001%-экз урана в равновесии с радием (т. е. 3,4 · 10⁻¹² г/г) должна быть не менее

$$P = \frac{1,84 \cdot 10^{-11}}{3,4 \cdot 10^{-12}} = 5 \ e.$$

На рис. 67 приведен график зависимости δ_{Ra} от q_{Ra} при чувствительности установки по отношению к радию от і до 4 × × 10¹² имп/мин на 1 г Ra для двух значений фона (2 и 4 имп/мин); продолжительность измерений $t_{\mu} = 10$ мин. Если наблюдения фактически продолжались t мин, то для определения ошибки анализа необходимо найденную по графику (см. рис. 67) относительную ошибку для $t_{\mu} = 10$ мин умножить на $Z = \sqrt{\frac{10}{t}}$. При решении обратной задачи (определении содержания радия q_{Re} , соответствующего заданной относительной ошибке δ_{Ra}) необходимо разделить эту ошибку на Z_t . Так, для рассмотренной выше задачи по заданным

$$\delta_{Ra} = 0.05 : \sqrt{\frac{10}{15}} = 0.062, \ \Phi = 4 \ umn/muh,$$

 $\eta_{Ra} = 1.8 \cdot 10^{12} \ umn/muh$ Ha 1 e Ra

находим

$$q_{\rm Ra} = 1, 8 \cdot 10^{-11} \ s$$
 радия,

т. е. для указанных условий ощибка анализа в 5% будет иметь место лишь для $q_{\rm Ra} > 1.8 \cdot 10^{-11} \ e.$

Аналогично с помощью графика (см. рис. 67) можно определить необходимое время отсчета при заданной точности и параметрах установки.

44. Способ равного числа импульсов

Из выражений (6. 80) и (6. 83) для средней относительной ошибки (в процентах) получаем

$$\tilde{\delta}_{A, N} = 100 \sqrt{\frac{2}{N}} \sqrt{S_N},$$
 (6.100)

где

$$S_N = 1 + \frac{K_{\pi} + K_{\mathfrak{s}} + 1}{K_{\mathfrak{s}}K_{\pi}} + \frac{K_{\pi}^2 + K_{\mathfrak{s}}^2}{(K_{\pi}K_{\mathfrak{s}})^2}, \qquad (6.101)$$

$$\sigma_{A,N} = \frac{K_{\pi} \Phi}{\eta} \sqrt{\frac{2}{N}} \sqrt{S_N}. \qquad (6.102)$$

Рис. 66, где приведены графики изменения S_N в зависимости от величины K_n для различных значений K_9 (0,5; 0,75, 1, 2, 5), может быть использован для решения ряда практических задач.

Пример 1. Определить число импульсов, которое необходимо отсчитывать при измерениях скорости счета от пробы ($K_n = 2$), эталона ($K_s = 5$) и фона, величина которого составляет 50 имп/мин, чтобы средняя относительная ошибка не превышала 10%.

Из уравнения (6. 100) находим

$$N = 2\left(\frac{100}{\widetilde{\delta}_{A,N}}\right)^2 S_N. \tag{6.103}$$

Подстановкой в это выражение указанных выше величин и $S_N = 2,1$ (см. рис. 66) получаем, что N = 420 импульсам.

Пример 2. Для условий примера 1 и установки, обладающей чувствительностью $n = 7 \cdot 10^3$ имп/мин на 1% урана, определить

необходимое число отсчитываемых импульсов, чтобы абсолюткая средняя ошибка $\sigma_{A,N}$ не превышала 0,001% урана.

Из формулы (6. 103) имеем

$$N = \left(\frac{K_{\rm n}\phi}{\sigma_{A,N}\eta}\right)^2 2S_N, \qquad (6.104)$$

откуда

$$N = \left(\frac{2 \cdot 50}{0,001 \cdot 7 \cdot 10^3}\right)^2 2 \cdot 2, 1 \approx 860$$
импульсам.

Функция S_N при $K_3 = \infty$ для данного K_n достигает минимального значения, равного

$$S_N^{\infty} = \frac{K_n^2 + K_n + 1}{K_n^2}.$$
 (6.105)

Ниже приведен анализ абсолютной средней ошибки. При $K_n = 0$

$$\sigma_{0, N} = \frac{\phi}{\eta} \sqrt{\frac{2}{N}}.$$
 (6.106)

Нетрудно убедиться, что и в этом случае справедливость выражения (6. 91) для порога чувствительности сохрапяется.

При $K_3 = \infty$

$$\sigma_{A,N} = \frac{\phi}{\eta} \sqrt{\frac{2}{N}} \sqrt{\frac{2}{K_{\pi}^{2} + K_{\pi} + 1}}.$$
 (6.107)

Для достаточно больших K_n абсолютная ошибка σ_{A, N} определения активности пробы изменяется практически пропорционально этой активности.

45. Способ минимального полного времени

При этом способе оптимальное (минимум абсолютной ошибки) разделение полного времени \overline{T}_M имеет место при следующих условиях:

$$\frac{t_{n,M}}{T_M} = \frac{K_{\mathfrak{I}} \sqrt{K_n + 1}}{D}, \qquad (6.108)$$

$$\frac{t_{\mathfrak{s},M}}{T_{M}} = \frac{K_{\mathfrak{n}}\sqrt{K_{\mathfrak{s}}+1}}{D}, \qquad (6.109)$$

$$\frac{t_{\Phi,M}}{T_M} = \frac{K_n + K_s}{D},$$
 (6.110)

где

$$D = K_{\mathfrak{s}} \sqrt{K_{\mathfrak{m}} + 1} + K_{\mathfrak{n}} \sqrt{K_{\mathfrak{s}} + 1} + K_{\mathfrak{n}} + K_{\mathfrak{s}}.$$
 (6. 111)
343

Для практики радиометрического анализа наиболее интересным является случай $K_3 \gg K_n$. В этом случае абсолютная ошибка анализа в обозначениях выражений (6. 93)—(6. 95) может быть вычислена по формуле

$$\sigma_{A,M} = \frac{1}{\bar{\eta}_j P} \sqrt{\frac{\bar{\eta}_j Q_j P + \phi + \sqrt{\phi(\bar{\eta}_j Q_j P + \phi)}}{t_{n,M}}}, \qquad (6.112)$$

откуда определяют продолжительность измерений скорости счета *т.мин* ______от пробы:

$$t_{n,M} = \frac{\eta_{i}Q_{j}P + \phi + \sqrt{\phi(\overline{\eta_{i}}Q_{j}P + \phi)}}{\overline{\eta_{i}}P^{2}\sigma_{A,M}^{2}}, \quad (6.113)$$





Рис. 68. Распределение оптимального полного времени измерения активности по элементам для способов равного числа импульсов (а), равных времен (б) и минимального полного времени (в).

Продолжительность измерения: 1-пробы, 2-эталона, 3-фона.

$$t_{\Phi, M} = t_{n, M} / \frac{\frac{\Phi}{Q_j \bar{\eta}_j P + \Phi}}{(6.114)}$$

Сравнивая все три способа измерения активности, можно заметить, что при использовании способа равных времен [см. формулу (6. 92)] ошибка меньше зависит от измеряемой активности, чем при применении способа равного числа импульсов [см. формулу (6. 107)].

Условию затрат минимального времени на измерение проб лучше удовлетворяет способ равного числа импульсов. Однако выигрыш во времени по сравнению со способом равных времен часто очень мал. Это иллюстрируется

рис. 68, на котором показано распределение оптимального времени отсчета активности пробы, эталона и фона для одного частного случая при различных способах измерений. Из рис. 68 видно, что при использовании способа минимального полного времени экономия во времени получается за счет сокращения продолжительности счета от эталона и фона, что для большинства методик массовых анализов не дает экономического эффекта.

12

11

Если же применяется способ равного числа импульсов, то хотя полное время измерения максимально, время измерения скорости счета от проб оказывается минимальным.

46. Пример применения приведенных выше формул для планирования радиохимических анализов

Радиохимическая лаборатория получила задание выполнить анализы порошковых проб с кларковыми концентрациями радия и тория при пороге чувствительности для тория $L_{Th} = 2 \cdot 10^{-6} \ s/s$ и для радия $L_{Ra} = 3 \cdot 10^{-13} \ s/s$. Для содержаний, значительно бо́льших порога чувствительности, средняя абсолютная ошибка может быть больше, но не выше значений, при которых относительная ошибка отдельного анализа превысит 5%.

Указанные условия могут быть выражены в общем виде уравнением средней квадратической случайной ошибки

$$\mathbf{u}_{i, \ \mathbf{s}} = \frac{L_i}{3} + 0,05Q_i \tag{6.115}$$

и конкретно для радия и тория (г/г)

 $\sigma_{\rm Ra, \ H} = 1 \cdot 10^{-13} + 0.05 Q_{\rm Ra}, \qquad (6. 116)$

$$\sigma_{\rm Th, \, II} = 0.67 \cdot 10^{-6} + 0.05 Q_{\rm Th}. \tag{6. 117}$$

Рассчитывая условия измерений, необходимо иметь в виду, что заданная ошибка анализа включает ошибки химической подготовки проб σ_x , связанные с дрейфом чувствительности σ_d измерительной установки, а также статистические σ_A .

Приведенные выше формулы расчета средних ошибок выведены только для ошибок статистического характера.

Поскольку все указанные ошибки независимы, то общая ошибка составит

$$\sigma_{o6\mu} = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_A^2 + \sigma_x^2}. \qquad (6.118)$$

В первом приближении можно считать, что отношение ошибок химической и радиометрической частей анализов постоянно, т. е.

$$\frac{\sigma_{\rm x}}{\sigma_{\rm p}} = a, \tag{6.119}$$

где

$$\sigma_{\rm p} = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_\pi^2}. \qquad (6.120)$$

Таким образом,

$$\sigma_A = \sqrt{\frac{\sigma_{o6iii}^2}{1+a^2} - \sigma_{\mu}^2}.$$
 (6. 121)

345

Далее [см. формулы (б. 139) и (б. 140)] показано, что вели. чина од пропорциональна содержанию определяемого элемента:

$$\sigma_{\mu} = \underline{\Lambda} Q_{i} \qquad (6. 122)$$

Величина Δ для каждой измерительной установки может быть определена экспериментально (см. часть 2). Если задана погрешность анализа вида

$$\sigma_{\rm H} = \sigma_{0, \rm H} + \delta_{0, \rm H} Q_{I}, \qquad (6.123)$$

то величина статистической погрешности, при которой общая случайная ошибка σ_{obm} будет не больше заданной, определяется из уравнения (6. 121), если положить в нем $\sigma_{obm} = \sigma_{H^2}$ в этом случае

$$\sigma_{A} = \sqrt{\frac{(\sigma_{0. H} + \delta_{0. H}Q_{j})^{2}}{1 + a^{2}} - (\Delta Q_{j})^{2}}.$$
 (6. 124)

Таким образом, для расчета условий радиометрических измерений следует принимать величину погрешности, определяемую по формуле (6. 124). Эта погрешность для условий нашего примера, если принять a = 1, существенно ниже предусмотренных условиями (6. 116) и (6. 117).

Очевидно, что столь высокая точность анализов возможна лишь при использовании максимально возможных навесок пробы и чувствительности аппаратуры.

По условиям химической обработки навеска пробы *P* не должна превышать 20 г (см. часть 4)

Наиболее чувствительным из современных серийных приборов, приспособленных для эманационных измерений, является радиометр РАЛ-1. Чувствительность этого прибора к радию равна в среднем $\eta_{R_a} = 3,6 \cdot 10^{12} umn/muh$ на 1 г Ra, к торию — 3,3 × × 10⁴ umn/muh</sup> на 1 г Th при фоне $\Phi = 2 umn/muh$ и дрейфе чувствительности 2% ($\Delta = 0,02$).

По принятой методике (см. § 34) фон необходимо определять при анализах тория после измерения альфа-активности каждой пробы (для учета активности ThB, осевшего на стенках камеры), а при анализах радия — до начала измерений. Исходя из указанных особенностей, при анализах на торий целесообразно вести счет способом минимального полного времени. При анализах на радий такая методика не подходит, так как до измерений фона активность проб остается неизвестной; в этом случае целесообразно измерять фон при одной экспозиции, а скорость счета от проб в зависимости от их активности, исходя из требований заданной точности.

Рассчитаем экспозиции счета эффекта от пробы $t_{n, M}$ и фона $t_{\Phi, M}$ для анализов на торий по формулам (6. 113) и (6. 114).

В табл. 6.4 приведены результаты расчета $t_{n,M}$ и $t_{\Phi,M}$ и соответствующих им скоростей счета для различных Q_{Th} по формуле

 $i = Q_{\text{Th}} P \eta_{\text{Th}} + \Phi = Q_{\text{Th}} \cdot 20 \cdot 3.3 \cdot 10^4 + 2.$

При подсчете $t_{n, M}$ и $t_{\Phi, M}$ заданная ошибка для данного Q_{Th} определялась из выражения (6. 124).

Таблица 6.4

	Q _{Th} , 2/2									
Показатели	1.10-8	5·10 ⁻⁰	1.10 ⁻⁵	3-10-5	5·10 ⁻⁵	7-10-5	1.10-4			
i, имп/мин: t _{п, М} , мин t _{Ф, М} , мин	2,7 62 54	5,3 56 35	8,6 52 25	22 35 11	35 26 6	48 21 5	68 16 3			

Расчетные величины $t_{\Pi, M}$, и $t_{\Phi, M}$ и соответствующие им скорости счета пля различных содержаний тория

Если по полученным данным построить график зависимости i от $t_{n,M}$ и $t_{\Phi,M}$, то по нему можно рассчитать таблицу — определитель времени, которая вручается наблюдателю, ведущему счет (табл. 6.5).

Таблица 6.5

Показателя	I, имп/мин													
	3	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	60	70	
t _{п, М} , мин t , М, мин .	•	61 51	57 32	50 22	44 16	38 13	33 10	30 8	26 6	24 5	22 5	20 4	17 3	15 3

Таблица — определитель времени

Пользуясь подобной таблицей, наблюдатель по результатам измерений скорости счета в течение первых 1—2 мин может легко определить момент остановки счета.

При анализах на радий фон целесообразно определять из расчета, чтобы ошибка определения содержания радия была не более некоторой доли $b = \frac{\sigma_{0, H}}{\sqrt{1 + a^2}}$ [см. формулу (6. 124)]. По-вилимому, целесообразно эту долю принять равной 0,1—0,3, так как если ошибка фона $\sigma_{\Phi, A}$ будет меньше указанной величины, то очевидно, что она практически не скажется на результатах анализов проб, в которых содержание радия больше $\sigma_{0, H}$. В рассматриваемом примере $\sigma_{0, H} = 1 \cdot 10^{-13}$ г/г. Полагая b = 0.2, r = 0.5, т. е. $\overline{\eta}_{Ra} = 3.6 \cdot 10^{12} \cdot 0.5 = 1.8 \cdot 10^{12}$ имп/мин на 1 г Ra, имеем

$$\sigma_{\Phi,A} = \frac{1}{\bar{\eta}P} \sqrt{\frac{\Phi}{t_{\Phi_l}}} = \frac{b\sigma_{0,H}}{\sqrt{1+a^2}}, \qquad (6.125)$$

откуда

$$t_{\Phi} = \frac{\Phi \sqrt{1+a^2}}{b^2 \sigma_{0, H}^2 \overline{\eta}^2 P^2} - \frac{2 \sqrt{1+1^2}}{(0,2)^2 (1 \cdot 10^{-13})^2 (1,8 \cdot 10^2)^2 (20)^2} = 5 \text{ MUH.}$$

Время на измерение активности проб будем определять, исходя из требования, чтобы статистическая ошибка согласно формуле (6. 124) не превышала

$$\sigma_{A} = \sqrt{\frac{\sigma_{Ra}^{2}}{1+a^{2}} - (\Delta Q_{Ra})^{2}}.$$
 (6.126)

Из формул (6. 80) и (6. 81) находим, полагая $K_{\mathfrak{s}} = \infty$,

$$\sigma_A = \frac{1}{\bar{\eta}_{Ra}P} \sqrt{\frac{Q_{Ra}\bar{\eta}_{Ra}P + \Phi}{(1+a^2)\,l_{\Pi}} + \frac{\Phi}{t_{\Phi}}}$$
(6.127)

Пользуясь уравнениями (6. 125)—(6. 127), получаем для радия

$$t_{\rm m} = \frac{(1+a^2) \left(Q_{\rm Ra} P \bar{\eta}_{\rm Ra} + \Phi\right)}{\left[\left(\bar{\upsilon}_{0,\ \rm m} + \delta_{0,\ \rm m} Q_{\rm Ra}\right)^2 - \left(\Delta Q_{\rm Ra}^2\right)^2 \left(1-a^2\right) - b^2 \sigma_{0,\ \rm m}^2\right] \bar{\eta}_{\rm Ra}^2 P^2}.$$
 (6.128)

Расчет по формуле (6. 128) для указанных выше параметров показал, что даже для содержаний радия, равных $\sigma_{0, H}$, время измерений составляет около 1 *мин*¹. Учитывая, что фактическая ошибка обусловлена, помимо принятых в расчет факторов, многими другими (ошибкой отсчета времени, ошибкой в связи с инерционностью установления режима в электрических цепях с момента начала счета и т. п.), принимаем экспозицию измерений порядка 3-5 мин.

Таким образом, в результате расчетов получаются крайне простые для практического использования окончательные результаты, позволяющие измерять активность при радиохимических анализах с минимальными затратами времени. В этом, собственно, и заключается основной смысл планирования результатов раднометрических измерений.

¹ Так как высокая чувствительность установки по отношению к радию обеспечивает заданную статистическую ошибку при минимальном времени измерения, целесообразио было бы уменьшить навеску пробы; в рассматриваемом случаеэто невозможно, так как радий и торий определяют из одного и того же раствора.

§ 49. Ошибки радиометрического анализа двухкомпонентных проб

47. Общие положения

Как показано в части 3, содержания радиоактивных элементов q_1 и q_2 (или их концентрации Q_1 и Q_2) в пробах определяют по результатам независимых измерений скорости счета I_1 и I_2 при двух различных режимах дискриминации или по двум вилам излучений при продолжительности счета соответственно t_1 и t_2 .

Например, уран и торий определяют бета- $(I_1 = I_8)$ и гамма- $(I_2 = I_\gamma)$ методами, радий и торий — различными методами гаммаспектрометрии.

Баланс уравнений для скорости счета от пробы в каждом режиме имеет следующий вид:

$$I_1 = \eta_{1,1}Q_1 + \eta_{1,2}Q_2, \qquad (6.129)$$

$$I_2 = \eta_{2,1}Q_1 + \eta_{2,2}Q_2, \qquad (6. 130)$$

где $\eta_{i,j}$ — чувствительность измерительной установки к *j*-му элементу в *i-м* режиме.

Введем обозначения:

$$\varkappa_1 = \frac{\tau_{|2, 1}}{\tau_{|1, 1}}, \tag{6.131}$$

$$\kappa_2 = \frac{\eta_{2, 2}}{\eta_{1, 2}},$$
 (6.132)

$$\underline{\omega} = \frac{\varkappa_2}{\varkappa_1}.$$
 (6. 133)

Величину ω принято называть коэффициентом разделения, а \varkappa — коэффициентом сокращения счета. В общем случае название для \varkappa недостаточно точно, поэтому далее величина \varkappa называется коэффициентом приведения чувствительности одного режима к другому.

Будем считать, что Q_2 — концентрация в пробе того радиоактивного элемента, у которого коэффициент приведения и больше.

Для определения ощибок анализов на радиоактивные элементы, находящиеся в пробе в концентрациях Q_1 и \hat{Q}_2 , необходимо установить, какие сочетания чувствительностей, входящих в формулы (6. 129) и (6. 130), зависят друг от друга.

Очевидно, для каждого режима измерений всегда существует зависимость между чувствительностями $\eta_{1,1}$ и $\eta_{1,2}$, а также между $\eta_{2,1}$ и $\eta_{2,2}$. Так, если проводится бета-гамма-анализ проб, то

¹ Далее для сокращения текста принимается, что фиксируемая скорость счета пропорциональна концентрации *Q* радноактивных элементов; полученные при этом выводы будут справедливы и для случая, когда скорость счета пропорциональна содержанию радиоактивных элементов.

изменение чувствительности установки $\eta_{1,1}$ или $\eta_{2,1}$ к урану по бета- и гамма-излучению в отдельности приводит к изменению чувствительности установки и к торию. Указанная зависимость обычно лицейна, т. е.

$$\eta_{1,2} = \varkappa_{0,1} \eta_{1,1}, \qquad (6.134)$$

$$\eta_{2,2} = \varkappa_{0,2} \eta_{2,1}. \tag{6. 135}$$

Если чувствительность приводится по отношению к ураномому эталопу в равновесии, то величины $\varkappa_{0, j}$ называются урановыми экипвалентами *j*-го элемента; например, бета или гаммаурановые экипваленты тория (c_{β}, c_{γ}), калия ($d_{\beta} \parallel d_{\gamma}$) и т. д.

Для сочетаний чувствительностей в различных режимах измерений полможны и нелинейные взаимосвязи. Специальные опыты показали, что в случае анализа на радий и торий в интегральном режиме с выделением жесткого гамма-излучения ThC" изменение интающего напряжения в определенном диапазоне вблизи оптимального практически не влияет на величину чувствительности $\eta_{1,1}$ (и соответствению $\eta_{1,2}$) и в то же время существенно изменяет чувствительности во втором режиме — $\eta_{2,1}$ и $\eta_{2,2}$. Отсюда следует, что для указанной методики пары величин $\eta_{1,2} - \eta_{2,1}$, $\eta_{1,2} - \eta_{2,2}$.

Палео рассматриваются средние ошибки определения Q₁ (σ_{Q₁}) и Q₂ (σ_{Q₁}), с учегом лишь зазысимостей величин, связанных израменичми (д. 134) и (д. 135).

Вудеч считать, что сбщая сшибка в определении содержаний оксусловлена голько двумя невзависимыми источнавами синкука статистическими флюктуациями скорости счета $\sigma_{2,a}$ и достфом сумствительности установки $\sigma_{2,a}$, т. е.

$$c_{2} = \int c_{2}^{2} - c_{3}^{2}$$
 (6.135)

SZERILIFIE ARČATO ŘEDO SILOFICIJOS STROUCJI SMUH MILETTI SZRIJETI E PRETSERI ŽIVEDIJY SUBS XAROLIJ MA GRUPILS FRIDITIS Z PRETSERI ZULTRYT MOUJO VARDI

2.

$$\sigma_{Q_{1,n}} = \frac{Q_{1}}{(\omega - 1)} \times \sqrt{\frac{\omega^{2} \delta_{\eta_{1,1}}^{2} + \omega^{2} A^{2} \delta_{\eta_{1,2}}^{2} + \delta_{\eta_{2,1}}^{2} + A^{2} \omega^{2} \delta_{\eta_{2,2}}^{2} + 2A\omega \times}{\times \left[\omega \delta_{\eta_{1,1}} \delta_{\eta_{1,2}} + \delta_{\eta_{2,1}} \delta_{\eta_{2,2}} \right]}}, \quad (6. 139)$$

$$\times \sqrt{\frac{B^{2} \delta_{\eta_{1,1}}^{2} + \delta_{\eta_{1,2}}^{2} + B^{2} \delta_{\eta_{2,1}}^{2} + \omega^{2} \delta_{\eta_{2,2}}^{2} + 2B \times}{\times \sqrt{\frac{B^{2} \delta_{\eta_{1,1}}^{2} + \delta_{\eta_{1,2}}^{2} + B^{2} \delta_{\eta_{2,1}}^{2} + \omega \delta_{\eta_{2,1}} \delta_{\eta_{2,2}}}}, \quad (6. 140)$$

где A и B — относительные количества мешающих радиоактивных элементов, приведенные по их излучениям к концентрации элемента \hat{Q}_1 :

$$\Lambda = \frac{Q_2}{Q_1} \, \ddot{\kappa}_{0, 1}, \tag{6.141}$$

$$B = \frac{1}{A}; \tag{6.142}$$

δ_{η_{l, j}} — относительный дрейф чувствительности к *j*-му элементу по *i*-му режиму или виду излучения.

Если дрейфом чувствительности в одном из режимов можно пренебречь (например, дрейфом чувствительности $\eta_{1,1}$ и $\eta_{1,2}$ на установке ЛАС при измерениях в интегральном режиме), то относительные ошибки анализов в связи с дрейфом чувствительности будут равны

$$\delta_{Q_{1, \mu}} = \frac{\sigma_{Q_{1, \mu}}}{Q_{1}} = \frac{\sigma_{\varkappa_{1}} + A \sigma_{\varkappa_{2}}}{\varkappa_{2} - \varkappa_{1}}, \qquad (6.143)$$

$$\delta_{Q_{2,R}} = \frac{\sigma_{Q_{2,R}}}{Q_2} = \frac{\sigma_{\chi_1} + B\sigma_{\chi_1}}{\chi_2 - \chi_1}, \qquad (6.144)$$

где σ_{\varkappa_1} и σ_{\varkappa_2} — абсолютные значения дрейфа коэффициентов приведения \varkappa_1 и \varkappa_2 .

Наличие корреляции между величинами чувствительности установки к двум элементам, содержащимся в пробе, как следует из выражений (6. 139) и (6. 140), ухудшает точность анализа.

Подобным же образом сказывается отрицательная корреляция между чувствительностями в разных режимах.

В случае положительной корреляции между чувствительностями в разных режимах влияние нестабильности установки на точность анализов уменьшается и при определенных условиях может быть полностью скомпенсировано. Поэтому во всех случаях, когда это возможно, систему питания установок или методику анализа необходимо выбирать, исходя из условия получения положительной корреляции между чувствительностями установки в разных режимах. Общую ошибку анализа нетрудно найти по формуле (6. 136), подставив в нее найденные выражения для отдельных составляю. щих.

Рассматривая формулы (6. 137)—(6. 140), можно заметить принципиальное различие влияний статистических и аппаратурных ошибок на результаты анализа. Статистические ошибки изменяются пропорционально корню квадратному из содержаний определяемых радиоактивных элементов и даже при отсутствии последних не равны нулю. Ошибки, обусловленные дрейфом чувствительности, пропорциональны содержаниям определяемых элементов и при измерении фона равны нулю. Отсюда ясно практическое значение ошибок рассматриваемых типов: при малых содержаниях радиоактивных элементов в пробе влияние аппаратурных ошибок (как и ошибок, связанных с вещественным составом проб) практически отсутствует; при значительных содержаниях основную роль, наоборот, играют ошибки аппаратурные и связанные с вещественным составом проб; влияние статистических флюктуаций в этом случае ничтожно.

Далее отдельно рассматривается влияние статистических и аппаратурных ошибок на точность анализа.

48. Влияние дрейфа чувствительности измерительной установки на точность анализов

Как указывалось выше, роль дрейфа чувствительности установки увеличивается с увеличением содержания определяемого элемента. Поэтому рассматриваемые далее методические рекомендации особенно важно учитывать при анализах высокоактивных проб.

Точность радиометрического анализа элемента Q₁ может быть задана линейным уравнением средней абсолютной ошибки ¹

$$\sigma_{Q_{j, H}} = \upsilon_{0, Q_{j, H}} + \dot{\upsilon}_{0, Q_{j, H}} Q_{j}, \qquad (6.145)$$

в соответствии с которым необходимая точность анализов будет иметь место лишь в случаях, когда фактическая относительная ошибка $\delta_{Q_{j,\Phi}}$ связана с заданной абсолютной ошибкой $\sigma_{Q_{j,B}}$ неравенством

$$\delta_{Q_{j,\Phi}} \leqslant \frac{\sigma_{0,Q_{j,H}}}{Q_{j}} + \delta_{0,Q_{j,H}}.$$
 (6.146)

При достаточно высоких значениях Q_i (т. е. когда первым слагаемым в правой части неравенства (6. 146) можно пренебречь) возможность выполнения анализа с заданной точностью определяется неравенством

$$\delta_{Q_{j,\Phi}} \leqslant \delta_{0,Q_{j,H}}. \tag{6. 147}$$

¹ Здесь и далее индекс и относится к заданной величине (нормированной), а индекс ф — к фактической.

Таким образом, даже в практически нереальном случае полного исключения других источников ошибок влияние дрейфа чувствительности должно быть меньше $\delta_{0,Q_{j,R}}$. Поскольку последняя обычно не превышает 5% (0,05), ошибки анализа, связанные с этим параметром, должны составлять 1—2%. Это весьма жесткое условие всегда должно учитываться при планировании измерений.

Влияние дрейфа чувствительности на точность анализа в общем виде было установлено выше. Рассмотрим этот вопрос для некоторых частных случаев.

Чтобы оценить зависимость дрейфа чувствительности установки от ее коэффициента разделения и относительного содержания мешающего элемента в анализируемой пробе, сначала будем считать, что относительная величина дрейфа чувствительностей во всех режимах одинакова, т. е.

$$\delta_{\eta_{l,j}} = \delta_{\eta}. \tag{6.148}$$

Введем коэффициенты Y_1 и Y_2 , показывающие, во сколько раз относительные ошибки анализов элементов \hat{Q}_1 и Q_2 , обусловленные дрейфом чувствительности, окажутся больше относительного дрейфа чувствительности установки:

$$Y_{1} = \frac{{}^{0}Q_{1, \mu}}{\delta_{\eta}}, \qquad (6.149)$$

$$Y_2 = \frac{\hat{Q}_{2, A}}{\hat{\delta}_{11}}.$$
 (6.150)

Учитывая в формулах (6. 139) и (6. 140) условие (6. 148), получим

$$Y_{1} = \frac{1}{(\omega - 1)} \sqrt{2A\omega (A\omega + \omega + 1) + \omega^{2} + 1}, \quad (6.151)$$

$$Y_{2} = \frac{1}{(\omega - 1)} \sqrt{2B(B + \omega + 1) + \omega^{2} + 1}.$$
 (6.152)

На рис. 69 приведены графики зависимости функций Y_1 и Y_2 от относительного количества мешающих элементов A и B для различных коэффициентов разделения, из которого видно, что ошибки анализа из-за дрейфа чувствительности установки возрастают с уменьшением коэффициента разделения и с увеличением количества мешающих элементов. Особенно резко эти ошибки возрастают для коэффициентов разделения, меньших 3. Влияние мешающего элемента носит линейный характер.

Чем больше в пробе мешающего элемента, тем более высокий коэффициент разделения необходим. Однако, как видно из рис. 69, увеличение коэффициента разделения от 5 до 10 не приводит к существенному снижению ошибки анализа в связи с дрейфом чувствительности. Таким образом, если дрейф чувствительности одинаков по относительной величине, коэффициент разделения установки должен быть не менее 3. Если увеличение коэффициента разделения приводит к ухудшению чувствительности, то, очевидно, не имеет смысла увеличивать его до значений, больших 5.



Рис. 69. Зависимость относительных ошибок (у1 и у2) анализа от относительного количества мешающих элементов А и В.

Шифр прямых—коэффициент со разделения установки. При использовании конкретных измерительных установок и методов анализа зависимость дрейфа чувствительности в разных режимах измерений может отличаться от рассмотренной выше, поэтому ее нужно специально исследовать.

Так, например, для выяснения зависимости дрейчувствительности на фа установке ЛАС в разных исследованиями режимах что в больустановлено, шом диапазоне коэффи-(от разделения циентов V, величина 1,05 до 8) равная

$$V = \frac{\varkappa_{\rm Th} - \varkappa_{\rm Th_0}}{\sqrt{\varkappa_{\rm Ra}}}, \quad (6.\ 153)$$

оказывается постоянной для данного энергетического уровня E_0 начальной дискриминации гамма-лучей. Повышение E_0 приводит к увеличению V.

Обработка данных по 137 парам и_{ть} и и_{R2}, изме-

ренных на установке ЛАС, показала, что между этими величинами при начальной дискриминации гамма-лучей свищовым фильтром толщиной 2 мм существует зависимость

$$\kappa_{\rm Th} = 0.32 \sqrt{\kappa_{\rm Ra}} + 0.028$$
: (6.154)

Величина $\varkappa_{Th_0} = 0,0028$ по физическому смыслу соответствует значению \varkappa_{Th} при полном отделении гамма-лучей радия ($\varkappa_{Ra} = 0$).

Для практических целей малой величиной ить, можно пренебречь. В этом случае

$$\varkappa_{\rm Th} = V \sqrt{\varkappa_{\rm Ra}}.$$
 (6. 155)

Абсолютную величину дрейфа коэффициентов приведения для установок, в которых они связаны зависимостью типа (6. 155), можно определить дифференцированием этой формулы:

$$\sigma_{\varkappa_{\rm Th}} - \frac{V^2}{2\varkappa_{\rm Th}} \frac{\sigma_{\varkappa_{\rm Ra}}}{2\varkappa_{\rm Th}}.$$
 (6. 156)

Из последнего выражения легко найти зависимость между относительным дрейфом величии:

$$\delta_{\varkappa_{\rm Th}} = \frac{\delta_{\varkappa_{\rm Ra}}}{2}.$$
 (6. 157)

Зависимость типа (6. 155) имеет теоретическое и практическое значение; в частности, как будет показано далее, благодаря применению формулы (6. 155) можно определить оптимальный коэффициент разделения в связи со статистическими ошибками.

С помощью выражения (6. 155) можно по ж_{ть} рассчитать величину ж_{Ra}. Это позволит не только существенно уменьшить затраты времени на определение рабочих коэффициентов, по и оценить ж_{Ra} точнее, чем по результатам непосредственных измерений.

Очевидно, что если зависимость типа (6. 155) устанавливается для конкретной установки на основе корреляции многочисленных опытных данных, то \varkappa_{Ra} по \varkappa_{Th} или \varkappa_{Th} по \varkappa_{Ra} определяются по найденной зависимости значительно точней, чем по результатам однократного измерения одной из этих величин.

Принимая, что для дрейфа чувствительности справедлив закон (6. 155), находим с помощью выражений (6. 143) и (6. 144) зависимость относительной ошибки анализа ($\delta_{Q_{1, H}}, \delta_{Q_{2, H}}$) от относительной ошибки дрейфа чувствительности одного из \varkappa (например \varkappa_1):

$$\delta_{Q_{1, \pi}} = \delta_{\kappa_1} \frac{2 + A\omega}{2(\omega - 1)}, \qquad (6.158)$$

$$\delta_{Q_{2, A}} = \delta_{\varkappa_{1}} \frac{\omega + 2B}{2(\omega - 1)} = \delta_{\varkappa_{2}} \frac{\omega + 2B}{\omega - 1}.$$
 (6.159)

В качестве примера оценки влияния дрейфа чувствительности установки на точность анализа рассмотрим случаи анализа проб с коэффициентом разделения $\omega = 3$ при $\frac{Q_{\text{Ra}}}{Q_{\text{Th}}} = 2$ (проба № 1) и $\frac{Q_{\text{Th}}}{Q_{\text{Ra}}} = 2$ (проба № 2).

Если относительный дрейф чувствительности одинаков и равен δ_η, то для пробы № 1 по рис. 69 или по формулам (б. 151) и (б. 152) находим

$$\begin{split} \delta_{Q_{\text{Ra}}} &= 2,9\delta_{\eta},\\ \delta_{Q_{\text{Th}}} &= 2,4\delta_{\eta}, \end{split}$$

$$\begin{split} &\delta_{Q_{\text{Ra}}} = 2,6\delta_{\eta},\\ &\delta_{Q_{\text{Th}}} = 5,0\delta_{\eta}. \end{split}$$

В случае закона дрейфа чувствительности типа (6. 155) по формулам (6. 158) и (6. 159) находим, что для пробы № 1

$$\delta_{Q_{Ra}} = 1, 1 \delta_{\varkappa_{Ra}}$$

И

$$\delta_{Q_{\mathrm{Th}}} = 1,4\delta_{\varkappa_{\mathrm{Ra}}},$$

а для пробы № 2

$$\delta_{Q_{Ra}} = 0.00_{\varkappa_{Ra}}$$

8

$$b_{Q_{Th}} = 3.3b_{\pi_{Ra}}$$

49. Влияние статистических флюктуаций скорости счета на точность анализов

Сначала рассмотрим случай анализа «пустой» пробы ($Q_1 = Q_2 = 0$). Так как при этом согласно выражениям (6. 139) и (6. 140) дрейф чувствительности измерительной установки можно вовсе не учитывать, общие ошибки анализа Q_1 и Q_2 будут равны

$$\sigma_{0, Q_{1}} = \frac{\sqrt{2}}{(\omega - 1) \eta_{1, 1}} \sqrt{\frac{\omega^{2} \phi_{1}}{t_{1}} + \frac{\phi_{2}}{t_{2} \varkappa_{1}^{2}}}, \qquad (6.160)$$

$$\sigma_{0, Q_{2}} = \frac{\sqrt{2}}{(\omega - 1) \eta_{1, 2}} \sqrt{\frac{\phi_{1}}{t_{1}} + \frac{\phi_{2}}{t_{2} \varkappa_{1}^{2}}}.$$
 (6.161)

По формулам (6. 160) и (6. 161) можно (см. часть 2) определить пороги чувствительности анализов на элементы Q_1 и Q_2 :

$$L_{Q_1} = 3\sigma_{o, Q_1}, \tag{6. 162}$$

$$L_{Q_{\bullet}} = 3\sigma_{0,Q_{\bullet}}. \tag{6. 163}$$

Далее рассмотрим вопрос о выборе для многоканальных установок оптимального полного времени измерений T_o , а для установок с раздельным счетом по каналам или видам излучений наилучшего соотношения времен наблюдений:

$$\tau_{0} = \frac{t_{2}}{t_{1}} \tag{6. 164}$$

при

$$T_{0} = t_{1} + t_{2}. \tag{6. 165}$$

356

Будем считать заданными или известными следующие параметры:

а) требуемую точность анализа, заданную, например, уравнением средней случайной ошибки вида (6. 145);

б) среднюю величину абсолютных ошибок, не связанных со статистическими флюктуациями счета V_{Q_f} (ошибки в связи с дрейфом чувствительности, различием физического состава проб и эталонов и т. п.), которые приближенно пропорциональны измеряемой величине:

$$V_{Q_j} = \Delta_{Q_j} Q_j; \tag{6.166}$$

в) параметры установки n_{l. l}, и_l.

Для дрейфа чувствительности выражение (6. 166) выводится из уравнений (6. 139) и (6. 140); для других нестатистических ошибок подобная закономерность может быть также доказана теоретически.

В случае, когда активность анализируемых проб много выше фона, величины τ_0 для элементов Q_1 , Q_2 соответственно равны¹

$$\tau_{0,1} = \frac{Z_1}{\omega \, \sqrt{\varkappa_1}}, \qquad (6.167)$$

$$\tau_{0,2} = \frac{Z_1}{V_{\chi_1}} - \frac{\tau_{0,1}}{\omega};$$
 (6.168)

где

$$Z_1 = \sqrt{\frac{1+\omega A}{1+A}}.$$
 (6. 169)

Величина Z_1 мало зависит от A. Так, при изменении A от 0 до ∞ величина Z_1 изменяется от 1 до $V \omega$. Поскольку ω обычно не выше 5, величину Z_1 в среднем можно принять равной 1,5.

Для слабоактивных проб оптимальные отношения времен соответственно равны

$$\overline{\tau}_{0,1} - \frac{Z_2}{\omega x_1}, \qquad (6.170)$$

$$\tau_{0,2} = \frac{Z_2}{\varkappa_1}, \qquad (6.171)$$

где

$$Z_2 = \sqrt{\frac{\phi_2}{\phi_1}}$$
. (6. 172)

Очевидно, что

$$\tau_{0,2} > \tau_{0,1}$$
 (6. 173)

¹ Формулы (б. 167) и (б. 168) получены из уравнений (б. 187) и (б. 138) обычным приемом нахождения минимума функций.

При необходимости выбора из двух только одного значения то выбирают нанбольшее, т. е. в нашем случае то, 2.

Если в уравнениях (6. 137) и (6. 138) t_1 и t_2 выразить через τ_0 и T и решить их относительно T, то для элемента \hat{Q}_1 полное время анализа составит

$$T_{1} = \frac{Q_{1}f_{1}}{\sigma_{Q_{1},c_{1}}\eta_{1,1}},$$
 (6.174)

где

$$f_{1} = \frac{1}{(\omega - 1)^{2}} \left[\omega \sqrt{1 + A} + \sqrt{\frac{1 + \omega A}{\varkappa_{1}}} \right]^{2}$$
(6.175)

Аналогично для элемента Q2

$$\overline{T}_{2} = \frac{Q_{2}f_{2}}{\delta^{2}_{Q_{2}, cr}\eta_{1, 2}}, \qquad (6.176)$$

где

$$f_2 = \frac{1}{(\omega - 1)^2} \left[\sqrt{1 + B} + \sqrt{\frac{\omega + B}{\varkappa_1}} \right]^2 = \frac{(\sqrt{f_1} - \sqrt{1 + A})^2}{A}.$$
 (6.177)

Величины f_1 и f_2 являются функциями коэффициента разделения установки и относительного количества мешающего элемента.

На рис. 70 приведены зависимости \hat{f}_1 и f_2 от ω для различных значений A (от 0 до 5), вычисленные для установки, в которой \varkappa_1 и \varkappa_2 связаны зависимостью типа (6. 155) при V = 0.35.

Так как при прочих равных условиях величины f_1 и f_2 пропорциональны полному времени анализа, то очевидно, что минимальное значение этих величии f наиболее выгодно. Из рис. 70 видно, что f_1 принимает минимальное значение при $\omega = 4$ практически независимо от относительного количества мешающих элементов, а f_2 — также при $\omega = 3,5 \div 5,5$ — в зависимости от количества мешающих элементов.

С увеличением коэффициента разделения от 5 до 10 резко увеличивается величина f_1 , а следовательно, и T_1 ; однако это мало сказывается на f_2 и T_2 .

Таким образом, можно считать, что в рассматриваемом случае величина оптимального коэффициента разделения практически равна 4.

Для установок с другим законом зависимости ж₁ от ж₂ оптимальный коэффициент разделения может быть установлен аналогичным образом.

Для расчета продолжительности измерения допустимую ошнбку анализа *j*-го элемента необходимо расчленить на ошибки статистического $\sigma_{Q_j, \text{ н. ст}}$ и нестатистического V_{Q_j} характера

$$\sigma_{Q_{i, \text{B}}} = \sqrt{\sigma_{Q_{i, \text{B}, \text{ct}}}^2 + V_{Q_{i}}^2}$$
(6.178)

и в формулы (6. 174) и (6. 176) вместо $\sigma_{Q_{1, cT}}$ и $\sigma_{Q_{2, cT}}$ подставить соответствующие значения из выражения (6. 178). В этом случае

$$T_{1} = \frac{Q_{1f_{1}}}{\eta_{1,1} \left(\sigma_{Q_{1,H}}^{2} - V_{Q_{1}}^{2}\right)},$$
 (6.179)



Рис. 70. Зависимость величин f_1 и f_2 от коэффициента разделения установки для различных значений A и B при анализах радия и тория на установке ЛАС.

Рассматривая формулы (6. 175), (6. 177)—(6. 180), можно заметить, что полное время анализа зависит от содержания анализируемого элемента, относительного количества мешающего элемента (А или В) и параметров установки.

Исследование функций (6. 179) и (6. 180) показывает, что зависимость полного времени анализа T от содержания определяемого элемента такова, что почти в пределах порядка определяемой величины время T может быть принято (с погрешностью около 20% общего времени) постоянным. Подобная зависимость полного времени анализа удачно сочетается с основным требованием методики массовых анализов — ее стандартностью, так как полное время анализа для нескольких классов содержаний определяемого элемента может быть одинаковым.
Зависимость полного времени анализа от относительного количества мешающих элементов часто можно учесть заранее, так как обычно это отношение (по крайней мере с точностью до ¹/₂ порядка) известно.

Из двух значений полного времени должно быть выбрано одно. Если необходимо определять один элемент (например, при бетагамма-анализе только уран), выбирают T для соответствующего элемента. Если же необходимо достаточно точно определить оба элемента (Q_1 и Q_2), из двух значений T выбирают наибольшее — T_2 .

элемента (Q_1 и Q_2), из двух значений T выбирают наибольшее — T_2 . Уравнения (6. 179) и (6. 180) показывают, что величины T_1 и T_2 для данных f_1 и f_2 имеют максимумы соответственно при содержаниях

$$Q_{1, \max} = \frac{\sigma_{0. Q_{1, H}}}{\sqrt{\delta_{0. Q_{1, H}}^2 - \Delta_{Q_1}^2}}; \qquad (6.181)$$

$$Q_{2, \max} = \frac{\sigma_{o, Q_{2, H}}}{\sqrt[7]{\sigma_{o, Q_{2, H}}^2 - \Delta_{Q_2}^2}}, \qquad (6.182)$$

равные соответственно

$$T_{1, \max} = \frac{f_1}{2\eta_{1, 1} \left(\sigma_{0, Q_{1, H}} \delta_{0, Q_{1, H}} + \sigma_{0, Q_{1, H}} \right) \sqrt{\delta_{0, Q_{1, H}}^2 - \Delta_{Q_1}^2}, \quad (6.183)$$

$$T_{2, \max} = \frac{f_2}{2\eta_{1, 2} \left(\sigma_{0, Q_{2, H}} \delta_{0, Q_{2, H}} + \sigma_{0, Q_{2, H}} \right) / \hat{o}_{0, Q_{2, H}}^2 - \hat{\Delta}_{Q_2}^2 \right)}.$$
 (6.184)

В предельном случае ($\delta_{o, Q_{j, H}} = \Delta Q_i$) получим выражения для наибольшего максимального полного времени:

$$T_{1, \max} = \frac{f_1}{2\eta_{1, 1}\sigma_{0, Q_{1, H}}\delta_{0, Q_{1, H}}}, \qquad (6.185)$$

$$T_{2, \max} = \frac{f_2}{2\eta_{1, 2}\sigma_{0, Q_{2, H}}\delta_{0, Q_{2, H}}}.$$
 (6.186)

В случае, когда $\Delta_{Q_j} > \delta_{o,Q_{j,H}}$ добиться заданной точности, не снизив до необходимой величины аппаратурные и физические ошибки, даже при бесконечно большом времени наблюдений невозможно.

Используя рассмотренную общую теорию оценки случайных ошнбок анализа двукомпонентных проб, можно определить оптимальные условия анализов в различных практических случаях.

При анализах на уран бета-гамма-методом формула для случайной абсолютной ошибки анализа в связи со статистическими флюктуациями счета имеет вид:

$$\sigma_{\rm U} = \sqrt{l^2 \sigma_{A_{\beta}}^2 + (l-1)^2 \sigma_{A_{\gamma}}^2}, \qquad (6.187)$$

где σ_{Ав} и σ_{Ау} — среднне абсолютные ошибки измерения бета-и гамма-активности; *l* — рассчитывается по долям урана в общем излучении урано-радиевого ряда по бета- (а_в) и гамма-(а_у) излучениям с помощью формулы

$$l = \frac{1 - a_{\gamma}}{a_{\beta} - a_{\gamma}}.\tag{6.188}$$

Стносительная ошибка анализа на уран (Х. Б. Межиборская и др., 1960) равна

$$\delta_{\rm U} = \frac{\sqrt{l^2 \delta_{A_{\beta}}^2 + (l-1)^2 \left(\frac{A_{\gamma}}{A_{\beta}}\right)^2 \delta_{A_{\gamma}}^2}}{l - (l-1) A_{\gamma}/A_{\beta}}, \qquad (6.189)$$

где δ_{Аβ} и δ_{Αγ} — относительные ошибки измерения бета- и гаммаактивности проб.

Из уравнения (6. 189) видно, что относительная ошибка анализа на уран при прочих равных условиях возрастает с увеличением отношения гамма-активности к бета-активности $\frac{A_{\cdot}}{A_{\beta}}$. а следовательно, с увеличением как коэффициента радиоактивного равновесия между радием и ураном, так и содержания тория.

Ошибка анализа на уран минимальна для проб, не содержащих радия и тория.

Пользуясь выражением (б. 137), формулу (б. 189) можно записать также следующим образом:

$$\sigma_{U} = \int \frac{l^{2} \frac{A_{\beta}}{i_{1}} + (l-1)^{2} \frac{A_{\gamma}}{i_{2}}}{+ 2\left[\frac{l^{2} \phi_{\beta}}{t_{1}} + \frac{(l-1)^{2} \phi_{\gamma}}{t_{2}} + \frac{(l-1)^{2} \phi_{\gamma}}{t_{2}}\right]}$$
(6. 190)

Полагая в выражении (6. 190) $A_{\beta} = A_{\gamma}$, находим ошибку $\sigma_{o, U}$. Эта величина составляет $\frac{1}{3}$ порога чувствительности анализа на уран, поэтому может быть использована для его определения.

Если при бета- и гамма-анализе определяют только уран, то, согласно выражению (6. 167), оптимальное отношение времен бетаи гамма-измерений следует определять по уравнению

$$\tau_{o,U} = \frac{t_{2(\gamma)}}{t_{1(\beta)}} = \frac{l-1}{l} \sqrt{\mu \frac{S_{\gamma}}{S_{\beta}}}, \qquad (6.191)$$

где µ — отношение чувствительностей установки по бета- и гаммаизлучениям, т. е.

$$\mu = \frac{\eta_{U(\beta)}}{\eta_{U(\gamma)}}; \qquad (6.192)$$

с. и S. — рассчитываются по значениям долей *a*_в и *a*_ν, коэффи цпента равновесия *K* между радием и ураном и коэффициента нирования α с помощью выражении

$$a_{\beta} + (1 - a_{\beta}) K (1 - \alpha),$$
 (6. 193)

$$a_{v} + (1 - a_{y}) K (1 - \alpha).$$
 (6. 194)



Рис. 71. К определению оптимального отношения времени измерения γ (t_2 (γ) к β (t_1 (β) активности в зависимости от μ отношения чувствительности установки по бета-лучам [η_{U} (β)] к чувствительности установки к гамма-излучению [η_{U} (γ)].

Шифр кривых—коэффициент радиоактивного равновесия K, исправленный на эманирование $K_1 = K (1 - \alpha)$.

Так как обычно $\iota \approx 2$. $a_{\beta} \approx 0,5$, $a_{\gamma} \approx 0$, то выражения (6: 193) и (6. 194) упрощаются следующим образом:

$$\beta = \frac{1 + K(1 - \alpha)}{2} - \frac{1}{2},$$

= $K(1 - \alpha) = K_1.$

$$\mathbf{r}_{0} = \frac{1}{2} \mathbf{I} - \frac{1}{2} \mathbf{I}$$
 (6. 195)

Н приведен график зависимости $\tau_{o. U}$ от μ для различных значений K_1 , построенным на основаним расчета по формуле (6. 195).

* *

Полное время анализа находят по выражению (6. 174), в которое подставляют соответствующие данному случаю величины

$$T = \frac{Q_{U}f_{1}}{\eta_{U(\beta)}o_{Q_{U}}^{2}},$$
 (6. 196)

где



или, учитывая выражения (6. 193) и (6. 194),

 $f_1 = 2 (1 + K_1) + \mu K_1 + \sqrt{8\mu K_1 (1 + K_1)}.$ (6. 198)

На рис. 72 приведен график функции f_1 для различных значеший K_1 и μ .

По формуле (6. 183) максимальное полное время анализа равно

$$T_{\max} = \frac{f_1}{2\eta_{U(\beta)}\sigma_{o, U, H}[\delta_{o, U, H} + \sqrt{\delta_{o, U, H}^2 - \Delta_U^2}]}.$$
 (6.199)

При планировании измерений время анализа во всех случаях целесосбразно выбирать по максимальному полному времени, что создает некоторый резерв точности, учитывающий другие непредвиденные источники ошибок. Принятое время анализа может быть снижено (но не менее чем до 1 *мин*) лишь при измерениях активности проб с низкой или очень высокой концентрацией урана.

Рассмотрим, например, расчет затрат полного времени на анализ при следующих условиях: бета-измерения выполняются на установке ДП-100 при чувствительности по (в) = 10 000 имп/мин на 1% урана в равновесии (тарелка с пробой находится под счетчиком СТС-6), гамма-измерения — на той же установке при чувствительности на навеску 200 г $\eta_{U(\gamma)} = 2000 \ umn/mun$ на 1% урана в равновесии (проба в стакане и фильтр расположены вокруг счетчика СТС-6).

Допустимая погрешность рассчитана по уравнению $\sigma_{U, n} = 1,7 \cdot 10^{-3} + 0,03 Q_U$, а величина $\Delta_{U, n} = 0,02$.

При $\mu = \frac{10000}{2000} = 5$ время исследования

$$T = \frac{Q_{\rm U} f_{\rm 1}}{10^4 \left[(1,7 \cdot 10^{-3} + 0,03Q_{\rm U})^2 - (0,02Q_{\rm U})^2 \right]}.$$

Максимум Т согласно уравнению (6. 181) наблюдается при

$$Q_{\rm U} = \sqrt{\frac{(1,7\cdot10^{-3})^2}{(0,03)^2 - (0,02)^2}} = 0,076\%$$

и равен в соответствни с формулой (6. 183)

$$T_{\max} = \frac{f_1}{2 \cdot 1 \cdot 10^4 \cdot 1, 7 \cdot 10^{-3} [0,03 + \sqrt{(0,03)^2 - (0,02)^2}]} = \frac{f_1}{1,78}.$$

Распределение времени на бета- и гамма-измерения согласно выражению (6. 195) должно быть следующим:

$$\tau_{o, U} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{2.5K_1}{1+K_1}} = 1.6 \sqrt{\frac{K_1}{1+K_1}}.$$

Для обычных проб ($K_1 = 1$) при $\mu = 5$, $f_1 = 18$ и $\tau_{o, U} = 1,13$, а для проб с резким избытком радия ($K_1 = 5$) при $\mu = 5$, $f_1 = 72$ и $\tau_{o, U} = 1,46$.

Полное максимальное время анализа в случае $\bar{K}_1 = i$ равно

$$T_{\text{niax}} = \frac{18}{1,78} \approx 10$$
 мин

при следующем распределении по видам излучений: $t_{1(B)} = 4,7$ мин, $t_{2(\gamma)} = 5,3$ мин или, округляя, по 5 мин на измерение излучения каждого вида.

Для $K_1 = 5$ при $t_{1(\beta)} = 16$ мин и $t_{2(\beta)} = 24$ мин

$$T_{\text{max}} = \frac{70}{1,78} = 40$$
 мин.

На рис. 73, где показана зависимость изменения полного времени анализа от содержания урана для различных K_1 , видно, что кривая относительно максимума некритична и имеет своего рода «плато» времени, простирающееся почти на порядок измеряемой величины.

Произведем аналогичный расчет времени бета-гамма-анализа навески 200 г в стаканах на сцинтилляционной установке ЛАС



<u>Пля</u> $\mu = 0,06$ и $K_1 = 1$ $f_1 = 5$, а полное время анализа T = 3 *мин* (при $\tau_{0, U} = 0,12$). Приняв $t_{2(\gamma)}$ равным 1 *мин*, получим, что $t_{1(\beta)}$ составляет 2 *мин*.

Ошибки определения радия и тория по различным методикам можно подсчитать по формулам (6. 137) и (6. 138), полагая в них $Q_1 = Q_{Ra}$ и $\hat{Q}_2 = Q_{Th}$.

Оптимальное отношение $t_{2(\gamma)}/t_{1(\gamma)}$ зависит от задач исследований. Если необходимо более точно определить элемент Q_1 , величину τ_0 рассчитывают по формуле (6. 167); формула (6. 138) используется в случае, когда определить более точно нужно Q_2 . Для слабоактивных проб τ_0 выбирают аналогично по формулам (6. 170) и (6. 171).

Полное время анализа определяют так же, как в случае бетагамма-анализа.

§ 50. Ошибки радиометрического анализа многокомпонентных проб

В качестве примера рассмотрим способ оценки ошибок для случая раднометрического анализа концентраций урана, радия, тория и калия по результатам измерений активности в 4 дифференциальных режимах дискриминации гамма-излучения.

Например, по данным измерений гамма-активности пробы A_1 , A_2 , A_3 и A_4 в 4 каналах установки ЛСУ-5К содержания урана Q_U , радия \hat{Q}_{R_2} , тория \hat{Q}_{Th} и калия \hat{Q}_K рассчитывают с помощью рабочих коэффициентов $\hat{Q}_{l,l}$ по следующим формулам:

$$Q_{\rm U} = u_{1,\rm U}A_1 + a_{2,\rm U}A_2 + a_{3,\rm U}A_3 + a_{4,\rm U}A_4, \qquad (6.200)$$

$$Q_{Ra} = a_{1, Ra} \dot{A}_{1} + a_{2, Ra} \dot{A}_{2} + a_{3, Ra} \dot{A}_{3} + a_{4, Ra} A_{4}, \qquad (6.201)$$

$$Q_{\rm Th} = a_{1, \rm Th}A_1 + a_{2, \rm Th}A_2 + a_{3, \rm Th}A_3 + a_{4, \rm Th}A_4, \qquad (6.202)$$

$$Q_{\rm K} = a_{1, \rm K} A_1 + a_{2, \rm K} A_2 + a_{3, \rm K} A_3 + a_{4, \rm K} A_4. \tag{6. 203}$$

Полагая, что все значения активности определяются независимо, для ошибок анализа можно записать следующие выражения:

$$\sigma_{\rm U} = \sqrt{a_{1,\,\rm U}^2 \sigma_{A_1}^2 + a_{2,\,\rm U}^2 \sigma_{A_2}^2 + a_{3,\,\rm U}^2 \sigma_{A_3}^2 + a_{4,\,\rm U}^2 \sigma_{A_4}^2}, \qquad (6.\ 204)$$

$$\sigma_{Ra} = \sqrt{a_{1, Ra}^2 \sigma_{A_1}^2 + a_{2, Ra}^2 \sigma_{A_2}^2 + a_{3, Ra}^2 \sigma_{A_3}^2 + a_{4, Ra}^2 \sigma_{A_4}^2}, \quad (6.205)$$

$$\sigma_{\rm Th} = \frac{1}{a_{1,\rm Th}^2 \sigma_{A_1}^2 + a_{2,\rm Th}^2 \sigma_{A_2}^2 + a_{3,\rm Th}^2 \sigma_{A_3}^2 + a_{1,\rm Th}^2 \sigma_{A_4}^2}, \quad (6.206)$$

$$\sigma_{\rm K} = \frac{1}{a_{1,\rm K}^2 \sigma_{A_1}^2 + a_{2,\rm K}^2 \sigma_{A_2}^2 + a_{3,\rm K}^2 \sigma_{A_3}^2 + a_{4,\rm K}^2 \sigma_{A_4}^2}. \qquad (6.207)$$

В формулах (6. 204)—(6. 207) ошибки определения активности рассчитаны по уравнению (6. 85).

Предположение относительно независимости ошибок измерешия активности в разных каналах для установок каждого типа должно быть проверено экспериментально. Если окажется, что какой-либо фактор (например, изменение питающего напряжения и т. п.) обусловливает зависимость между одновременно измеряемыми активностями ¹, в формулы (6. 204)—(6. 207) необходимо ввести дополнительные слагаемые.

ГЛАВА 13

СИСТЕМАТИЧЕСКИЕ ОШИБКИ ПРИ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЯХ

При радиометрическом анализе допускаемая систематическая ошибка исчисляется первыми единицами процентов от измеряемой величины. Поскольку число возможных причин систематических ошибок велико, необходимо еще до начала измерений принять все меры, чтобы по возможности точнее учесть влияние этих ошибок.

XXXV. ОШИБКИ ИЗМЕРЕНИЙ СКОРОСТИ СЧЕТА

При измерениях скорости счета систематические ошибки возникают в связи с ограниченной разрешающей способностью измерительной установки.

Наличие просчетов импульсов приводит к занижению скорости счета (см. часть 2).

Теоретически просчеты импульсов происходят при любой скорости счета, отличной от нуля, практически же до определенной величины ів просчетами импульсов можно пренебречь.

Если отклонение от линейности (нелинейность) не должно превышать о_т (%) для установки с мертвым временем т, то

$$i_{\rm B} \leqslant \frac{\delta_{\rm \tau}}{100\tau} \,. \tag{6.208}$$

Систематическая ошибка в скорости счета может быть обусловлена и систематическими ошибками счета времени. В практике радиометрических измерений такой случай довольно редок, поэтому далее не рассматривается. Заметим лишь, что секундсмеры или другие приборы для измерений интервалов времени, необходимо систематически проверять. Это замечание особенно относится к различного рода таймерам, у которых изменение неминалов конденсаторов и сопротивлений соответственно изменяет постоянную времени.

¹ Наличие зависимости между чувствительностями по всем каналам при изменении питающего напряжения на приборе ЛСУ-5К установлено экспериментально.

хххиі. Ошибки измерений Активности

При измерении активности систематические ощибки могут возникнуть по многочисленным причинам. Рассмотрим основные из них.

§ 51. Ошибки в связи с просчетами импульсов

Нетрудно показать, что относительная ошибка измерения активности в связи с просчетами импульсов для установок с непродлевающимся мертвым временем равна

$$\delta_{A,\tau} = \frac{\dot{A}_0 - \dot{A}}{A_0} = \tau_{\mathfrak{s}} \eta_0 \left(A - Q_{\mathfrak{s}} \right) \left(1 - \Phi \tau_{\mathfrak{s}} \right), \qquad (6.209)$$

где A_0 и A — активности, рассчитанные соответственно при введении поправки на просчет импульсов и без ее введения; η_0 — чувствительность установки; τ_3 — мертвое время.

Если просчеты импульсов всегда снижают скорость счета, то при измерениях активности, как следует из уравнения (6. 209), возможно как ее занижение ($A > Q_3$), так и завышение ($A < Q_3$) в зависимости от соотношения активности A пробы и номинала эталона Q_3 .

Если содержание радиоактивного элемента в эталоне равно активности пробы, последнюю определяют безошибочно независимо от величины просчетов импульсов. Относительная ошибка измерения активности $\hat{o}_{A,\tau}$ может быть меньше и больше относительной ошибки скорости счета, не исправленной на просчет $\delta_{L,\tau}$.

Эффект уменьшения влияния ошибок в связи с просчетами импульсов ($\delta_{A,\tau} < \delta_{i,\tau}$) будет иметь место при условии

$$A > |A - Q_{\mathfrak{s}}| (1 + A \eta_0 \tau_{\mathfrak{s}}), \qquad (6.210)$$

а эффект увеличения ($\delta_{A, \tau} > \delta_{l, \tau}$) при

$$A < |A - Q_{\mathfrak{s}}| (1 + A\eta_{0}\tau_{\mathfrak{s}}). \tag{6.211}$$

Так, при измерении активности пробы A = 1,2%-экв урана с эталоном $Q_3 = 1\%$ урана на установке с параметрами $\eta_0 =$ $= i0^{\circ}$ имп/мин на 1% урана, $\tau_3 = 5 \cdot 10^{-6}$ мин и фоне $\phi =$ = 50 имп/мин относительная величина $\hat{o}_{l,\tau}$ просчетов импульсов равна 4,7%, а ошибка в определении активности $\delta_{A,\tau}$ из-за того, что просчеты не учитываются, составляет всего 1%, т. е. в этом случае эффект просчетов при определении активности ослаблен в 4,7 раза.

в 4,7 раза. Если в формуле (6. 209) пренебречь величиной просчетов при $\Phi \tau = 0$ и обозначить $\Delta A = A - Q_3$, то для $\delta_{A, \tau} = 0.01$

$$\tau_{2} = \frac{0.01}{\eta_{0} \Delta A}.$$
 (6. 212)

По формуле (6. 212) построена номограмма (рис. 74); с ее помощью легко оценить предельную разность ΔA , до которой влиянием просчетов импульсов при измерениях активности можно пренебречь. Например, если активность измеряется при использовании установки с чувствительностью $\eta_0 = 10^4$ имп/мин на 1%

урана в равновесии, то при $\tau_{3} = 5 \cdot 10^{\circ}$ mun no homoграмме (см. рис. 74) можно найти, что $\Delta A = 0,2\%$ -экв урана. Это значит, что относительная ошибка измерения активности в связи с просчетами импульсов превышает 1% только в случаях, когда разность активности пробы и номинала эталона будет больше 0,2% -экв урана. В частности, если эта разность составляет 0,5%-экв урана, просчет импульсов обусловит относительную ошибку в определении активности, равную 0,5:0,2=2,5%.

§ 52. Ошибки, зависящие от используемых эталонов

Номиналы серийных эталонов Q_3 , не имеющих инди- 10 видуальных паспортов, всегда имеют некоторую систематическую ошибку ΔQ_3 , которая является случайной по отношению ко всем эталонам данной серии. Кроме того, в эталоне могут находиться примеси других радиоактивных элементов: в эталоне урана —



Рис. 74. Номограмма однопроцентных просчетов импульсов при измерениях активности A с эталоном Q_э в зависимости от чувствительности η и мертвого времени τ установки.

Шифр кривых — величаны $\Delta A = A - Q_{2}$

элементов: в эталоне урана — примеси тория и калия, в эталопе тория — примеси урана и калия и т. д.

Необходимо иметь в виду также ошибки, возникающие в связи с эманированием эталона, а также с различием в плотности используемых для измерений эталона и проб.

При относительной ошибке номинала эталона δ_{Q_3} относительная систематическая ошибка измерений активности проб, определенной с применением этого эталона, такова же:

$$\delta_A = \frac{A_0 - A}{A} = \delta_{Q_3}. \tag{6.213}$$

Поэтому, если обнаружено, что абсолютная систематическая ошибка определения активности пропорциональна измеренной активности, необходимо прежде всего обратить внимание на правильность номинала эталона.

Рассмотрим ошибки в связи с наличием радиоактивных примесей в эталоне.

Обозначим количества примесей тория (в равновесии) по отношению к номиналу эталона в урановом эталоне через

$$\theta = \frac{Q_{\text{Th}(U)}}{Q_{\text{U}}}, \qquad (6.214)$$

а урана (в равновесии) в эталоне тория через

$$r = \frac{Q_{\rm U}({\rm Th})}{Q_{\rm Th}}$$
 (6.215)

Если истинное содержание урана в эталоне равно Q_U , исправленный на наличие примесей тория номинал при измерениях по бета-излучению составляет

$$Q_{U(\beta)} = Q_U(1 + C_{\beta}\theta),$$
 (6.216)

а при измерениях по гамма-излучению

$$Q_{U(\gamma)} = Q_U (1 + C_{\gamma} \theta),$$
 (6. 217)

где C_в и C_у — урановые эквиваленты тория по бета- и гаммаизлучениям.

Апалогично для торневого эталона, имеющего примеси урана,

$$Q_{\mathrm{Th}\,(\beta)} = Q_{\mathrm{U}}\left(1 + \frac{r}{C_{\beta}}\right),\tag{6.218}$$

$$Q_{\mathrm{Th}\,(\gamma)} = Q_{\mathrm{U}}\left(1 + \frac{r}{C_{\gamma}}\right). \tag{6.219}$$

Если, кроме того, необходимо выразить результаты измерений активности в % эквивалентного урана в равновесии, в величину номинала эталона необходимо еще ввести коэффициенты

$$S_{\beta} = a_{\beta} + (1 - a_{\beta}) (1 - \alpha_{3}) K_{3},$$
 (6. 220)

$$S_{\gamma} = a_{\gamma} + (1 - a_{\gamma}) (1 - \alpha_{\beta}) K_{\beta},$$
 (6. 221)

где a_{β} и a_{γ} — доли бета- и гамма-излучений урана в общем излучении элементов урано-радиевого ряда; $\alpha_{\mathfrak{s}}$ — коэффициент эманирования эталона; $K_{\mathfrak{s}}$ — коэффициент радиоактивного равновесия между радием и ураном в эталоне.

Все величины, необходимые для введения поправок \hat{S}_{β} и \hat{S}_{γ} (за исключением a_{β} и a_{γ}), обычно указаны в паспортах эталонов.

Знание точных значений a_{β} и a_{γ} в формулах (6. 220) и (6. 221) не представляется необходимым, так как ошибка (ΔS_{β}) в определении S_в-зависит от ошибки ($\Delta u_{\rm b}$) изличи узали узали узали ($\Delta u_{\rm b}$) изличи узали узали узали ($\Delta u_{\rm b}$)

$$\Delta S_{\rm B} = \Delta a_{\rm B} \left[1 - K_{\rm s} \left(1 - \gamma_{\rm s} \right) \right], \qquad (11)$$

Например, если K_s (1 — α_s) отклоничения уз суденной с буденной с буде

Приведенные рассуждения тем болов справателие 5.5 бок ΔS_{γ} , так как сама величина α_{γ} обычно бажели к изал

Таким образом, при измерсииях активности в слотоблики, с слотоблики в слотоблики, с слотоблики, с слотоблики в слотоблики

Выражения (6. 218) и (6. 219) свидетельстатия, что наибилие существенное значение имеют примеси урана и радая в торматом эталоне. Так, например, если в эталоне тория содержится радия 5% отн. тория, чувствительность при измерениях по бета-лучах ($C_{\beta} = 0.2$) будет завышена на 25%, а по гамма-лучам ($C_{\gamma} = 0.4$) на 12,5%, что недопустимо. Наличие же примесн тория в эталоне урана — радия в количестве 5% отн. в тех же условиях обусловит завышение чувствительности на 1% при измерениях по беталучам и на 2% по гамма-лучам.

Таким образом, требования к чистоте ториевых эталонов должны быть более жесткими, чем к чистоте урановых эталонов.

При особо точных анализах необходимо учитывать также наличие в эталонах калия. Поправки на калий можно вводить по формулам, аналогичным выражениям (6. 216)—(6. 219), с учетом бета- и гамма-урановых эквивалентов калия.

§ 53. Ошибки в связи с наличием в пробах искусственных радиоактивных элементов

Продукты ядерных реакций, возникающие при испытаниях расщепляющихся материалов, попадают в атмосферу и затем выпадают на земную поверхность. Таким образом, в пробах, отобранных с поверхности (например, при металлометрических съемках и др.), могут оказаться искусственные радиоактивные элементы.

Геологические пробы. содержащие искусственные радиоактивные элементы, обычно обладают аномальной бета- и гамма-активностью при нормальной альфа-активности. Это обстоятельство принимается за основной критерий отбраковки проб, обладающих искусственной радиоактивностью.

Ёсли проба не содержит значительных количеств калия, естественный радиоактивный изотоп К⁴⁰ которого также не обладает альфа-активностью, то, пользуясь балансами альфа-бетагамма-активности, можно построить график (рис. 75) соотношений активности проб, соответствующих искусственной радноактивности. Если по величинам альфа-, бета- и гамма-активности проба попадает в заштрихованную зону (см. рис. 75), она, по. видимому, обладает искусственной радиоактивностью. Подобные пробы не могут быть подвергнуты анализу обычными приемами раднометрим. Анализ на естественные радиоактивные элементы в таких пробах производят прямыми методами (химическим, люминесцентным и т. п.).



Рис. 75. График соотношений альфа-, бета- и гаммаактивности в пробах, обладающих искусственной радноактивностью (заштрихована зона искусственной радьоактивности).

§ 54. Ошнбки в определении веса проб и эталонов

Если активность измеряют не в насыщенных слоях, то для ее определения в единицах эквивалентных концентраций радиоактивного элемента эталона в скорость счета вводят поправку на вес пробы P_n и эталона P_3 .

Относительная систематическая ошибка измерения активности, обусловленная систематическими относительными ошибками взвешивания пробы $\delta_{n, B}$ и эталона $\delta_{9, B}$, равна

$$\delta_{A, B} = \frac{\delta_{\mathfrak{I}, B} - \delta_{\Pi, B}}{1 + \delta_{\Pi, B}}.$$
 (6. 223)

В случае, когда относительная систематическая ошибка определения веса пробы и эталона одинакова, активность определяется правильно независимо от величины ошибки взвешивания. Если же взвешивание производят с постоянной абсолютной систематической ошибкой о_в, относительная сшибка определения активности за счет неточности взвешивания равна

$$\delta_{A, B} = \frac{(P_{\Pi} - P_{\Im}) \sigma_{B}}{P_{\Im} (P_{\Pi} + \sigma_{B})}.$$
(6.224)

Обычно проба и эталон близки по весу. В этом случае систематическая ошибка определения активности за счет неточности взвешивания практически равна пулю независимо от величины и знака систематической ошибки.

ЧАСТЬ 7

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ

ГЛАВА 14

общие положения

Результаты анализа считаются удовлетворительными, если они не содержат промахов, а уровень систематических и случайных ошибок не превышает допустимых значений.

Точность и правильность анализов устанавливают по результатам повторных, параллельных или контрольных анализов проб, отобранных из партии анализируемых или специальных эталонных проб. По этим данным определяют ошибки, обусловленные суммарным действием всех возможных факторов, в том числе и ошибки, не учтенные теорией.

Для оценки уровня случайных ошибок производят повторные или параллельные анализы проб того же материала, который подвергался рядовым анализам. Повторный анализ выполняют обычно после первичного, параллельный — одновременно с ним.

Повторные анализы для оценки уровня случайных ошибок производят, когда результаты анализа не содержат систематических ошибок, зависящих от времени, прошедшего между измерениями; в противном случае уровень случайных ошибок следует определять по данным параллельных анализов.

Методика повторных или параллельных анализов при оценке уровия случайных ошибок должна быть полностью идентична методике первичных анализов. Существенно также, чтобы эти анализы выполнялись одним и тем же аналитиком и на одной и той же измерительной установке.

Обычно в подобных случаях рекомендуется, чтобы повторные анализы выполнял другой аналитик. В этом случае общая ошибка анализа будет обусловлена не только случайными ошибками, но и так называемыми личными систематическими ошибками. Для разделения тех и других необходимы специальные исследования.

Контрольный анализ производят для выявления систематических ошнбок. Для этого используют метод, результаты исследования которого не содержат систематических ошибок, а уровень случайных ошибок существенно ниже, чем при рядовых анализах. Контрольный метод радиометрического анализа должен быть по возможности прямым (химическим, люминесцентным и т. д.).

Для всех повторных (параллельных и контрольных) анализов следует использовать материал основной пробы, но не дубликата.

Применение эталонных проб для контроля за качеством янализов рационально в лабораториях, в течение длительного времени анализирующих однотипные пробы. Точность номиналов эталонных проб должна быть по крайней мере на половину порядка больше, чем для рядовых проб. Значительным достоинством системы контроля по эталонным пробам является большая оперативность оценки ошибок, особенно систематических.

В производственные лаборатории обычно поступают пробы, весьма разнообразные как по содержаниям определяемых и мешающих элементов, так и по вещественному составу. В этом случае контроль по эталонным пробам неэффективен, поскольку практически невозможно приготовить эталонные пробы, представительные по указанным выше факторам всем анализируемым. Кроме того, систематический анализ большого количества эталонных проб экономически нецелесообразен. В рассматриваемом случае контроль за уровнем случайных ошибок производят с помощью повторных или параллельных определений лишь некоторой части анализируемых проб. Эти пробы подбирают с таким расчетом, чтобы они по всем факторам, влияющим на точность анализа, были представительны партии контролируемых проб. Особенно существенно подбирать пробы так, чтобы они по содержаниям определяемых элементов были распределены приблизительно равномерно во всем интервале определяемых концентраций.

Контролировать точность анализа по повторным или параллельным измерениям рядовых проб лучше, чем по измерениям эталонных проб, так как в первом случае определяется уровень случайных ошибок для проб различного содержания и состава; кроме того, при этом появляется возможность попутно выявить (по крайней мере в контролируемых пробах, а в ряде случаев и в пробах всей партии) возможные промахи.

При радиометрическом анализе можно сочетать достоинства обеих систем контроля за качеством анализа. поскольку аналогом эталонной пробы является эталон, применяемый для определения активности проб.

Для каждого метода анализа устанавливают величину допустимой случайной ошибки $\sigma_{Q, H}$ в весовых процентах и систематической ошибки C_{H} в относительных процентах. Величина $\sigma_{Q, H}$ задается непосредственно или уравнением средней ошибки вида (6. 145), определяющей ее уровень в зависимости от содержаний анализируемого элемента. Предполагается, что при математической обработке выполня-

1. Для каждой пробы ошибки результатов анализов по одной и той же методике не зависят друг от друга и распределены нормально. Выполнение первого условия обеспечивается шифрованием проб, передаваемых на контрольный анализ. Нормальность распределения результатов анализов одной и той же пробы практически всегда имеет место при количественных анализах, т. е. в случаях, когда уровень средних случайных ошибок анализов не более 10%.

2. Результаты первичных и повторных анализов являются случайной выборкой из одной и той же генеральной совокупности. Это обеспечивается достаточной степенью дробления, тщательностью перемешивания и квартования материала проб.

3. В эталонных пробах точность номиналов достаточна для того, чтобы считать эти номиналы равными их математическим ожиданиям.

4. Средний уровень случайных ошибок или величина систематических ошибок линейно зависят от измеренной величины, что приближенно выполняется в случаях, когда содержания анализируемого элемента в сопоставляемых пробах различаются не более чем на один порядок.

Чтобы оценить по соответствующим статистическим критериям, существенно ли различаются две средние величины, принимается уровень значимости 5%.

Для оценки качества анализов производится текущий контроль (для профилактики брака в процессе анализов), или приемочный контроль (для решения вопроса о возможности приемки всей партии анализируемых проб). По данным текущего контроля можно не только своевременно предупреждать брак, но и определять фактическую точность выполненных анализов; это определяет значительные преимущества данного вида контроля перед приемочным, который предусматривается действующими инструкциями как единственный метод оценки качества анализов. Приемочный контроль следует применять лишь в случаях использования весьма стабильной в работе аппаратуры, если при этом не ставится задача оценки фактически достигнутой точности анализов.

ГЛАВА 15

ТЕКУЩИЙ КОНТРОЛЬ

ХХХVІІ. КОНТРОЛЬ ПО ЭТАЛОННЫМ ПРОБАМ

При рассматриваемой системе контроля во все дни работы или по каждому циклу измерений наряду с рядовыми пробами периодически анализируют одну или несколько зашифрованных

эталонных проб и для каждой эталонной пробы строят отдельную контрольную диаграмму (рис. 76).

На контрольной диаграмме проводят центральную линию (ЦЛ), соответствующую номиналу в эталонной пробе. Выше и ниже ЦЛ проводятся следующие линии:

верхнего (ВДП) и нижнего (НДП) допустимых пределов на расстояниях от ЦЛ по ординате $\pm 2\sigma_{0, H}$;

верхнего (ВКП) и нижнего (НКП) контрольных пределов на расстояниях от ЦЛ по ординате $\pm \sigma_{Q, H}$;



Рис. 76. Контрольная диаграмма. / — результат контроля; 2 — накопленная средняя.

верхнего (ВПС) и нижнего (НПС) пределов систематических ошибок на расстояниях от ЦЛ по ординате $\pm C_{\mu}Q_{\mu}$.

По оси абсцисс контрольной диаграммы откладывают даты контроля.

Результаты контроля наносят на диаграмму в внде точек. По мере получения результатов анализов рассчитывают и наносят на график точки скользящей, или накопленной, средней, по которым проводят осредненную прямую, служащую индикатором систематической ошибки.

Бо́льшая часть (68%) контрольных точек не должна выходить за контрольные пределы ВКП и НКП, поэтому соответственно выше и ниже каждой из контрольных линий должно находиться не более 16% общего количества контрольных точек. За пределами каждой из линий ВДП и НДП должно быть не более 2,5% общего количества контрольных точек.

Повышенное по отношению к указанным выше количество точек за контрольными пределами указывает, что запас точности применяемого метода анализа недостаточен.

Запас точности рассчитывается по формуле

$$\tau = \frac{\sigma_{Q, H}}{S_{\Phi}} \tag{7.1}$$

и должен быть не менее 1,2.

Фактическую среднюю ошибку S_{ϕ} рассчитывают по значе. ниям *п* результатов *x*₁ анализов с помощью формулы

$$S_{\phi} = K_{(n+1)} \sqrt{\frac{\sum (x_i - Q_{\vartheta})^2}{n}}, \qquad (7.2)$$

в которой величину К_(n+1) берут из приложения 4. Определяя S_ф, необходимо учитывать, что даже при нормаль. ном уровне случайных ошибок вычисленное значение этой вели. чины может оказаться выше допустимой по следующим причинам,

1. Если среднее значение \overline{x} отличается от номинала Q_3 , то

$$\sum (x_l - Q_{\mathfrak{z}})^2 > \sum (x_l - \overline{x})^2,$$

в связи с чем вычисленное значение S_ф станет выше истинного. Чтобы оценить истинное значение уровня средней случайной ошибки необходимо рассчитывать величину S_ф раздельно по пернодам, для которых скользящие, или накопленные, средние не обнаруживают систематических смещений относительно номинала.

2. При малом числе наблюдений S_ф может случайно оказаться выше *о*_{0, и}.

Вопрос об отношении фактически вычисленной и допустимой средних ошибок при малом числе наблюдений может быть решен с помощью критерия F (см. приложение 6). Согласно этому критерию величину S_{ϕ} можно считать существенно большей $\sigma_{Q, H}$ в случае, когда

$$F = \frac{S_{\Phi}^2}{\sigma_{Q, \, \mathrm{u}}^2} \tag{7.3}$$

больше F табличного для $f_1 = n - 1$ н $f_2 = \infty$ при уровне значимости 9%. Поэтому анализы можно признать браком лишь при

$$S_{\phi} > \Phi_n \sigma_{Q. \text{ s}}, \qquad (7. 4)$$

где

$$\Phi_n = \sqrt[7]{F} \tag{7.5}$$

Ниже приведены значения Ф для уровня значимости 5%, вычисленные по формуле (7.5) и данным приложения 6.

3	Φ_n	n	Φ _n
2.	1,96	17	1,28
3.	1,72	21	1,25
4.	1,62	25	1,24
5.	1,54	3 0	1,20
6.	1,50	40	1,18
7	1,45	50	1,16
8.	1,40	75	1,14
9.	1,39	100	1,11
10.	1,37	150	1,09
i2.	1,33	200	1,05
14.	1,3	500	1,0

Пример. Для анализов на уран при содержаниях его 0,1% допустимая средняя ошибка равна 0,005% урана. По 7 анализам эталонной пробы с содержанием U, равным 0,1%, получена фактическая ошибка $S_{\phi} = 0,007\%$ урана. Из приведенных выше данных для n = 7 находим $\Phi_n = 1,45$, откуда

 $\Phi_n \sigma_{Q,n} = 1,45 \cdot 0,005 = 0,0072\%$ урана.

Таким образом, $S_{\phi} < \Psi_n \sigma_{Q, B}$, поэтому результаты анализов можно считать удовлетворительными.

Если скользящая, или накопленная, средняя показала, что за какой-то интервал времени результаты анализа систематически отклоняются относительно номинала, необходимо выяснить характер, причину и величину этого отклонения.

Так, если систематическая ошибка постепенно увеличивается со временем, это обычно указывает на неполадки в измерительной установке (изменение чувствительности детектора излучения и т. д.) или па постепенное изменение физического состояния эталочной пробы (эманирование и т. п.).

При превышении допустимого уровня систематической ошибки (например, 3% номинала) прежде всего необходимо доказать, что среднее значение из результатов анализов отличается от поминала не случайно.

Систематическая ошибка считается установленной в случае, когда

$$t = \frac{|\bar{x} - Q_3|}{S_{\phi}} \sqrt{n}$$
 (7.6)

больше табличного односторопнего *t*-критерия (см. приложение 3) для данного f = n - 1 при уровне значимости 5%.

Пример. Оценить точность результатов анализа на уран бетагамма-методом по эталонной пробе с содержанием 0,082% урана при $\sigma_{Q H} = 0,005\%$ урана. Для указанной эталонной пробы (полагая $C_{\mu} = 3\%$) ординаты линий будут следующими:

ВДП = $0,082 + 2 \cdot 0,005 = 0,092\%$; НДП = $0,082 - 2 \cdot 0,005 = 0,072\%$; ВКП = 0,082 + 0,005 = 0,087%; НДП = 0,082 - 0,005 = 0,077%; ВПС = 0,082(1 + 0,03) = 0,0845%; НПС = 0,082(1 - 0,03) = 0,0795%.

Положение линий приведено на рис. 76.

В табл. 7. 1 приведены результаты анализов эталонной пробы за первые 15 дней контроля.

Таблица 7.1

гезуль	анализо	в эталонной т	пробы за перв	ые 15 днеи к	онтроля
Дата анализа	Результат анализа x _l , n·10 ⁻³ %	Накопленная сумма, <i>n</i> ·10 ⁻³ %	Накопленная средняя, <i>n</i> ·10 ⁻³ %	$\Delta_{l} = x_{l} - $ - 0,082 × × n·10 ⁻³ %	▲ ² <i>i</i> · <i>n</i> · 10 ⁻⁶
$\begin{array}{c} 22.06\\ 23.06\\ 24.06\\ 25.06\\ 26.06\\ 27.06\\ 29.06\\ 30.06\\ 1.07\\ 2.07\\ 3.07\\ 4.07\\ 6.07\\ 7.07\\ 8.07\end{array}$	84 83 85 81 82 75 84 82 86 83 86 81 79 85 88	84 167 252 333 415 490 574 656 742 825 911 992 1071 1156 1244	84 83,5 84 84,1 83,0 81,7 82,0 82,0 82,0 82,4 82,5 83,0 82,6 82,4 82,2 82,9	$ \begin{array}{r} +2 \\ +1 \\ +3 \\ -1 \\ 0 \\ -7 \\ +2 \\ 0 \\ +4 \\ +1 \\ +4 \\ -1 \\ -3 \\ +3 \\ +6 \end{array} $	4 1 9 1 0 49 4 0 16 1 16 1 16 1 9 9 9 36

Результаты анализов эталонной пробы за первые 15 дней контроля

По данным табл. 7. 1 на рис. 76 нанесены контрольные точки и накопленные средние.

За 15 суток накопленная средняя превышает номинал на 0,9 \times \times 10⁻³% урана. Определим существенность такого превышения по формуле (7. 6):

$$t = \frac{0.0829 - 0.082}{3.2 \cdot 10^{-3}} \sqrt{15} - 1.09.$$

При расчете і использовано значение

$$S_{\phi} = \frac{1}{156 \cdot 10^{-6}} = 3.2 \cdot 10^{-3}\%$$
 урана

(величина $K_{(n+1)} = K_{16}$ согласно приложению 4 принята равной единице).

По приложению 3 для f = 15 - 1 = 14 находим $t_{rabn} = 1,76$. Таким образом, систематическую ошибку по 15 анализам можно считать незначительной.

Запас точности методики анализа, рассчитанный в соответствии с формулой (7.1), составляет

$$\tau = \frac{0,005}{0,0032} = 1,56.$$

Если подсчитать накопленную среднюю с учетом данных. полученных за следующие 15 дней, она окажется равной 0,083% урана. Прямая, построенная по накопленным средним (рис. 76), явно указывает на завышение результатов анализов. Проверим такое предположение по *t*-критерию.

Поскольку величина S_ф за все 30 дней равна 2,8 · 10⁻³% урана,

$$t = \frac{0,083 - 0,082}{2,8 \cdot 10^{-3}} \sqrt{30} = 1,95.$$

Табличное значение t для f = 30 - 1 = 29 равно 1,7. Теперь можно считать доказанным, что результаты анализа завышаются на 0,001% урана, или на 1,1% отн. В связи с тем, что такая величина систематической ошибки меньше допустимой, ее влиянием можно пренебречь.

ХХХVIII. КОНТРОЛЬ ПО ПАРАЛЛЕЛЬНЫМ ИЛИ ПОВТОРНЫМ АНАЛИЗАМ ПРОБ

§ 55. Контроль за уровнем случайных ошибок

При контроле за уровнем случайных ошибок необходимо на основе сопоставления результатов основных и повторных (параллельных) анализов найти зависимость между средней ошибкой отдельного анализа и содержанием определяемого элемента. Зная эту зависимость, нетрудно рассчитать среднюю фактическую ошибку анализа для любых содержаний, заключенных внутри исследованного интервала.

При подборе проб для контроля необходимо учитывать, что случайные ошибки радиометрического анализа зависят от относительного количества мешающих элементов. Отсюда следует, что при оценке уровня случайных ошибок пробы необходимо распределять на группы по интервалам относительных содержаний мешающих элементов, от каждой группы отбирать определенную часть проб для повторного или параллельного анализа и оценивать точность раздельно для каждой группы проб.

Уравнение фактической средней случайной ошибки рассчитывают по результатам параллельных или повторных измерений с помощью корреляционного анализа (Б. Я. Юфа, 1960, 1962). Для расчета уравнения средних случайных ошибок составляют специальную таблицу, в которой пробы целесообразно разбивать на группы в порядке увеличения содержания определяемого элемента; величину интервала содержаний в группе следует выбирать такой, чтобы число групп было не менее 5.

Для каждой группы должны быть рассчитаны средние содержания \overline{Q}_i и средние арифметические ошибки $\overline{0}_i$ отдельного анализа, по которым можно приближенно оценить, в какой мере зависимость между этими величинами линейна. Если внутри каждой группы имеется достаточное число проб и характер изменения средних \overline{Q}_i и $\overline{\theta}_i$ указывает на явно нелинейную зависимость, уравнения средних случайных ошибок следует рассчитывать посоответствующим уравпениям нелинейных корреляционных связей (В. И. Романовский, 1947).

Рассмотрим пример расчета уравнения средней случайной ошибки определения содержания урана бета-гамма-методом. Бета-активность определялась с использованием установки ДП-100, гамма-активность — установки ЛАС. Исходные данные приведены в табл. 7. 2.

В табл. 7.2 рассчитаны средние содержания урана через интервал 0,01% и средние ошибки для каждой группы.

Рассматривая изменение средних ошибок и средних содержаний, можно заметить закономерное увеличение одной величины с увеличением другой. В некоторых группах эта закономерность нарушается, что может быть обусловлено малым количеством повторных анализов внутри групп или нелинейностью зависимости; последнее предположение маловероятно, так как содержания урана в целом различаются менее чем на порядок.

В последней строке табл. 7.2 приведены общие для всех 132 проб средние значения. По этим данным можно рассчитать средние квадратические отклонения от средних:

$$\sigma_{0} = \sqrt{\bar{0}^{2} - (\bar{0})^{2}} = \sqrt{3,386 \cdot 10^{-6} - (1,366)^{2} \cdot 10^{-6}} = 1,233 \cdot 10^{-3},$$

$$\sigma_{Q} = \sqrt{\bar{Q}^{2} - (\bar{Q})^{2}} = \sqrt{806,67 \cdot 10^{-6} - (23,71)^{2} \cdot 10^{-6}} = 15,635 \cdot 10^{-3}$$

и коэффициент корреляции

$$r = \frac{\overline{Q0} - \overline{Q0}}{d\varphi d_{\theta}} = \frac{39,88 \cdot 10^{-6} - 23,71 \cdot 10^{-3} \cdot 1,366 \cdot 10^{-3}}{15,635 \cdot 10^{-3} \cdot 1,233 \cdot 10^{-3}} = 0,39.$$

Здесь уместно заметить, что, поскольку зависимость между случайной ошибкой измерений и измеряемой величиной по существу статистическая, а не функциональная ¹, коэффициент корреляции между θ и \hat{Q} , как правило, существенно меньше единицы.

¹ Между результатами анализов x_l и y_l зависимость функциональная, поэтому коэффициент корреляции между этими величинами обычно близок к единице.

Таблица 7.2

Расчетные данные для оценки средней случайной ошибки анализов

	Резул анал п+10	іьтаты H30B,) ^{—3} %		ч I,		.%	%	%
№ п/п	лераия- шье х	повтор- ные <i>у</i>	$Q = \frac{x+y}{\alpha \cdot 10^{-3}\%}.$	$\Delta = [x - x]$	$\begin{array}{c} 0 = \frac{\Delta}{\sqrt{2}}, \\ n \cdot 10^{-3}\% \end{array}$	Q ^s , n.10 ⁻⁶	8°, A.10 ⁻⁶	Q ³ , л.10 ⁻⁶

Группа I. До 10-3% U

1	9	7	8	2	1,4	64	2	11,2
25	6	8	7	2	1,4	49	2	9,8
Сумма Среднее			215,0 8,6	-	20,0 0,80		-	

Группа II. (11-20).10-3% U

26	15	11	13	4	2,8	169,0	7,84	36,4
70	19	· 17	18	2	1,4	324,0	1,96	25,2
Сумма Среднее	-		639 14,2	1 1	57,2 1,27		-	

Группа III. (21-30).10-3% U

71	24	28	26	4	2,8	676,0	7,84	72,8
94	24	27	25,5	3	2,13	650,2	4,5	54,3
Сумма Среднее			576 24	42,0 1,75	-			

Группа IV. (31-40)-10-3% U

95 • • • •	36 	34 • • • • 32	35 33,5	2 3	1,4 2,13	1225,0 1122,2	1,96 4,5	49,0 81,3
Сумма Среднее	-	-	595 35		122,3 1,31	-		-

Ne n/n	Резул анал п.10 	ывтаты изов, -3% - dol aon и огли	$Q = \frac{x+y}{2},$ $n \cdot 10^{-3} \frac{2}{2}$	$\Delta = x - y ,$ $n \cdot 10^{-3} \%$	$0 = \frac{\Delta}{10^{-3}},$	Q ³ , n.10 ⁻⁰ %	0", #.10 ⁻⁰ %	Q0, л.10 ⁻⁶ %
--------	---------------------------	---	--	---	-------------------------------	---------------------------------------	--------------------------	--------------------------

Группа V. (41-50) · 10-3% U

112	44	48	46	4	2,8	2116	7,84	128,8
123	• • • •	- 53	49	8	5,7	2401	32,5	279,3
Сузима Среднее			E66 47,2		21,1 1,76			

Группа VI. (51-60) 10-3% U

124	56	64	60	8	5,7	3600	32,5	342,0
127			60	• • <u>•</u>		3600	1,96	84,0
Сумма Средн ее			231 57,7		29 2,47			

Группа VII. (61-70)-10-3/5 U

	64 54	64 (63 81,5	91 - 15 - 15	I I.4 [3,54	<u>199</u> 3	1 <u>.56</u> 123	91 ,0 217,7
Cjerna Caezneg		i 	er fer		13.4	-	!	
U TE I I 30 TE-	_	_	~	_	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		i '	
ITH CTHALL CPEIFER			5:30 23.71	_	1823	1.713) 2.62	1.54 765	<u></u>

Поскольку в рассматриваемом примере число измерений n, а следовательно, величина f больше максимального f = 100, приведенного в приложении 3, для оценки значимости коэффициента корреляции можно воспользоваться отношением r к его средней ошибке σ_r . При больших n коэффициент корреляции существенно отличается от нуля, если

$$\frac{r}{\bar{v}_r} = r \frac{\sqrt{n}}{1 - r^2} > 3.$$

В нашем примере

$$\frac{r}{\sigma_r} = \frac{0.39 \sqrt{132}}{1 - (0.39)^2} = 5.3 > 3.$$

Таким образом, найденный коэффициент корреляции существенно отличается от нуля.

После установления достоверной зависимости между θ и Q рассчитаем уравнение средней арифметической ошибки анализа. по формуле

$$\theta - \overline{\theta} = r \frac{\sigma_{\theta}}{\sigma_Q} (Q - \overline{Q}), \qquad (7.7)$$

$$\theta - 1,366 \cdot 10^{-3} = 0,39 \frac{1,233 \cdot 10^{-3}}{15,635 \cdot 10^{-3}} (Q - 23,71 \cdot 10^{-3})$$

ИЛИ

$$\theta = 0.645 \cdot 10^{-3} + 0.03Q. \tag{7.8}$$

Уравнение фактической средней квадратической ошибки рассчитаем по выражению (7.8) путем умпожения его правой части на коэффициент 1,25, т. е.

$$S_{\pm} = 0.8 \cdot 10^{-3} + 3.8 \cdot 10^{-2} Q. \tag{7.9}$$

В табл. 7.3 приведено сравнение частных средних ошибок отдельного анализа, указанных в табл. 7.2, с вычисленными по найденному уравнению.

Таблица 7.3

	Группы								
Средние данные]	11	111	IV	v	VI	γII		
Содержание по группам, n · 10 ⁻³ % Ошибка отдельного анали-	8,6	14,2	24	35	47	58	64		
за по данным табл. 7. 2, $n \times 10^{-3}$ %	0,8	1,27	1,75	1,31	1,76	2 ± 47	2,68		
лиза по-уравнению (7.8), n·10 ⁻³ %	0,91	1,08	1,4	1,70	2,05	2,38	2,56		

Сравнение фактических ошибок с расчетными

Данные табл. 7. 3 показывают, что, несмотря на значительное отклонение коэффициента корреляции от единицы, рассчитанное уравнение средней случайной ошибки достаточно точно характеризует фактически наблюденную погрешность.

При текущем контроле для каждой группы проб строят контрольную корреляционную карту (рис. 77), которую заполняют по мере получения результатов контроля. Карту строят отдельно



Рис. 77. Контрольная корреляционная карта.

для каждого квартала, а также после каждого изменения методики или техники работ приводящего к изменению точности анализов.

На карте по оси ординат откладывают результаты повторных или параллельных анализов каждой пробы, а по оси абсцисс в том же масштабе результаты ¹ первичных анализов. По указанным координатам на карте наносят корреляционную точку.

¹ Если имеется несколько независимых результатов повторных анализов какой-либо пробы, каждое значение наносят на карту отдельной точкой, принимая за х первый результат анализа при условии. что он согласуется с другими.

Пользуясь параметрами уравнений допустимой средней ошибки. на карте проводят линию равенства (Y = X), линии ВДП и НДП

$$Y_{\rm BB\Pi} = \frac{V\bar{2} + 2\delta_0}{V\bar{2} - 2\delta_0} X + \frac{4\sigma_0}{V\bar{2} - 2\delta_0}, \qquad (7.10)$$

$$Y_{\rm HR\Pi} = \frac{V2 - 2\delta_0}{V\bar{2} + 2\delta_0} X - \frac{4\sigma_0}{V\bar{2} + 2\delta_0}$$
(7.11)

и линии ВКП и НКП по уравнениям

$$Y_{BK\Pi} = \frac{\sqrt{2} + \delta_0}{\sqrt{2} - \delta_0} X + \frac{2\sigma_0}{\sqrt{2} - \delta_0}, \qquad (7.12)$$

$$Y_{\rm HK\Pi} = \frac{\sqrt{2} - \delta_0}{\sqrt{2} + \delta_0} X - \frac{2\delta_0}{\sqrt{2} + \delta_0}.$$
 (7.13)

При нормальном процессе аналитических работ за границами ВКП и НКП должно находиться не более 32% общего количества точек (не более 16% за пределами каждой линии), а за пределами ВДП и НДП не более 5% (не более 2,5% за пределами каждой линии).

Если контрольную корреляционную карту заполняют в течение квартала, точки, напесенные в каждый месяц, целесообразно закрашивать в определенный цвет. Если окажется, что разброс точек определенного цвета вокруг ЦЛ больше разброса точек другого цвета, это может служить указанием на ухудшение точности анализов в этот период.

На рис. 77 приведен пример контрольной корреляционной карты, построенной по данным табл. 7. 2.

Контрольные линии строились с учетом уравнения допустимых ошибок

$$\sigma_{\rm g} = 1,7 \cdot 10^{-3} + 0,04Q,$$

$$Y_{\rm B,H\Pi} = \frac{\sqrt{2} + 2 \cdot 0,04}{\sqrt{2} + 2 \cdot 0,04} X + \frac{4 \cdot 1,7 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{2} + 2 \cdot 0,04} = 1,12X + 5,1 \cdot 10^{-3},$$

$$Y_{\rm H,H\Pi} = \frac{\sqrt{2} - 2 \cdot 0,04}{\sqrt{2} - 2 \cdot 0,04} X - \frac{4 \cdot 1,7 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{2} - 2 \cdot 0,04} = 0,89X - 4,6 \cdot 10^{-3},$$

$$Y_{\rm BK\Pi} = \frac{\sqrt{2} + 0,04}{\sqrt{2} - 0,04} X + \frac{2 \cdot 1,7 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{2} - 0,04} = 1,06X + 2,5 \cdot 10^{-3},$$

$$Y_{\rm HK\Pi} = \frac{\sqrt{2} - 0.04}{\sqrt{2} + 0.04} \ddot{X} - \frac{2 \cdot 1.7 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{2} + 0.04} = 0.94 X - 2.3 \cdot 10^{-3}.$$

Для 132 точек за линии ВДП и НДП должно выйти не более 132.0,05 = 6 точек (фактически за пределы этих линий вышли

полько 2 полкя), в за ликии ВИП и НИП — на Слат 132-1922 =

TANNA (SPREIM, MORRED US/SERIE, 570 JAHRAN US/HELL EZZIZED Chechenners nelszozzaja Torriste.

PACIDINTSOM BREED TOTELLAR BERTHED STU GATAGE

$$t = \frac{\frac{1}{2}}{\frac{1}{2}} = \frac{1}{1} \frac{1}{2} \frac{$$

 $\begin{aligned} \text{ilag coreposed with graves } Q_{12} &= 0.01\% \text{ serves reserved} \\ \tau &= \frac{1.7 \cdot 10^{3} \div 4 \cdot 10^{-2} \cdot 0.01}{0.2 \cdot 10^{-2} \div 3.2 \cdot 10^{-2} \cdot 0.01} = 1.3 \end{aligned}$

оказывается вполяе гостаточным. Однако для содержалий урана $Q_{c} = 0.2\% \tau = 1.15, \tau. с. запас точности сравнительно верелик.$ Помому соли предполагается анализировать пробы с содержаниями урана 0.2% и больше, необходимо принять меры и семжения пропорииональных измеряемой величине сшибои (прейфчувствительности, ошибни в связи с различием физичесного состаза и т. д.).

бо хожфлигентам уравнений средней случейной сшибки Фланки случейной

$$S_{\diamond} = \widehat{S}_{0, \dot{\phi}} \div \widehat{\delta}_{0, \dot{\phi}} \widehat{Q}$$
 (7.14)

e registency

$$\sigma_{Q, \mathbf{H}} = \sigma_{Q_{\mathbf{0}, \mathbf{H}}} + \delta_{\mathcal{O}_{Q, \mathbf{H}}} Q \qquad (7.15)$$

исжно сразу оценить наличие запаса точности.

ONERSANN

$$\Delta S_{0} = \sigma_{0_{Q, B}} - S_{0, \phi}, \qquad (7. 16)$$

$$\Delta \delta_0 = \delta_{0_{Q,B}} - \delta_{0,\phi}. \tag{7.17}$$

Запас точности существует в случаях, когда ΔS_0 п $\Delta \delta_0$ положительни. Если $\Delta S_0 > 0$, а $\Delta \delta_0 < 0$, то запас точности имеется только при анализе проб с содержаниями

$$Q < \frac{\Delta S_0}{\Delta \hat{o}_0}.$$
 (7.18)

При $\Delta S_0 < 0$, а $\Delta \delta_0 > 0$ запас точности обеспечивается в случае

$$Q \gg \frac{\Delta S_0}{\Delta \dot{o}_0}.$$
 (7.19)

В рассмотренном выше примере

$$\Delta S_0 = 1,7 \cdot 10^{-3} - 0,8 \cdot 10^{-3} = 0,9 \cdot 10^{-3},$$

$$\Delta \delta_0 = 4 \cdot 10^{-2} - 3,8 \cdot 10^{-2} = 0,2 \cdot 10^{-2}.$$

Так как ΔS_0 и $\Delta \delta_0$ оказались положительными, запас точности будет обеспечиваться для проб с любыми концентрациями урана; будет особыми проб с высокими содержаниями т будет мало отличаться от единицы.

Для уравнения фактической средней ошибки

$$S_{\phi} = 1.9 \cdot 10^{-3} + 0.03 Q_{\rm H}$$

при

$$\Delta S_0 = 1,7 \cdot 10^{-3} - 1,9 \cdot 10^{-3} = -0,2 \cdot 10^{-3},$$

$$\Delta \delta_0 = 4 \cdot 10^{-2} - 3 \cdot 10^{-2} = 1 \cdot 10^{-2}$$

необходимый запас точности существует лишь при анализе проб с содержанием урана

$$Q_{\rm U} > \frac{0, 2 \cdot 10^{-3}}{0, 01} = 0,02\%$$

§ 56. Контроль за систематическими ошибхами

Методика оценки систематических ошибок зависит от диапазона содержаний определяемого элемента в контролируемых пробах. Если содержания элемента, на который проводится анализ, близки, зависимость систематических и случайных ошибок от содержаний исключается; наличие систематической ошибки устанавливается по *t*-критерию:

$$t = \frac{|y-x|\sqrt{n(n-1)}}{\sqrt{\sum (x_i - y_i)^2 - n(\bar{x} - \bar{y})^2}}.$$
 (7.20)

В табл. 7. 4 приведено сопоставление результатов основных (радиометрических) и контрольных (химических) анализов на уран в 14 пробах.

С помощью формулы (7. 20) рассчитаем по данным табл. 7. 4 *t*-критерий

$$t = \frac{|0,0413 - 0,398| \sqrt{14 \cdot 13}}{\sqrt{62 \cdot 10^{-6} - 14} (0,0413 - 0,0398)^2} = 3,67.$$

Поскольку результаты измерений контрольным методом в данном случае принимаются за достоверные, знак разности средних известен, поэтому для оценки значимости расхождений средних используется односторонний *t*-критерий.

По одностороннему *t*-критерию для f = 14 - 1 = 13 и q = 5%

находим, что $t_{\text{табл}}$ (см. приложение 3) равно 1,77. Поскольку $t = 3,67 > t_{\text{табл}} = 1,77$, систематическое завышение результатов радиометрического анализа на 1,5·10-3% можно считать статистически доказанным.

Для установления систематических ошибок часто пользуются крайне простым методом знаков. Однако, применяя этот метод,

Таблица 7.4

№ пробы	Результаты в <i>п</i> .10 ⁻² % ура анал	анализов на по данным иза	$d = y - x,$ $n \cdot 10^{-3}$	d^2 , $n \cdot 10^{-6}$
	ческого (у)	(<i>x</i>)		
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14	43 42 38 39 45 37 46 41 40 38 35 43 44 47	41 42 36 37 42 37 43 44 38 35 36 42 42 42 45	$ \begin{array}{c} +2 \\ 0 \\ +2 \\ +2 \\ +3 \\ 0 \\ +3 \\ -3 \\ +2 \\ +3 \\ -1 \\ +1 \\ +2 \\ +2 \end{array} $	$ \begin{array}{r} 4 \\ 0 \\ 4 \\ 9 \\ 0 \\ 9 \\ 9 \\ 9 \\ 4 \\ 9 \\ 1 \\ 1 \\ 4 \\ 4 \end{array} $
Сумма	578	557		62
Среднее.	41,3	39,8	_	

Сопоставление радиометрических и химических анализов на уран

необходимо учитывать, что он вообще непригоден, если число сопоставляемых пар меньше 15, а также если систематические ошибки при различных значениях измеряемых величин имеют разные знаки (В. В. Налимов, 1960). Кроме того, этот метод ие полностью использует получаемую при контрольных анализах информацию (т. е. только знак, а не величину), поэтому он мало чувствителен.

Так, в нашем примере получено 10 положительных n_+ , 2 отрицательных n_- и 2 нулевых отклонения. В работе В. В. Налимова показано, что при данном соотношении знаков $\frac{2}{10} = 0,2 = 20\%$ требуется сопоставить не менее 35 пар, чтобы заключение о наличии или отсутствии систематических ошибок было сделано с уверенностью 95%.

Если интервал содержаний определяемого элемента достаточно широк (не менее половины порядка), систематические ошибки могут быть установлены с помощью регрессивного анализа (Б. Я. Юфа, 1951). По этому методу до расчета уравнения регрессил необходимо найти тип этого уравнения и прежде всего выясшить возможность аппроксимирования искомой зависимости наиболее простой — линейной. Для этого сопоставляемые пробы необходимо расположить в таблице по классам содержаний, определить в каждом классе средние содержания по основным и контрольным анализам и нанести эти средние на график. Если окажется, что средние располагаются приблизительно линейно, уравнение регрессии можно искать в линейной форме.

В случае, когда систематические ошибки вносят в результат анализа нелинейные искажения, должно быть подсбрано уравнение регрессии для функции, наиболее соответствующей эмпирическим данным. В некоторых случаях характер систематических искажений в зависимости от содержаний определяемого элемента может указать и на причину появления этих ошибок.

Способ расчета параметров уравнения регрессии между результатами основных (y) и контрольных (x) анализов определяется характером зависимости случайных ошибок этих анализов от измеряемой величины.

Задача оценки параметров функциональной зависимости между результатами основных и контрольных анализов с учетом наличия в них случайных ошибок измерений даже для простейшего случая

$$y = a + bx \tag{7. 21}$$

до настоящего времени не решена.

Если величины y_i и x_i распределены нормально, а ошибки измерений величин $y_i - \sigma_{y_i}$ и $x_i - \sigma_{x_i}$ таковы, что отношение дисперсий

$$\lambda_l = \frac{\sigma_{y_l}^2}{\sigma_{x_l}^2} \tag{7.22}$$

одинаково для любых значений x и y, то угловой коэффициент уравнения регрессии можно определить по формуле (Б. Г. Володин и др., 1962)

$$b = \frac{B + \sqrt{B^2 + 4\lambda}}{2}.$$
 (7.23)

Здесь В рассчитывают по n парам (y_i, x_i) с помощью выражения

$$\bar{B} = \frac{n \sum y^2 - (\sum y)^2 - \lambda \left[n \sum x^2 - (\sum x)^2\right]}{n \sum xy - (\sum x) \left(\sum y\right)}.$$
 (7.24)

Свободный член уравнения регрессии вычисляют по формуле

$$a = \overline{y} - b\overline{x}, \qquad (7.25)$$

где \overline{y} и \overline{x} — средние арифметические величины соответственно для μ и x.

Если случайные ошибки основных и контрольных анализов линейны относительно содержаний Q определяемого элемента в пробах, т. е.

$$v_y = \bar{v}_{0,y} + \delta_{0,y}Q,$$
 (7.26)

$$\sigma_x = \sigma_{0, x} + \delta_{0, x} Q, \qquad (7.27)$$

то условие (7.22) можно считать выполненным при $\bar{Q} \gg \frac{\sigma_0}{\delta_0}$. Практически это условие будет выполнено для проб, в которых концентрация определяемого элемента превышает порог чувствигельности анализов не менее чем в 5—10 раз.

В некоторых практических случаях можно полагать, что точность контрольных анализов настолько существенпо выше точности основных анализов, что приближенно выполнено условие

$$\sigma_{x_i} = 0.$$
 (7. 28)

Требование повышенной точности контрольных анализов вытекает из самой сущности идеи контроля и в какой-то мере обеспечивается применением более высокой чувствительности методики анализа или увеличением числа параллельных анализов.

Для рассматриваемого частного случая условие минимума квадратов отклонений приводит к следующим уравнениям:

$$b = \frac{\sum P_{i} \sum P_{i} x_{i} y_{i} - \sum P_{i} y_{i} \sum P_{i} x_{i}}{\sum P_{i} \sum P_{i} x_{i}^{2} - (\sum P_{i} x_{i})^{2}},$$
(7.29)

$$a = \frac{\sum P_{i} y_{i} \sum P_{i} x_{i}^{2} - \sum P_{i} x_{i} \sum P_{i} x_{i} y_{l}}{\sum P_{i} \sum P_{i} x_{i}^{2} - (\sum P_{i} x_{i})^{2}},$$
(7.30)

где статический вес рассчитывают по формуле

$$P_l = \frac{C}{\sigma_{y_l}^2} \,. \tag{7.31}$$

Когда все измерения величины у выполнены с одинаковой точностью

$$P_t = P, \qquad (7.32)$$

то из выражений (7. 29) и (7. 30) находим

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i y_l}{n \sum x_l^2 - (\sum x_l)^2},$$
(7.33)

$$a = \frac{\sum y_i x_i^2 - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}.$$
 (7.34)

Если при основных анализах систематических ощибок не было, коэффициент *а* в уравнении регрессии равен нулю, а коэффициент *b*

равен единице. Итобы релинны велой сала собрания и в отличностия степлять развологија собрана собрана собрана и в отличностия степлята развологија собрана собр

1,1 - 1,1

 $l_{b} \leftarrow \frac{i_{b}}{i_{b}} = i_{b}$

где

И

где

$$S_b = \sqrt{\frac{r_i \gamma_i \nu_i}{\sum r_i \sum r_{ij} - (\gamma_i \gamma_j - (\gamma_i \gamma_j - \gamma_j))}}$$

Наличие систематических ошибих мили только тогда, когда величины $f_2 \ge f_2$ только случайно, то только случайно, то только случайно, то только случайно, то

$$b_0 = \frac{\sum P_{i} r_{i} r_{i}}{\sum P_{i} r_{i}} - \frac{1}{2}$$

/

и уравнение регрессии примет вид:

Величина Sb. в этом случае вычается из это та

соответственно

$$I_{h_0} \mapsto \frac{1}{N_0} \frac{1}{N_0} \frac{1}{N_0}$$

Если установлено, что и отличаеточ об Кусус, 200 только случайно, урявнение рогрессии одност 20000

// → Xi

Когда точность всех измерений одинакова, средние ошибки коэффициентов уравнений регрессии вычисляются по приведенным ниже уравнениям:

$$S_{a} = \frac{S_{0}\sqrt{\sum x_{i}^{2}}}{\sqrt{n \sum x_{i}^{2} - (\sum x_{i})^{2}}},$$

$$S_{b} = \frac{S_{0}\sqrt{n}}{\sqrt{n \sum x_{i}^{2} - (\sum x_{i})^{2}}},$$
(7.43)

где

$$S_{n} = \frac{\sum_{n=1}^{n} y_{i} - \frac{(\sum_{n} y_{i})^{2}}{n} - \frac{\left[\sum_{n} (x_{i}y_{i}) - \frac{\sum_{n} x_{i} \sum_{n} y_{i}}{n}\right]^{2}}{\sum_{n=2} x_{i}^{2} - \frac{(\sum_{n} x_{i})^{2}}{n}}.$$
 (7.44)

Определив эти величины, можно рассчитать критерии t по формулам (7. 35) и (7. 37).

Пример. В табл. 7.5 приведены в порядке возрастания содержаний радия результаты 30 основных и контрольных радиохимических анализов. По содержаниям радия пробы, как это нередко бывает на практике, подобраны не очень удачно. В диапазоне $(0,5-3) \cdot 10^{-10}$ г радия на 1 г породы 25 проб распределены почти равномерно, в остальных (см. рис. 78) содержание радия сравнительно сильно отличается от такового в главной массе проб.

Судя по частным средним отдельных классов (табл. 7.5 и рис. 78), можно ожидать, что между основными и контрольными мнализами будет наблюдаться линейная зависимость.

Сравним по данным табл. 7.5 различные варианты расчета уравнений регрессии, в том числе с учетом различных статистических весов результатов основных анализов и без их учета отдельно для 25 и 30 проб.

Вспомогательные величины для расчета параметров а и b различными способами приведены в графах 4—11 табл. 7.5.

Расчет параметров уравнения регрессии по формулам (7. 23) и (7. 25) невозможен из-за отсутствия данных об уровне случайных ошибок контрольных анализов. По результатам повторных анализов установлено, что уравнение средних случайных ошибок при основных измерениях имеет вид:

 $\sigma_y = 3.8 \cdot 10^{-12} + 3.4 \cdot 10^{-2} Q_{Ra} \ e \ Ra/e.$

Пользуясь этим уравнением, можно рассчитать статистические веса результатов анализов и определить параметры уравнеиия регрессии по формулам (7. 29) и (7. 30).

XY. PY . PX , PXY , PXY , PX $n \cdot 10^{-10}$ P $n \cdot 10^{-20}$ $n \cdot 10^{-20}$ $n \cdot 10^{-20}$ $n \cdot 10^{-20}$	6 7 8 9 10 1	$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $		$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $					
n.10-20	<u>ى</u>	. (0,51,0) 0,372 0,314 0,410 0,533 0,533 1,082		II. (1-1,5) 1.082 1.254 1.258 1.638 1.638 1.638 1.638 1.638 1.722 2.958 1.988					
X ² , n.10 ⁻²⁰	4	Группа I 0,314 0,325 0,410 0,436 0,436 0,562 0,524 0,524	11	Группа 1,040 1,232 1,513 1,513 1,513 1,513 1,513 1,513 2,074 2,074 2,102					
радия. <i>2/2</i> при основном замере (Y)	3	0,61 0,56 0,58 0,83 0,73	4,99 0,713	1,04 1,12 1,26 1,28 1,28 1,28 1,28					
Содержание n.10 ⁻¹⁰ л.10 ⁻¹⁰ контрольном замере (X)	2	0,56 0,57 0,64 0,75 0,75 0,75	4,79 0,684	1,15 1,15 1,23 1,23 1,25 1,45					
й пробы	1	-004695	Сумиа Среднее	86 11 12 13 14 13 19 19 19 19 19 19 19 19 19 19 19 19 19					
PX ¹ ,	a-10	11		2,575 2,834 3,063	11		3,671 2,957 3,965	3,806 3,631 3,764	11
--	---	--	---	---	--	--	--	--	---
PXY.	n.10	10		2,912 2,920 3,272			3,783 3,374 4,048	3,948 4,210 4,246	11
PX,	n ·10	6		1,683 1,860 1,750	11		1,603 1,264 1,666	1,573 1,599 1,330	
PY.	n.10 ⁻¹⁰	8		1,903 1,884 1,870	11		1,652 1,442 1,701	1,631 1,898 1,518	
	4	7	Ra/e	1,1		ale (0,7	0,65 0,6 0,47	11
ХУ.	n.10 ⁻²⁰	9	;) • 10-10 2	2,647 2,433 3,272		10 ⁻¹⁰ 2 R	5,404 6,248 5.783	6,074 7,183 9,141	11
¥1.	n.10 ⁻²⁰	ŝ	. (,5;	2,993 2,465 3,497	11	IV. (2—3)	5,570 7,129 5,405	6,300 8,526 10,433	
X ² ,	n.10 ⁻²⁰	4	Группа	2,341 2,403 3,063		Группа	5,244 5,476 5,664	5,856 6,052 8,009	
е радия, <i>2/2</i>	при основиом замере (Y)	m		1,73 1,57 1,87	5,17 1,72		2,36 2,67 2,43	2,51 2,92 3,23	16,12 2,69
Содержани <i>n</i> .10 ⁻¹⁰	при контрольном замере (X)	5		1,53 1,55 1,75	5,03 1,68		2,29 2,34 2,38	2,42 2,46 2,83	14.72 2,45
	N 1000	1		17 18 19	Сумма Среднее		20 21 22	23	Cynima Cpeailee
	Содержание радия, $n \cdot 10^{-10} \frac{2}{c}$ X^{2} , Y^{3} , XY , D PY , PX , PXY , PXY , PXY , PXY , PX^{3} , PX , PX , PX , PXY , PX	Содержание радия, $n \cdot 10^{-10} \frac{z/z}{z/z}$, χ^{2} , γ^{3} , χ^{3} , χ^{10} ,	Содержавие радия, $n \cdot 10^{-10}$ $_{2/2}$ X^{a} , $n \cdot 10^{-20}$ Y^{a} , N^{a} $_{7}$ Y^{A} , $n \cdot 10^{-20}$ Y^{a} , $n \cdot 10^{-20}$ PX , PX, PX , PX	Содержание радия, $n:10^{-10}$ e/e X ³ , $n:10^{-10}$ Y ³ , $n:10^{-20}$ Y ³ , $n:10^{-20}$ Y ³ , $n:10^{-20}$ Y ³ , $n:10^{-20}$ PY, $n:10^{-20}$ PX, $n:10^{-20}$ PX, $n:10^{-20}$ <td>$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$</td> <td>$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$</td> <td>$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$</td> <td>$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$</td> <td>$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$</td>	$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	$\begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	$ \begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$

									dЦ	одолжение	ma6A. 7.5
		Содер жани n.10 ⁻¹⁽	е радия,) <i>е/е</i>	Xª,	۲٤,	хУ.	۵	ΡΥ.	PX.	PXY.	PX*,
	Ne npobu	при контрольном замере (X)	при основном замере (Y)	п.10 ⁻²⁰	n.10 ⁻²⁰	n.10 ⁻²⁰		n-10_u	n.10 ⁻²⁰	n-10 ⁻²⁰	n.10 ⁻²⁰
ł	1	2	3	4	S	Û	7	8	6	10	11
13	има по 25 пробам • •	35,49	37,69	61,422	71;350	66,039	42,3	47,427	45,693	64,361	61,135
1 0	реднее по 25 пробам · · ·	1,420	1,508	2,457	2,854	2,642	1		1		1
ł				Група	a V. (3—1	0) -1 0 <i>2</i> Ra	12				9
	30 23 23 23 23 23 23 23 23 23 23 23 23 23	3,38 5,40 9,33 9,33	3,48 5,75 9,55	11,424 21,622 29,160 32,833 86,490	11,765 22,848 29,268 33,062 91,202	11,593 22,227 29,214 32,948 88,815 88,815	0,4 0,24 0,20 0,17 0,058	$\begin{array}{c}1,372\\1,147\\1,082\\0,978\\0,478\\0,478\end{array}$	1,352 1,116 1,080 0,974 0,465	4,637 5,334 5,843 5,601 4,441	4,570 5,189 5,582 5,582 4,324
. 🗸	Сумма по 30 пробам	63,95	66,61	242,95	259,50	250,84	43,3	52,484	50,680	90,217	86,632
39	Среднее по 3(пробам •	2,13	2,22	8,098	8,650	8,361	I	1	I	1	ſ
7											

Для упрощения расчета весов примем, что величина С такова, что при $\hat{Q}_{Ra} = 1.8 \cdot 10^{-10} \ e/e P = 1$. В этом случае из выражения (7.31) находим

$$1 = \frac{C}{(3,8\cdot 10^{-12} + 3,4\cdot 10^{-2}\cdot 1,8\cdot 10^{-10})^2} = \frac{C}{10^{-22}},$$

откуда $C = 10^{-22}$. При указанном C, например, для содержаний радия $Q_{Ra} = 1,02 \cdot 10^{-10} \ e/e$, имеем

$$P = \frac{10^{-2^2}}{(3,8\cdot10^{-12}+3,4\cdot10^{-2}\cdot1,02\cdot10^{-10})^2} = 1,9.$$



Аналогично были рассчитаны статистические веса анализов, указанные в табл. 7. 5.

Коэффициенты уравнения регрессии по всем 30 пробам без учета статистических весов можно вычислить по выражениям (7.33) и (7.34):

$$b_{30} = \frac{30 \cdot 250,84 \cdot 10^{-20} - 63,95 \cdot 10^{-10} \cdot 66,61 \cdot 10^{-10}}{30 \cdot 242,95 \cdot 10^{-20} - (63,95 \cdot 10^{-10})^2} = 1,02,$$

$$a_{20} = \frac{66,61 \cdot 10^{-10} \cdot 242,95 \cdot 10^{-20} - 63,95 \cdot 10^{-10} \cdot 250,84 \cdot 10^{-20}}{30 \cdot 242,95 \cdot 10^{-20} - (63,95 \cdot 10^{-10})^2} = -3 \cdot 10^{-12} \ z \text{ Ra Ha} \ 1 \ z \text{ породы}.$$

С учетом полученных коэффициентов уравнение регрессии запишется следующим образом:

$$y = 1,02x + 3 \cdot 10^{-12} \epsilon Ra$$
 на 1 ϵ породы.

Произведя аналогичные расчеты, находим уравшение регрес-

 $y = 1,13x - 10,5 \cdot 10^{-12} \epsilon$ Ra на 1 ϵ породы.

Расчет критериев t_a и t_b не приводится. При необходимости их нетрудно рассчитать по формулам (7. 42)—(7. 46).

Далее рассчитаем уравнение регрессии с учетом статистиче-

Для первых 25 проб на основании формул (7. 29) и (7. 30) имеем

$$\dot{\upsilon}_{25} = \frac{42,3\cdot64,361\cdot10^{-20}-47,427\cdot10^{-10}\cdot45,693\cdot10^{-10}}{42,3\cdot61,135\cdot10^{-20}-(45,693\cdot10^{-10})^2} = 1,115,$$

$$a_{25} = \frac{47,427 \cdot 10^{-10} \cdot 61,135 \cdot 10^{-20} - 45,693 \cdot 10^{-10} \cdot 64,361 \cdot 10^{-10}}{42,3 \cdot 61,135 \cdot 10^{-20} - (45,693 \cdot 10^{-10})^2} = -8 \cdot 10^{-12} \ \varepsilon \text{ Ra Ha 1 } \varepsilon \text{ породы.}$$

Вычислим по формулам (7. 35)-(7. 38) критерии t:

$$S_a = \sqrt{\frac{10^{-22} \cdot 61, 135 \cdot 10^{-20}}{42, 3 \cdot 61, 135 \cdot 10^{-20} - (45, 693 \cdot 10^{-10})^2}} = 3, 5 \cdot 10^{-12} \ e \text{ Ra}$$
 на 1 е породы,

$$t_a = \frac{8 \cdot 10^{-12}}{3.5 \cdot 10^{-12}} = 2,28,$$

$$S_b = \sqrt{\frac{10^{-22} \cdot 42,3}{42,3 \cdot 61,135 \cdot 10^{-20} - (45,693 \cdot 10^{-10})^2} - 2,9 \cdot 10^{-2}},$$
$$t_b = \frac{1,115 - 1}{2,9 \cdot 10^{-2}} = 3,95.$$

По приложению 3 для q = 5% и f = 25 - 2 = 23 находим, что $t_{ra6n} = 2,07$. Поскольку фактические значения t_a и t_b оказались больше табличных, можно полагать, что коэффициент *а* отличается от нуля, а коэффициент *b* от единицы не случайно. В этом случае уравнение регрессии записывается в виде

$$y = 1,115x - 8 \cdot 10^{-12}.$$

Если аналогично рассчитать коэффициенты a и b по всем 30 пробам, то получится, что $b_{30} = 1,054$ и $a_{30} = -2 \cdot 10^{-12}$. В этом случае критерий $t_a = 0,74$ и $t_b = 2,84$. По приложению 3 $t_{\text{табл}} = 2,05$.

Из полученных данных находим, что коэффициент a случайно отличается от нуля. Величина b отличается от единицы не случайно. Поскольку a = 0, то согласно выражению (7.39)

$$b_0 = \frac{90,217 \cdot 10^{-20}}{86,63 \cdot 10^{-20}} = 1,04$$

и уравнение регрессии имеет вид:

$$y = 1,04x$$

при

$$S_b = \sqrt{\frac{10^{-22}}{86,632 \cdot 10^{-20}}} = 0,011$$

И

$$t_b = \frac{1,04-1}{0,011} = 3,6.$$

Уравнения регрессии с учетом статистических весов анализов и без их учета при n = 25 оказались практически одинаковыми: коэффициенты *a* и *b* в обоих случаях различаются не более, чем на величину средних ошибок их определения. Эти уравнения по-казывают, что результаты основных анализов завышены в среднем на $12 \pm 1\%$ отн., и, кроме того, занижены на $9 \pm 1 \cdot 10^{-12}\%$ вес.

Уравнения регрессии при n = 30 почти не обнаруживают систематических ошибок.

Из приведенного примера видно, что влияние характера распределения проб при оценке систематических ошибок можно уменьшить, если учитывать различие статистических весов измерений.

В таблицу сопоставления для расчета уравнений регрессии пробы необходимо подбирать так, чтобы содержания определяемых элементов были распределены приблизительно нормально или хотя бы равномерно.

Произвольное исключение отдельных проб из таблицы сопоставления недопустимо. Без расчетов можно исключать только пробы, значительно отличающиеся по содержаниям определяемого элемента от основной массы проб.

Если все y_i и x_i определены с равной точностью, то для более объективной оценки проб, подлежащих исключению, необходимо с помощью критерия r_{max} определить совместимость максимальных расхождений $d_i = x_i - y_i$ с остальными. Для этого определяют среднее расхождение

$$\bar{d}_i = \frac{\sum d_i}{n} \tag{7.45}$$

и последовательно, начиная от максимальной разности d_{\max} , вычисляют критерий

$$r_{\max} = \frac{d_{\max} - d}{S_d} \frac{1}{n-1}, \qquad (7.46)$$

где

$$S_d = \sqrt{\frac{\sum (d_i - \bar{d})^2}{n - 1}}.$$
 (7.47)

Если вычисленное r_{\max} окажется больше табличного (см. приложение 3) для f = n - 2 степеней свободы, пробу, соответствующую d_{\max} , отбрасывают. Аналогично проверяют следующее максимальное расхождение и т. д.

Для измерений, точность которых не одинакова, необходимо вычислить стандартное отклонение по всем сопоставляемым пробам

$$\sqrt{\frac{\sum x^2}{n} - \left(\frac{\sum x}{n}\right)^2} \tag{7.48}$$

и отбросить те, в которых значения у окажутся меньше или больше среднего

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

более чем на 2_{*s*}. Этот приближенный способ при *n* > 50 достаточно удовлетворителен.

ГЛАВА 16

приемочный контроль

За показатели качества при приемочном контроле могут быть приняты такие величины, как доля брака, уровень определяемого параметра или ошибка его измерений.

В аналитической практике предусматривается приемочный контроль по доле брака, достоинством которого является возможность оценки качества анализов для всей партии проб независимо от содержаний в пих определяемого элемента, поэтому такой контроль удобно сочетать с текущим контролем по параллельным или повторным анализам рядовых проб.

Вместе с при контроле по доле брака не учитывается абсолютное значение ошибки; к браку будут отнесены пробы, в которых ошибки как незначительно, так и значительно превышают нормативы. В связи с изложенным при контроле по доле брака уменьшается объем использования получаемой информации, вследствие чего увеличивается число необходимых контрольных анализов.

Контроль по величине измеряемого параметра при аналитических работах применяется для оценки систематических ошибок, так же как контроль по ошибкам — для оценки воспроизводимости анализов. В методах статистического контроля принято разделять качество всей партни контролируемых объектов (доля брака, средняя ошибка и т. д.) по величине параметра *z* на три категории.

В объектах 1-й категории (хороших) $z \ll z_1$, 2-й категории (удовлетворительных) — $z_1 < z < z_2$, 3-й категории (неудовлетворительных) — $z > z_2$.

Для контроля по доле брака целесообразно принять $z_1 = 0,025 \div 0,030$ и $z_2 = 0,05$; в этом случае неудовлетворительными будут считаться анализы, в которых брак равен 5% и больше от всего объема контролируемых проб в партии, хорошими при доле брака меньше 2,5-3%.

Для оценки качества анализов из партии, содержащей N контролируемых проб, делается выборка объемом n контрольных проб, в которой, в зависимости от принятой системы контроля определяется число бракованных анализов m, а также доля брака

$$b = \frac{m}{n} \tag{7.49}$$

или выборочное стандартное отклонение S.

Для оценки отклонений *b* или *S* от нормативов необходимо задаться определенными значениями риска лаборатории α (максимальная вероятность браковки хороших анализов) и заказчика β (максимальная вероятность принятия бракованных анализов). По величинам α и β можно найти минимальный объем выборки *n* и приемочное число *C*. Если при контроле выдерживается условне

$$m \leqslant C, \tag{7.50}$$

нлн

$$S \leqslant C, \tag{7.51}$$

вся контролируемая партия принимается как удовлетворительная.

Риск заказчика приводит к непоправимым следствиям — к незамеченному браку, поэтому данная величина должиа быть предельно малой. Поскольку забракованные хорошие анализы могут быть переделаны, ошибки, связанные с риском лаборатории, исправимы, хотя и связаны с дополнительными затратами времени и средств. По изложешным соображениям риск лаборатории может достигать 0,2 (20%), а риск заказчика не должен превышать 0,05 (5%).

Теоретические основы приемочного контроля детально рассмотрены в монографии Я. Б. Шора (1962). Ниже на основе теоретических положений этой работы приведены результаты расчетов оптимальных условий контроля за качеством анализов при использовании методов однократной и двукратной выборок, а также метода последовательного анализа.

ХХХІХ. МЕТОД ОДНОКРАТНОЙ ВЫБОРКИ

§ 57. Контроль по доле брака

Для контроля по доле брака из партин N проб делают выборку n проб (n < 0,1N), в которой определяют число бракованных анализов m. Если окажется, что это число в выборке меньше или равно нормативу C (т. е. $m \leq C$), всю партию принимают, в противном случае бракуют.

В табл. 7. 6 приведены объемы выборки и приемочные числа, рассчитанные для условий $z_1 = 0,025, z_2 = 0.05$ и $\beta = 0.05$.

Таблица 7.6

С	n	a	С	n	a
0	60	0,78	5	217	0,44
1	93	0,68	6	228	0,34
2	124	0,60	8	278	0,28
3	153	0,55	10	327	0,21
4	180	0,50	11	360	0,20

Расчетные данные об объемах выборки и приемочных числах при разных нормативах С

Данные табл. 7. 6 свидетельствуют, что при полном отсутствии брака анализов в выборке (C = 0) риск заказчика не превышает 0,05, лишь в выборке объемом не менее 60 проб. Однако это невыгодно лаборатории, так как ее риск при этом равен 0,78. Последний может быть уменьшен лишь увеличением приемочного числа; чтобы при этом не увеличился риск заказчика, необходимо одновременно увеличивать объем выборки. Для обеспечения $\alpha = 0,20$ и $\beta = 0,05$ объем выборки и приемочное число должны быть соответственно не менее 360 и 11.

Рассмотренный способ приемочного контроля по объему контрольных анализов является наименее выгодным.

§ 58. Контроль по выборочному стандартному отклонению S

Условимся считать партию анализов хорошей при $\sigma \leqslant \sigma_0$ и браком при $\sigma \geqslant \sigma_{\rm H}$.

Если взять выборку *n* проб с одинаковым значением измеряемого параметра X и его генеральной дисперсией σ^2 , то на основе результатов анализа x_1, x_2, \ldots, x_n можно рассчитать выборочное стандартное отклонение S. В случае, когла эта величина равна нормативу C или меньше него, всю партию принимают, а при S > Cбракуют. Выполненные нами расчеты показали, что для случая $\frac{\sigma_n}{\sigma_0} = 2$.

 $\alpha = 0,2$ и $\beta = 0,025$ минимальное число проб в выборке составляет 12; норматив C в этом случае равен 1,15. Если риск заказчика повысить до 0,05, объем выборки можно уменьшить до n = 9 при нормативе C = 1,17.

Пример. Контролируется партия из 150 проб с содержанием урана около 0,05% при допустимой ошибке $o_{\rm H} = 0,003\%$ U. Для оценки качества анализов одновременно с рядовыми анализировали эталониую пробу с содержанием 0,052% U; при этом были получены следующие данные (в % урана): 0,051; 0,053; 0,049; 0,054;0,053; 0,054; 0,050; 0,054; 0,051; 0,052; 0,050; 0,053 (n = 12). Выборочное стандартное отклонение S, рассчитанное с учетом поправки K_{n+1} на число измерений (см. приложение 4), равной 1,02, составило 1,76 · 10⁻³% урана.

Поскольку $\sigma_{\mu} = 2\sigma_0$, то

$$\sigma_0 = \frac{0,003}{2} = 0,0015\%$$
 U,

откуда приемочное число

$$C = 1,17.0,0015 = 1,76.10^{-3}\%$$
 U.

Выборочное стандартное отклонение S по 12 пробам оказалось меньше приемочного, поэтому всю партию 150 проб следует принять.

XL. МЕТОД ДВУКРАТНОЙ ВЫБОРКИ

§ 59. Контроль по доле брака

Вначале делают выборку объемом n_1 . Партию проб принимают, если число бракованных анализов m_1 будет удовлетворять условию

$$\frac{m_1}{n_1} \leqslant C. \tag{7.52}$$

Если окажется, что

$$\frac{m_1}{n_1} > C_2,$$
 (7.53)

делают вторую выборку объемом n₂. Партию принимают при условии

$$\frac{m_1 + m_2}{n_1 + n_2} \leqslant C_3. \tag{7.54}$$

где m_2 — число бракованных анализов, а в противном случае бракуют.

Метод двукратной выборки принят для внутрилабораторного контроля в системе Министерства геологии СССР. Считается, что партия результатов одноименных определений, выполненных аналитиком одновременно, подлежит сдаче заказчику, если не менее ²/₃ определений, проконтролированных в эгой партии, оказались удовлетворительными (при условии, что все выявленные при контроле отбракованные определения будут исправлены). Если удовлетворительны результаты контроля менее ²/₃ контролированных проб, повторно анализируют другие пробы этой партии (не менее ¹/₂ от количества проконтролированных в первый раз). При неудовлетворительном результате повторного контроля все результаты анализа данной партии проб считаются забракованными и подлежат переделке.

Пример. Из партии в 30 проб на контроль отобрано $n_1 = 10$ проб. Согласно указанной выше рекомендации партию принимают при m = 3. Если $m_1 > 3$, делают вторую выборку $n_2 = 5$ проб и партию принимают, если не менее 10 результатов из 15 будет удовлетворительными, т. е. если $m_1 + m_2 \leq 5$.

Риск лаборатории α и заказчика β при указанных условиях (полагая $z_1 = 0,03$ и $z_2 = 0,05$) при расчете по методике, изложенной в работе Я. Б. Шора (1962), составляет соответственно $2.5 \cdot 10^{-5}$ и 0,99965, т. е. лаборатория по существу может без вся кого риска повторно анализировать пробы, качество анализов которых является хорошим, но заказчик может принять после контроля бракованные анализы практически со 100-процентным риском.

Таким образом, рассматриваемый вид контроля совершенно неэффективен.

Если при данном объеме выборки предельно ограничить приемочные требования, т. е. принимать партию только при полном отсутствии брака в первой выборке ($m_1 = 0$, $C_1 = 0$) и делать вторую выборку при $m_1 > 0$ ($C_2 = 0,1$), отбраковывая всю партию при $m_1 + m_2 > 1$ ($C_3 = 0,067$), то даже в этом случае риск заказчика еще достаточно велик ($\beta = 0,20$) при риске лаборатории $\alpha = 0,10$.

§ 60. Контроль по выборочному стандартному отклонению

Известно несколько вариантов этого метода контроля, из которых рассмотрим следующий.

Выборку объемом *п* принимают при условии

$$S \leq C$$
.

Если оказывается, что $S_1 > C$, испытания продолжаются. Для этого делают вторую выборку того же объема и по ее данным определяют S_2 . При

$$S_{\rm cp} = \frac{S_1 + S_2}{2} \leqslant C \tag{7.55}$$

выборку принимают, а при

$$S_{\rm cp} > C$$
, (7.56)

бракуют.

Для условий $\frac{\sigma_x}{\sigma_1} = 2, \alpha = 0,2$ и $\beta = 0,025$ минимальный объем каждой выборки согласно расчету равен 8; в этом случае $C = 0,98 \sigma_1 \approx \sigma_1$.

Если в рассмотренном примере с эталонной пробой по объектам первой выборки были получены результаты 0,053; 0,052; 0,050; 0,053; 0,053; 0,051; 0,049; 0,051, то стандартное отклонение по первой выборке равно

$$S = K_{n+1} \sqrt{\frac{\sum (x - 0.052)^2}{n}} = 1.03 \sqrt{\frac{18 \cdot 10^{-6}}{8}} = 1.54 \cdot 10^{-3} \%.$$

Рассчитаем приемочное число:

$$C = 0,98\sigma_1 = 0,98\frac{\sigma_2}{2} = 0,98\frac{0,003}{2} = 1,47 \cdot 10^{-3}\% \text{U}.$$

Поскольку $S_1 = 1,54 \cdot 10^{-3}\% > C = 1,47 \cdot 10^{-3}\%$ U, делают вторую выборку.

По пробам второй выборки того же объема получены следующие данные: 0,052; 0,053; 0,051; 0,053; 0,051; 0,050; 0,51; 0,54; отсюда

$$S_2 = 1,03 \ \bar{I} / \frac{13 \cdot 10^{-6}}{6} = 1,32 \cdot 10^{-3} \% \text{U}.$$

Так как

$$S_{\rm cp} = \frac{1,32 \cdot 10^{-3} + 1,47 \cdot 10^{-3}}{2} = 1,40 \cdot 10^{-3} < C = 1,47 \cdot 10^{-3} \% \,\rm{U},$$

партию принимают.

XLI. МЕТОД ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО АНАЛИЗА

Этот метод является наиболее экономичным. Для контроля необходимо построить график и провести на нем две линии, ограничивающие зоны брака, приема и продолжения испытаний.

§ 61. Контроль по доле брака

Если принять риск лабораторин $\alpha = 0,20$ и заказчика $\beta = 0,05$, то при $z_1 = 0,025$ и $\varepsilon = \frac{7_2}{z_1} = \frac{0.05}{0,025} = 2$ прямые, ограничивающие зоны, строят по следующим уравнениям:

m' = 0,036n - 3,85, (7.57)

$$m'' = 0,036n + 2,17. \tag{7.58}$$

Из уравнений (7.57) и (7.58) видно, что наименьшая выборка n_0 , при которой возможен прием партии проб, равна 107, а наименьшее число бракованных анализов m_0 , при котором возможна браковка партии, равно 3. В среднем для оценки качества анализов партии проб этим методом потребуется выполнить около 250 контрольных анализов, в то время как методом однократной выборки при тех же условиях 360 анализов. Таким образом, при контроле методом последовательного анализа затраты времени и средств на 30% меньше, чем при использовании метода однократной выборки.

Число n_0 можно уменьшить, если увеличить риск лаборатории или значения z_1 и z_2 . Так, если, сохранив указанные выше условия, увеличить риск лаборатории до $\alpha = 0,50$, уравнения контрольных прямых принимают вид:

$$m' = -3,21 + 0,036n,$$

 $m'' = 0,90 + 0,036n,$

откуда

$$n_0 = 89, \ m_0 = 1$$
 и $n_{cp} = 109.$

Для
$$z_1 = 0,05$$
 и $z_2 = 0,10$ при $\alpha = 0,2$ и $\beta = 0,05$ получим $m' = -3,70 + 0,072n,$ $m'' = 2,10 + 0,072n,$

откуда

$$n_0 = 52$$
, $m_0 = 3$ и $n_{cp} = 123$.

§ 62. Контроль по выборочному стандартному отклонению

При этом виде контроля контрольные линии, ограничивающие зоны брака, приема и продолжения испытаний, строят для величины

$$q=\frac{S}{\sigma_1},$$

где σ_1 — величина стандартного отклонения, отвечающая анализам хорошего качества.

Для $\sigma_2/\sigma_1 = 2$, $\alpha = 0,20$ и $\beta = 0,05$

$$q' = \sqrt{1,85 - \frac{7,4}{n-1}},$$
 (7.59)

$$q'' = \sqrt{1,85 + \frac{4,15}{n-1}}.$$
 (7.60)

Зависимости q' и q'' от *n* приведены на рис. 79, из которого видно, что партию анализов можно принять только при объеме выборки не менее 6.

В табл. 7.7 приведены значения q' н q'' в зависимости от n, которые можно использовать для построения ограничивающих линий q' и q'' (см. рис. 79) в любом необходимом масштабе. Пример. При контроле за качеством анализов по эталонной пробе с номиналом $Q_3 = 0,105\%$ урана допустимая средняя ошибка равна $\sigma_{\rm H} = 0.005\%$ урана. По первой выборке в 7 пробах получены следующие данные (x_t) : 0,104; 0,107; 0,108; 0,101; 0,107; 0,103; 0,109.



довательного апализа. А. Б. В — фактические значения q.

Найдем S для 7 проб, учитывая (см. приложение 4), что $K_{n+1} = K_8 = 1,035$:

$$S_{1} = \kappa_{(n+1)} \sqrt{\frac{\sum (x_{l} - Q_{3})^{2}}{n}} = 1,035 \times \sqrt{\frac{(0,104 - 0,105)^{2} + (0,107 - 0,103)^{2} + \dots + (0,109 - 0,105)^{2}}{7}} = \frac{1}{7}$$

$$= 1,035 \, \sqrt{\frac{54 \cdot 10^{-6}}{7}} = 2,86 \cdot 10^{-3} \%.$$

Поскольку

$$\sigma_0 = \frac{\sigma_{\rm H}}{2} = \frac{0,005}{2} = 0,0025,$$

TO

$$q_1 = \frac{S_1}{\sigma_0} = \frac{2,86 \cdot 10^{-3}}{2,5 \cdot 10^{-3}} = 1,14.$$

На рис. 79 точка A с координатами q = 1,14 и n = 7 попадает в зону продолжения испытаний.

По второй выборке объемом в 7 проб получены следующие результаты (в % урана): 0,102; 0,105; 0,109; 0,103; 0,108; 0,100;

0,107. Найдем S_2 для всех 14 результатов анализов, учитывая, что $K_{n+1} = K_{18} = 1,018$:

$$S_2 = 1,018 \sqrt{\frac{121 \cdot 10^{-6}}{14}} = 3 \cdot 10^{-3} \%$$
 урана,

откуда

$$q_2 = \frac{S_2}{\sigma_0} = \frac{3 \cdot 10^{-3}}{2,5 \cdot 10^{-3}} = 1,20.$$

Точка Б с координатами $q_2 = 1,20$ и $n_1 + n_2 = 14$ вновь остается в зоне продолжения испытаний. Делаем третью выборку объемом в 5 проб и получаем следующие результаты: 0,102; 0,106; 0,108; 0,101; 0,109; 0,103% урана.

Вновь находим общее

$$S_3 = 1,013 \sqrt{\frac{174 \cdot 10^{-6}}{20}} = 2,98 \cdot 10^{-3}$$
% урана,

откуда

$$q_3 = \frac{2,98 \cdot 10^{-3}}{2,5 \cdot 10^{-8}} = 1,19.$$

Точка *B* с координатами $q_3 = 1, 19$ и $n_1 + n_2 + n_3 = 19$ вошла в зону приема, в связи с чем испытания можно прекратить и испытуемую партию проб принять.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТАХ В РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ЛАБОРАТОРИЯХ

Опасность при работах с радиоактивными веществами связана с внешним действнем радноактивного излучения на организм и с проникновением радиоактивных веществ внутрь организма через дыхательные пути, пищеварительный тракт и кожу.

При длительном или очень интенсивном действии радиоактивные излучения могут нанести человеческому организму значительный вред, в связи с чем при обращении с излучающими веществами нужно уделять особое внимание защите от излучения.

Интенсивность излучения убывает пропорционально квадрату расстояния от источника, поэтому лучшей защитой является достаточное удаление от источника излучения. Кроме того, время работы с источниками излучения должно сводиться к минимуму.

Для защиты от альфа-излучения не нужно принимать особых мер, так как длина пробега альфа-частиц с наибольшей энергией в воздухе не превышает 10 см. Альфа-частицы проникают только во внешние слон кожи (~50 мк).

Длина пробега бета-частиц в воздухе достигает нескольких метров, в тканях организма до 1 см. При поглощении во внешнем покрове организма (коже, слизистой оболочке глаза и др.) бета-частицы представляют серьезную опасность; однако их легко задержать сравнительно тонкими защитными экранами. Чтобы уменьшить вредное воздействие возникающего при этом тормозного излучения, экранирующие устройства нужно изготовлять из материалов, содержащих элементы с небольшими порядковыми номерами (плексиглас и др.).

Особое внимание следует обращать на проникающее гамма-излучение, для поглощения которого требуются защитные экраны значительной толщины.

Наибольшую опасность радноактивные вещества представляют, попадая внутрь организма. Такая опасность обычно возникает при работах с открытыми радноактивными веществами, если эти работы ведутся без соблюдения соответствующих санитарных правил.

Особо вредны для организма человека радноактивные аэрозоли; при дыханин они задерживаются в легких и через легкие поступают в организм.

К числу основных мероприятий, синжающих внутреннее и внешнее облучение, относятся правильный выбор расположения лабораторий, их планировка, оборудование, отделка помещений и рабочих мест, ограничение времени работы и соблюдение мер личной гигиены в соответствии с существующими правилами работы с радноактивными веществами и источниками нонизирующих излучений. Опасность переоблучения от внешних источников можно своевременно обнаружных с помощью дозиметрического контроля. Радноактивные вещества, попавише внутрь организма, можно обнаружить только с большим трудом. При работах с открытыми радиоактивными веществами (порошки, образцы и т. д.) необходимо создать условия, исключающие возможность попадания радиоактивных веществ внутрь организма.

Ниже приводятся некоторые основные правила обращения с радиоактивными веществами.

Меры предосторожности при работе с радиоактивными веществами

1. Любые операции с открытыми радиоактивными препаратами необходимо проводить в вытяжном шкафу или в изолированной камере с хорошей вентиляцией. При пользовании тягой необходимо следить, чтобы дверцы шкафов были открыты лишь в той мере, которая необходима для выполнения работы.

2. Рабочую поверхность стола следует изготовлять из легко очищаемого материала (линолеум, пластикат и др.).

3. Все работы с открытыми препаратами необходимо проводить на противнях из плексигласа или нержавеющей стали, дно которых нужно покрывать фильтровальной бумагой. При работе с растворами дно кюветы должно иметь такие размеры, чтобы в случае аварии все активное вещество могло быть впитано бумагой. В кювете должно оставаться место для необходимой при работе посуды: стаканов, стеклянных палочек, пипеток, воронок, часовых стекол и т. д.

4. При радиохимических работах не допускается засасывание растворов ртом (например, при пипетированни) из-за возможности попадания радиоактивных веществ внутрь организма. Для этой цели следует пользоваться соответствующими приспособлениями — резиновыми грушами, шприцами и т. д. Радон, выделяемый растворами, должен удаляться в вентиляционную систему. В лабораториях необходимо предусмотреть эффективную систему вытяжной вентиляции; устройство специальной канализации для этих работ не требуется.

5. В случае рассыпания или разлива радиоактивного вещества исполнитель должен немедленно собрать его (раствор собирается фильтровальной бумагой), после чего тщательно промыть загрязненное место теплой водой и проверить чистоту его дозиметрическим прибором. При загрязненности места выше фонового нужно применить реактивы в зависимости от химического состава изотопа, пользуясь рецептами, приведенными в правилах работы с радиоактивными веществами. Обо всех случаях аварий с радноактивными веществами следует обязательно доложить руководителю работ.

6. При работе с бета-излучателями активностью более 0,1 мкюри, содержащимися в растворах и порошках, необходимо применять передвижные экраны из плексигласа.

При работе с гамма-излучающими веществами, активность которых более 0.1 *мг-экв* радия, экраны должны изготовляться из свинцового стекла, свинца и т. п. Толщину экранов устанавливают в соответствии с действующими санитарными правилами.

7. Во всех случаях работы с жесткими бета-излучателями и гамма-излучающими веществами нужно по возможности сокращать время облучения и максимально удалять источники излучения от работающего, применяя для этой цели манипуляторы.

8. В лаборатории должны иметься специальные сосуды отдельно для сбора жидких и твердых веществ. Поврежденная и разбитая посуда относится к радноактивным отходам.

9. Жидкие и твердые отходы следует относить к радиоактивным, если их активность (соответственно в кюри/л и кюри/кг) более чем в 100 раз превышает предельно допустимые концентрации радиоактивных веществ (в кюри/л) для воды открытых водоемов при периоде полураспада меньше 60 дней и в 10 раз при периоде полураспада больше 60 дней. 10. Отработанные жидкие отходы разрешается сливать в хозяйственнофекальную канализацию, если их активность не больше указанной в п. 9, при этом необходимо их десятикратное разбавление сточными водами в коллекторе местной канализации.

11. При хранении жидких отходов емкость для слива жидких отходов надлежит размещать не ближе 1 *м* от рабочего места при мощности физической дозы непосредственно у емкости не более 2,5 *мкр/сек*.

12. Твердые отбросы, содержащие радиоактивные вещества, нужно собирать в специальные сменные контейнеры, открывающиеся с помощью ножной педали. Удаление твердых отбросов, содержащих радиоактивные вещества, вместе с другим мусором категорически воспрещается.

13. Во всех рабочих помещениях необходимо ежедневно производить уборку влажным способом с обязательным мытьем поверхностей столов и шкафов. Рабочие помещения следует проветривать ежедневно перед началом работы и в середине рабочего дня. Полную уборку помещений (мытье стен, окон, дверей) пужно производить не реже одного раза в месяц.

14. Все операции с радноактивными препаратами необходимо производить так, чтобы в любом случае исключалось повреждение или разрушение их защитной оболочки.

15. Препараты, ненужные для данной работы, должны храниться в контейнерах.

16. Последние 30 мин перед окончанием рабочего дня следует использовать для дезактивации посуды из-под активных растворов, перчаток, на приведение в порядок своего рабочего места и др.

Хранение и переноска препаратов

17. Для хранения радноактивных веществ следует использовать хранилище № 1 (основные количества, получаемые с базы и предназначенные для производства всего цикла работ) и свинцовое хранилище № 2 (количества, непосредственно необходимые для производства того или иного эксперимента или серии экспериментов).

18. Радиоактивные вещества, которые используются систематически в течение всего рабочего дия, должны находиться в следующих местах:

а) связанные с возможностью поступления в воздух в виде пыли, паров, газов — в вытяжных шкафах (в закрытом состоянии);

б) жесткие бета-излучатели, а также гамма-излучатели — в соответствующих контейнерах или укрытиях.

19. Радиоактивные вещества следует переносить в соответствующих контейнерах так, чтобы всякая возможность их разлива или рассыпания была исключена, и с применением дистанционных инструментов (пинцетов, щипцов и другах средств захвата) для создания необходимого расстояния между рукой и препаратом.

Меры личной профилактики

20. В рабочем помещении все работающие с радноактивными веществами и изотопами должны находиться в халатах и шапочках. Манипуляции с открытыми радноактивными веществами следует производить в резиновых перчатках. При разрыве или проколе перчатки должны быть заменены новыми.

21. При наличии опасности вдыхания пыли (просев, измельчение, пересыпание) необходимо, чтобы работающие пользовались респираторами ШБ-1 «Лепесток». Если работа производится с радноактивными растворами, пылящими и тому подобными веществами, работающие должны пользоваться клеенчатыми или хлорвиниловыми фартуками.

22. Спецодежду следует подвергать стирке не реже одного раза в 10 дней. В случае интенсивного загрязнения спецодежду необходимо немедленно заменить чистой. Стирка халатов на дому запрещается.

23. При выходе из рабочего помещения в столовую и прочие помещения, в которых не ведется работа с радиоаксивными веществами, халаты, шапочки, нерчатки и другие защитные предметы одежды необходимо снимать.

24. Следует тщательно мыть руки перед едой, курением и уходом с работы. Рекомендуются троекратное намыливание рук, тщательное растирание с помощью щетки и смывание теплой водой. Ногти должны быть всегда коротко острижены.

25. Категорически запрещается браться руками в загрязненных перчатках за дверные ручки, телефонную трубку, водопроводные краны. электрические выключатели и другие предметы общего пользования.

26. Для пуска и прекращения подачи водопроводной воды пользуются только локтями (с помощью локтевых приспособлений на кранах).

27. Во всех помещениях, где производятся работы с радиоактивными веществами, запрещается курение, прием пищи, а также хранение пищевых продуктов.

28. Домашняя и специальная одежда должна храниться раздельно в специальных шкафах. Вносить верхнюю одежду в помещение, где производятся работы с радиоактивными веществами и изотопами, запрещается.

Радиометрический и дозиметрический контроль

Согласно действующим правилам радиометрический и дозиметрический контроль включает следующие операции.

і) контроль индивидуальных доз внешнего облучения;

2) проверка радиоактивной загрязненности рук и одежды работающих при каждом выходе из рабочего помещения;

3) контроль за радиоактивными загрязнениями рабочих поверхностей и оборудования;

4) коптроль за содержанием радиоактивных веществ (газов, аэрозолей) в воздухе рабочих помещений.

В помещениях работ 2-го класса, кроме того, контролируются радиоактивность воздуха, удаляемого в атмосферу вытяжными вентиляционными системами из рабочих помещений и активность сточных вод.

Периодичность контроля устанавливается администрацией по согласованию с органами местного санитарного надзора с учетом особенностей данных работ.

Индивидуальный дозиметрический контроль (ИДК) по гамма-излучению осуществляется с помощью приборов типа КИД-1, ДК-2 и ДП-11Б.

Эталопировка дозиметров проводится по гамма-излучению с помощью эталонов радия (0,1 *мг*) или кобальта-6 (15 *мкюри*). Каждому работающему следует одновременно выдавать два дозиметра (на случай отказа одного из дозиметров). В конце дня данные дозиметрического контроля заносят в специальный журнал. Если доза облучения работающего превышает предельно допустимую, необходимо поставить об этом в известность руководителя работ и принять меры к защите работающих от излучения.

Проверку загрязненности рук и спецодежды работающих производят с помощью радиометра ТИСС (блок ТЧ) по суммарному излучению, который устанавливают в специально отведенном месте. После окончания работы каждый сотрудник обязан проверить загрязненность рук и спецодежды.

В зависимости от характера работ дозиметристы обязаны систематически проверять загрязненность рабочих мест с помощью приборов ТИСС. ДП-11Б и ДК-3. Радиометр ТИСС используется в основном для контроля степени загрязнепности по бета-излучению, ДП-11Б — по суммарному бета + гамма-излучению и ДК-3 — по гамма-излучению при солыщах дозах. Если загрязненность рабочих мест выше пормы, необходимо провести дезактивацию в соответствии с существующими правилами.

Определение концентрации радиоактивных газов в воздухе рабочих помещений. Эту операцию можно производить с помощью электрометра СГ-1М и комплекта ионизационных камер; однако более точные данные могут быть получены прибором РАЛ-1 со сцинтилляционными альфа-камерами. При работе с электрометром СГ-1М, исходя из предельно допустимой концентрации (ПДК) для радона и торона, равной $1 \cdot 10^{-11}$ кюри/л, определения следует производить при чувствительности электрометра к напряжению 30 дел/в с подбором камер, натуральный фон которых не превышает 0,1 дел/мин. Концентрацию радона в рабочих помещениях определяют по обычной методике эманационных определений радона в растворах (см. часть 4).

Пробы воздуха следует отбирать вакуумным способом; для большей достоверности результатов определений из одной точки необходимо отбирать две пробы. Количество отобранных проб определяется в каждом отдельном случае дозиметристом в зависимости от загрязненности воздуха и характера проводимых работ.

Если концентрация радона превышает предельно допустимую, необходимо усилить вентиляцию в помещениях или соответственно уменьшить время работы.

О пределение концентрации радиоактивных аэрозолей. Концентрация аэрозолей определяется осаждением их из определенного объема воздуха на какую-либо поверхность с последующим измерением радиоактивности этой поверхности.

Известно несколько методов определения концентрации радноактивных загрязнений воздуха:

1) непосредственная регистрация удельной активности воздуха;

2) измерение после неселективного повышения концентрации примеси (например, осаждением аэрозоля на мембранных, электрических или жидкостных фильтрах);

3) измерение после избирательного обогащения или выделения радиоактивного изотопа (элемента или группы родственных изотопов) с помощью обычных физико-химических методов.

Поскольку ПДК радиоактивных веществ в воздухе очень мала, результаты иепосредственного измерения активности воздуха с помощью альфа-, бета- и гамма-счетчиков или понизационных камер недостаточно точны. Метод измерения после избирательного обогащения или выделения радпоактивного изотопа с помощью физико-химических методов обладает необходимой чувствительностью, но требует больших затрат времени, поэтому непригоден для оперативного контроля. Удовлетворительной чувствительностью и экспрессностью определений обладает метод определения радиоактивных аэрозолей, накапливаемых на фильтре.

В пастоящее время папболее широкое распространение для осаждения аэрозолей получили мембранные фильтры; это объясняется простотой обращения с шими, стабильностью результатов и высокой эффективностью улавливания частиц аэрозоля. Электрические фильтры, несмотря на их преимущества перед мембранными, имеют большой коэффициент проскока (5—40%) и создают большое количество аэропонов, присутствие которых в атмосфере оказывает вредное воздействие на организм человека. Жидкостные фильтры сейчас применяются в качестве дополнительных для поглощения тех аэрозолей, которые по тем или иным причинам лучше улавливаются при барботаже (например, имеют химическое сродство к кислоте или щелочи, растворяются в них).

Концентрацию радноактивных аэрозолей можно измерить путем прямого счета числа альфа-частиц или методом относительных измерений. После осаждения радноактивных аэрозолей на фильтре с помощью установки PB-1 их концентрацию можно измерить, используя раднометр ТИСС (блок ТИ) для альфа-измерений и счетную установку ПС-64 со счетчиком СБТ-3 для бета-измерений. Для этих же целей можно использовать переносный аэрозольно-газовый радиометр типа PB-4, предназначенный для измерения общей концентрации альфа- и бета-радиоактивных аэрозолей и бета-активных газов. Этот прибор объединяет воздухозаборную систему и электронно-измерительную схему с соответствующими датчиками для альфа- и бета-измерений.

Методика определения концентрации короткоживущих аэрозолей¹. Для выполнения работ требуются следующая аппаратура и приспособления:

¹ Составлена А. А. Поповой.

1) установка РВ-1 или РВ-4-А;

2) раднометр ТИСС со сцинтилляционным датчиком;

3) реометр или газовый счетчик ГКФ-6;

4) фильтры типа АФА-РМП-20 или лента типа НЭЛ;

5) пабор контрольных альфа-препаратов;

6) секундомер.

Осаждение короткоживущих аэрозолей на мембранные фильтры проводят с помощью установок РВ-1 или РВ-4-А. В качестве фильтрующего материала используют фильтры АФА-РМП-20 или ленту типа НЭЛ.

Скорость прокачивания выбирают такой. чтобы коэффициент проскока был достаточно мал (не более 10%), а время отбора пробы — минимально; если прокачивающее устройство не обеспечивает постоянной скорости прокачивания, целесообразно вместо реометров использовать газовые счетчики тапа ГКФ-6.

Коэффициент проскока определяют для фильтров каждой серии. Для этого два фильтра складывают вместе и через них с определенной скоростью прокачивают воздух. Если затем измерить скорость счета от каждого фильтра I'_1 и I'_2 , то коэффициент проскока может быть вычислен по формуле

$$K = \frac{I_2}{I_1'} 100.$$

Вычисленный таким образом коэффициент проскока определяет отношение количества активных аэрозолей, прошедших через фильтр A_2 , к их количеству в воздухе A_1 , прокачанном через фильтр.

При отборе пробы воздуха установкой PB-1 следует перед началом работы определить характеристику зависимости объема воздуха, прокачанного через фильтр, от положений индекса на шкале диафрагмы, после чего индекс шкалы установить на данное деление. Если площадь фильтра составляет 20 см², а скорость прокачивания около 3 n/мин на 1 см² фильтра, необходимый для обеспечения требуемой чувствительности измерений объем прокачанного через фильтр воздуха должен быть равен 3 м³, а время отбора пробы воздуха при этом 50 ± 1 мин. Коэффициент проскока для фильтров марки АФА-РМП-20 при указанных условиях отбора составляет около 6%.

Пробы воздуха отбирают на высоте 1—1,2 м от пола, в зоне дыхания работающего.

При отборе пробы установкой PB-4 через фильтр площадью 4 см² необходимо прокачать не менее 200 л воздуха при скорости прокачивания 5 л/мин на 1 см² фильтра; время отбора пробы воздуха 10 мин. Коэффициент проскока для фильтров типа ленты НЭЛ составляет около 10—11%.

При выборе установок для осаждения аэрозолен необходимо учитывать следующие их особенности.

Установка РВ-1 имеет следующие особенности:

выбрасываемый после фильтрации воздух отводить трудно, поэтому при отборе проб цикл должен быть замкнутым;

отбор проб и их измерение приходится производить с помощью разных установок, причем для измерений по альфа- и бета-излучению также приходится применять разные установки;

производительность труда при работе с установкой РВ-1 невысока, что обусловлено временем осаждения аэрозолей на фильтр.

При осаждении аэрозолей с помощью установки РВ-4-А необходимо учитывать следующее:

отбор проб и измерения производятся раздельно, но с использованием одного пульта, причем пробу измеряют последовательно по альфа- и бета-излучению;

прибор РВ-4 переносный, имеет селевое и аккумуляторное питание.

Для определения активности аэрозолей воздуха отдельно по короткоживущим продуктам распада радона и торона и по долгоживущим изотопам (имеются в виду как долгоживущие продукты распада радона, так и искусственно радноактивные изотопы, тем или иным путем попавшие в исследуемый воздух) фильтр с аэрозолями измеряется трижды: через 20 мин (i_1) , через 4 ч (i_2) и через 4 суток (i_3) .

Эти интервалы времени между отбором проб и измереннями обусловлены следующими соображениями. Через 4 суток все короткоживущие продукты распада радона и торона, включая и торий В с T = 10,6 4, практически полностью распадаются. Следовательно, по величине i_3 можно определить концентрацию долгоживущих изотопов в воздухе.

Концентрация радноактивных аэрозолей, загрязненных долгоживущими изотопами, будет выражаться формулой

$$Q_{\rm gw} = \frac{i_3 - \Phi}{2, 2 \cdot 10^{12} ve (1 - K)} \kappa_{iopu/n}, \qquad (n. 1.1)$$

где v — объем прокачанного воздуха в Λ ; Φ — фон альфа-раднометра (с фильтром) в *имп/мин*; ε — эффективность альфа-раднометра (в угле 4π при измерениях в тонком слое ¹); K — коэффициент проскока фильтра.

Скорость счета через 4 и позволяет определить концентрацию в воздухе любого продукта распада торона. Это справедливо для случая радноактивного равновесия между продуктами распада торона в воздухе, которое обычно имеет место при небольшой скорости вентиляции или при ее отсутствин. Действительно, за 4 ч, т. е. за время, равное 9 периодам полураспада, RaB, наиболее устойчивый из короткоживущих продуктов распада радона, и находящийся с ним в равновесии (в случае слабой вентиляции помещения) RaC' практически полностью распадараются. Таким образом, если предположить, что ThB находится в равновесии с ThC' и ThC", то, измерив скорость альфа-счета I_2 , можно определить концентрацию продуктов распада торона.

Очевидно, что за время отбора пробы (50 *мин*) распадом ThB можно пренебречь; поправку на распад ThB нужно вводить лишь за время, проходящее от отбора пробы до ее измерения (4 ч).

Таким образом, концентрация в воздухе каждого из продуктов распада торона в случае радноактивного равновесия составляет

$$Q_{\rm Th} = \frac{(i_2 - i_3) e^{\lambda_{\rm ThB}t}}{2,2 \cdot 10^{12} v \varepsilon (1 - K)} \kappa_{iopu/n.}$$
(n. 1.2)

При t = 4 u = 240 мин и $\lambda_{\text{ThB}} = 1.82 \cdot 10^{-5}$ ¹/сек

$$Q_{\rm Th} = 5,0 \cdot 10^{-13} \frac{i_2 - i_3}{v \varepsilon (1 - K)} \kappa \omega p u/n.$$

Для определения содержания продуктов распада радона в момент отбора необходимо в измеренную концентрацию ввести поправки на их распад как за время до первого измерения (20 мин), так и за время отбора пробы ($t_0 = 50$ мин). За 20 мин RaA практически полностью распадается, поэтому скорость счета $I_1 = i_1 - \Phi$ обусловлена RaC', образовавшимся из RaB (распадом RaC' \rightarrow RaC" можно пренебречь ввиду его малой вероятности). В случае радиоактивного равновесия между всеми продуктами распада радона альфа-активность на фильтре уменьшается с периодом полураспада RaB (26,8 мин). Таким образом, поправку на распад за время до первого измерения определяют по выражению

$$P_1 = e^{\lambda_{RaB}t} = e^{\lambda_{RaB}} \cdot 20.$$

¹ Эффективность счетчика є определяется для тонкого источника как отношение измеренной скорости счета в импульсах за минуту от эталона к его активности в распадах за минуту в угле 4л.

Поправка на распад продуктов распада радона за время отбора пробы согласно выражению (6. 10) составляет

$$P_2 = \frac{t_o \lambda_{RaB}}{1 - e^{-\lambda_{RaB}t_o}}.$$

С учетом поправок P_1 и P_2 конпентрация продуктов распада радона при радиоактивном равновесии между ними в момент отбора пробы равна

$$Q_{\rm Rn} = \frac{(I_1 - I_2) e^{\lambda_{\rm RaB} - 20} t_0 \lambda_{\rm RaB}}{2,22 \cdot 10^{12} ve (1 - K) (1 - e^{-\lambda_{\rm RaB} t_0})} \kappa i o p u/n (\pi. 1.3)$$

Если $t_0 = 50$ мин, то, учитывая, что $\lambda_{RaB} = 4,31 \cdot 10^{-4}$ 1/сек, получим

$$Q_{\rm Rn} = 1,36 \cdot 10^{-12} \, \frac{I_1 - I_2}{ve \, (1 - K)} \, \kappa iopu/\Lambda.$$

Самопоглощение альфа-частиц в фильтре при расчетах не учитывается. так как его величина не превышает 10%.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

υ φ(Ŭ) Φ(Ŭ) Ŭ	φ (Ŭ)	ወ (ሀ)
$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	0,130 0,110 0,094 0,079 0,066 0,054 0,044 0,035 0,028 0,022 0,018 0,014 0,010 0,008 0,006 0,004	0,933 0,945 0,955 0,964 0,971 0,977 0,982 0,986 0,989 0,922 0,994 0,995 0,996 0,997 0,998 0,998

плотность ф (U) и функция нормального распределения Ф (U) случаиной величины U

 $\Phi(-U) = 1 - \Phi(U).$

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

КРИТЕРИИ t, r, rmax, rxy

		t		r	<i>r</i> m	ax	r	xy
	α	β	a	β	α	β	α	β
1	2	3	4	5	6	7	8	Ģ
$ \begin{array}{c} 1\\2\\3\\4\\5\\6\\7\\8\\9\\10\\11\\12\\13\\14\\15\\16\\17\\18\\19\\20\\25\\30\\40\\50\\100\\120\\\infty\end{array} $	6,31 2,92 2,35 2,13 2,02 1,94 1,90 1,86 1,83 1,81 1,80 1,78 1,77 1,76 1,75 1,75 1,75 1,75 1,75 1,75 1,75 1,73 1,73 1,73 1,73 1,71 1,68 1,66 1,66 1,65	12,71 4,30 3,18 2,78 2,57 2,45 2,37 2,31 2,26 2,23 2,20 2,18 2,16 2,15 2,13 2,12 2,11 2,10 2,09 2,06 2,04 2,02 2,01 1,99 1,98 1,96	1,397 1,559 1,611 1,631 1,640 1,644 1,647 1,648 1,649	1,409 1,645 1,757 1,814 1,848 1,870 1,885 1,895 1,903 1,910 1,916 1,920 1,923 1,926 1,928 1,926 1,928 1,926 1,928 1,931 1,935 1,935 1,935 1,935 1,935 1,935 1,942 1,945 1,949 1,951 1,956 1,957 1,96	1,406 $1,645$ $1,791$ $1,894$ $1,974$ $2,041$ $2,097$ $2,146$ $2,190$ $2,229$ $2,264$ $2,297$ $2,326$ $2,354$ $2,380$ $2,404$ $2,426$ $2,447$ $2,467$ $2,467$ $2,486$	$1,412 \\1,689 \\1,869 \\1,996 \\2,093 \\2,172 \\2,237 \\2,294 \\2,343 \\2,387 \\2,426 \\2,461 \\2,493 \\2,523 \\2,551 \\2,577 \\2,600 \\2,623 \\2,644 \\2,664 \\$	0,988 0,900 0,805 0,729 0,669 0,621 0,582 0,549 0,521 0,497 0,476 0,472 0,400 0,378 0,369 0,360 0,257 0,231 0,164 	$\begin{array}{c} 0,997\\ 0,950\\ 0,878\\ 0,811\\ 0,754\\ 0,707\\ 0,666\\ 0,632\\ 0,602\\ 0,576\\ 0,553\\ 0,532\\ 0,514\\ 0,497\\ 0,482\\ 0,468\\ 0,456\\ 0,444\\ 0,433\\ 0,423\\ 0,423\\ 0,423\\ 0,381\\ 0,349\\ 0,304\\ 0,273\\ 0,195\\\\\\\\\\ \end{array}$
					}			ļ

Примечания. 1. α. — уровень значимссти 10% (двусторонний) и 5% (одно-сторонний). 2. β. — уровень значимости 5% (двусторонний) и 2,5% (односторонний).

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

коэффициенты Кл

n	K _n	n	K _n
2	1,25	8	1,035
3	1,128	9	1,031
4	1,085	10	1,028
5	1,064	12	1,023
6	1,051	15	1,018
7	1,042	20	1,013

приложение 5

меры совпадения значения χ^2

0,01	50,596,51,52,533,52,55,55,55,56,56,56,56,56,56,56,56,56,56,
0,02	47,96 47,96 47,96 44,144 44,144
0,05	$^{3,84}_{7,99}$ $^{3,84}_{7,99}$ $^{2,999}_{225,00}$ $^{2,999}_{225,00}$ $^{2,999}_{225,00}$ $^{2,103}_{225,00}$ $^{2,104}_{$
0,10	2,71 2,71 2,72 2,71 2,72 2,71 2,72 2,72
0,20	3,25 3,25 3,25 3,25 3,25 3,25 3,25 3,25
0,30	332,469 340 340 340 340 340 340 340 340 340 340
0,50	28228222222222222222222222222222222222
0,70	0,15 0,15 0,15 0,16 0,17 0,17 0,17 0,17 0,17 0,17 0,17 0,17
0,80	22222222222222222222222222222222222222
0,90	20,00 20
0,95	00,00 10,127,00 10,120,00 10,1
0,98	165, 275, 299, 277, 259, 259, 259, 259, 259, 259, 259, 259
0,99	1443222200000000000000000000000000000000
ł,	-00420222222222222222222222222222222222

Г-КРИТЕРИЙ ДЛЯ УРОВНЯ

1. 11	1	ų	3	4	5	ß	7	8
]
1	161	200	216	225	230	234	237	239
2	18,5	19,0	19,2	19,2	19,3	19,3	19,4	19,4
3	19,1	9,6	9,3	9,1	9,0	8,9	8,9	8,8
4 <u>.</u>	7,7	6,9	6,6	6,4	6,3	6,2	6,1	6,0
5	5,51	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82
₹.	3,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15
ī	3,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73
\$	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44
8	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07
12	4,75	3,88	3,49	3,26	3,11	3,00	2,92	2,85
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,77	2,70
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,52	2,45
25	4,24	3,38	2,99	2,76	2,60	2,49	2,41	2,34
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,34	2,27
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18
50	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13
100	3,94	3,09	2,70	2,46	2,30	2,19	2,10	2,03
∞	3,84	2,99	2,60	2,37	2,21	2,09	2,01	1,94

Примечания. 1. Значения $x^2(f_1)$ находят по формуле $x^2(f_1) = f_1 F(f_1, \infty)$; 2. Значения і рассчитывают из выраження і $(f_2) = \sqrt{F(1, f_2)}$; например, для ЗНАЧИМОСТИ q = 5%

91011121416 $:0$ 24 30 24124224324424524624824925019,419,419,419,419,419,419,419,519,58,88,88,88,78,78,78,78,68,66,06,05,95,95,95,85,85,85,74,784,744,704,684,644,604,564,534,504,104,064,034,003,963,923,873,843,813,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08											
$ \begin{array}{ c c c c c c c c c c c c c c c c c c c$	3	30	24	10	16	14	12	11	10	9	
24124224324424524624824925019,419,419,419,419,419,419,419,519,58,88,88,88,78,78,78,78,78,68,66,06,05,95,95,95,85,85,85,74,784,744,704,684,644,604,564,534,504,104,064,034,003,963,923,873,843,813,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08											
19,4 $19,4$ $19,4$ $19,4$ $19,4$ $19,4$ $19,4$ $19,4$ $19,5$ $19,5$ $8,8$ $8,8$ $8,8$ $8,7$ $8,7$ $8,7$ $8,7$ $8,7$ $8,6$ $8,6$ $6,0$ $6,0$ $5,9$ $5,9$ $5,9$ $5,8$ $5,8$ $5,8$ $5,7$ $4,78$ $4,74$ $4,70$ $4,68$ $4,64$ $4,60$ $4,56$ $4,53$ $4,50$ $4,10$ $4,06$ $4,03$ $4,00$ $3,96$ $3,92$ $3,87$ $3,84$ $3,81$ $3,68$ $3,63$ $3,60$ $3,57$ $3,52$ $3,49$ $3,44$ $3,41$ $3,38$ $3,39$ $3,34$ $3,31$ $3,28$ $3,23$ $3,20$ $3,15$ $3,12$ $3,08$	254	250	249	248	246	245	244	243	242	241	
8,88,88,88,78,78,78,78,78,68,66,06,05,95,95,95,85,85,85,74,784,744,704,684,644,604,564,534,504,104,064,034,003,963,923,873,843,813,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08	19,5	19,5	19,5	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	
6,06,05,95,95,95,85,85,85,74,784,744,704,684,644,604,564,534,504,104,064,034,003,963,923,873,843,813,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08	8,5	8,6	8,6	8,7	8,7	8,7	8,7	8,8	8,8	8,8	
4,784,744,704,684,644,604,564,534,504,104,064,034,003,963,923,873,843,813,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08	5,6	5,7	5,8	5,8	5,8	5,9	5,9	5,9	6,0	6,0	
4,104,064,034,003,963,923,873,843,813,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08	4,36	4,50	4,53	4,56	4,60	4,64	4,68	4,70	4,74	4,78	
3,683,633,603,573,523,493,443,413,383,393,343,313,283,233,203,153,123,08	3,67	3,81	3,84	3,87	3,92	3,96	4,00	4,03	4,06	4,10	
3,39 3,34 3,31 3,28 3,23 3,20 3,15 3,12 3,08	3,23	3,38	3,41	3,44	3,49	3,52	3,57	3,60	3,63	3,68	
	2,93	3,08	3,12	3,15	3,20	3,23	3,28	3,31	3,34	3,39	
3,18 3,13 3,10 3,07 3,02 2,98 2,93 2,90 2,86	2,71	2,86	2,90	2,93	2,98	3,02	3,07	3,10	3,13	3,18	
3,02 2,97 2,94 2,91 2,86 2,82 2,77 2,74 2,70	2,54	2,70	2,74	2,77	2,82	2,86	2,91	2,94	2,97	3,02	
2,80 2,76 2,72 2,69 2,64 2,60 2,54 2,50 2,46	2 ,30	2,46	2,50	2,54	2,60	2,64	2,69	2,72	2,76	2,80	
2,65 2,60 2,56 2,53 2,48 2,44 2,39 2,35 2,31	2,13	2,31	2,35	2,39	2,44	2,48	2,53	2,56	2,60	2,65	
2,54 2,49 2,45 2,42 2,37 2,33 2,28 2,24 2,20	2,01	2,20	2,24	2,28	2,33	2,37	2,42	2,45	2,49	2,54	
2,46 2,41 2,37 2,34 2,29 2,25 2,19 2,15 2,11	1,92	2,11	2,15	2,19	2,25	2,29	2,34	2,37	2,41	2,46	
2,40 2,35 2,31 2,28 2,23 2,18 2,12 2,08 2,04	1,84	2,04	2,08	2,12	2,18	2,23	2,28	2,31	2,35	2,40	
2,28 2,24 2,20 2,16 2,11 2,06 2,00 1,96 1,92	1,71	1,92	1,96	2,00	2,06	2,11	2,16	2,20	2,24	2,28	
2,21 2,16 2,12 2,09 2,04 1,99 1,93 1,89 1,84	1,62	1,84	1,89	1,93	1,99	2,04	2,09	2,12	2,16	2,21	
2,12 2,07 2,04 2,00 1,95 1,90 1,84 1,79 1,74	1,51	1,74	1,79	1,84	1,90	1,95	2,00	2,04	2,07	2,12	
2,07 2,02 1,98 1,95 1,90 1,85 1,78 1,74 1,69	1,44	1,69	1,74	1,78	1,85	1,90	1,95	1,98	2,02	2,07	
1,97 1,92 1,88 1,85 1,79 1,75 1,68 1,63 1,57	1,28	1,57	1,63	1,68	1,75	1,79	1,85	1,88	1,92	1,97	
1,88 1,83 1,79 1,75 1,69 1,64 1,57 1,52 1,46	1,00	1,46	1,52	1,57	1,64	1,69	1,75	1,79	1,83	1,88	

например, для $f_1 = 12$ $x^2 = 12F$ (12, ∞) = 12.1,75 = 21.0. f = 9 $t = \sqrt{F(1,9)} = \sqrt{5.12} = 2.26.$

ПРИЛОЖЕНИЕ 7

ПЕРЕЧЕНЬ АППАРАТУРЫ, ПРИМЕНЯЕМОЙ ДЛЯ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ *

Ni n/n	Установка	Назначение
	Пересчетные приборы	
1	Бинарная пересчетная установка типа Б-2	Для регистрации импульсов при измере- нии иопнзирующих излучений
2	Пересчетный прибор ти- па ПС-10 000 «Флокс»	Для счета случайно распределенных во времени и периодических импульсов часто- той от 850 кгц до 1 мггц
3	Декадно-счетная уста- новка ДП-100	Для регистрации импульсов при изме- реции ионизационных излучений
4	Раднометр ПС-5М «Волна» Спектрометрические	Для регистрации и счета импульсов, по- ступающих с датчиков радноактивных излу- чений, а также для счета периодических им- пульсов с частотой следования до 100 000 имп/сек; конструктивно выполнен для стационарных условий эксплуатации
	приборы	
5	Пятиканальная лабора- торная спектрометриче- ская установка ЛСУ-5К	Для количественного раднометрического анализа U, Ra, Th и K в пробах горных пород и руд по спектральному разделению естественного гамма-излучения и количе- ственной оценки общего бета-излучения
6	Лабораторный сциптил- ляционный апализатор ти- па ЛАС	Для количественного раднометрического анализа U, Ra и Th в пробах руд по спек- тральному разделению естественного гамма- излучения и количественной оценки общего альфа-, бета- и гамма-излучения
7	Персносный одноканаль- ный апализатор импуль- сов АИ-8	Для анализа амплитудного распределения импульсов, поступающих от сцинтилляцион- ного детектора
8	Анализатор амплитуд- ный дифференциальный одноканальный ААДО-1	Для исследования распределения им- пульсов по амплитудам
9	Универсальный сцинтил- ляционный датчик типа УСД-1	Для регистрации альфа-, бета- и гамма- излучений, а также потоков быстрых и теп- ловых нейтронов в следующих диапазонах энергий: альфа-излучения 1—10 Мэв; бета-излу- чения 0,05—3 Мэв (ср. энергии бета-спек- тра); гамма-излучения 0,03—3 Мэв; тепловых нейтронов 0,025 Мэв; быстрых нейтронов 0,5—10,0 Мэв.

• Технические данные см. в книге «Аппаратура для регистрации и исследования нонизирующих излучений». Справочник. Атомиздат, 1965.

№ n/n	Установка	Назпачение
	Универсальныйсцинтил- ляционный датчик типа УСД-1	Позволяет производить альфа-измерения при гамма-фоне до 1000 <i>мкр/сек</i> , бета-изме- рения, а также спектрометрию гамма-излу- чения и измерять слабые источники гамма- излучения в жидком и порошкообразном состоянии. Излучение регистрируется смен- ными детекторами
10	Сцинтилляционный бета- гамма-датчик типа БГСД-2	Для регистрации бета- и гамма-излучения радиоактивных проб горных пород и руд. Позволяет производить спектральный ана- лиз гамма-излучения. Рассчитан на работу с анализаторами импульсов, имеющими схему укорочения сигнала на линии за- держки (например, АИ-8); при малых за- грузках возможна работа с любыми анали- заторами и счетными установками
İİ	Переносный аналитиче- ский радиометр типа АРП-3.	Для количественного радиометрического определения содержания урана, радия и то- рия в порошковых пробах руд в условиях полевой геофизической лаборатории; может быть использован также для записи спектров гамма-излучения в диапазоне эпергий от 80 кэв до 2 Мэв
	Дозиметрические приборы	
12	Универсальный радио- метр типа ТИСС	Для измерения и сигнализации о превы- шении заданного уровня загрязненности альфа- и бета-активными веществами по- верхностей оборудования, а также одежды и рук работающего персонала. Имеет 3 дат- чика: типа ТЧ для измерения загрязненности поверхности бета-активными веществами; типов ТП со сцинтилляционным и провор- циональным счетчиками для измерения соот- ветственно загрязнения малых и больших поверхностей альфа-активными веществами
13	Установка типа PB-1	Для осаждения на аналитических филь- трах альфа- и бета-активных аэрозолей из загрязненного воздуха производственных помещений и атмосферы
14	Аэрозольно-газовый ра- диометр переносный тила PB-4	Для обнаружения и периодического измерения концентрации альфа- и бета-активных аэрозолей и бста-активных газов без раз- деления долгоживущих и короткоживущих компонентов активности

N• ⊓/n	Установка	Назначение
15	Комплект индивидуаль- ного дозиметрического контроля типа КИД-1	Для измерения интегральной дозы жест- кого рентгеновского и гамма-излучения при индивидуальном дозиметрическом контроле в лабораторных условиях
16	Универсальный бета- гамма-раднометр типа «Луч-а»	Для регистрации бета- и гамма-излучений; возможно качественное и количественное дифференцированные определения мягкого бета-излучения с минимальной энергией 0,15 <i>Мэв</i> , жесткого бета-излучения и гамма- излучения
	Приборы для альфа- и бета-измерений и другие	
17	Электрометр типа СГ-1М	Для определения радиоактивности порош- ковых проб по альфа-лучам и измерений кон- центрации эманаций радона, торона и ак- тинона при раднохимических анализах и до- зиметрическом контроле
18	Синнтилляционный аль- фа-рэдиометр типа РАЛ-1.	Для определения альфа-активности по- рошковых проб, измерений концентрации эманаций радона, торона и актинона при раднохимических анализах и дозиметриче- ском контроле; может быть использован как в полевых, так и в стационарных лаборато- риях
19	Сцинтилляционный бета- раднометр типа «Циркон» (РАП-4)	Для измерения бета-активности проб ма- лого веса (от 10 <i>мг</i>) в условиях полевой ла- боратории; может быть использован при ми- нералогических определениях циркона, для оценки радноактивности золы растений при исследованиях геоботанических проб и т. п.
20	Выпрямитель стабили- зпрованный типа BC-22	Для использовання в лаборатории в каче- стве стабилизированного источника напря- жения от 600 до 1000 в

приложение 8

основные метрологические параметры аппаратуры для радиометрических анализов

	Детектор			Измерен	топ вин	ошковых	npo5
<u>.</u>	L tki	оятээрицох	Методика и условня измерений	йыннэатоэтоэ ним/лми , воф	5 , Б ИЭЭНВН	-апетиятель- чувствитель- ность, имп/иин + U %1 вн + 0 %1 вн	порог ** чув. ствятельности, n.10 ⁻³ % экв. U
	2	8	4	5	9	2	ω
сцин- анализа-	ZnS (Ag)	-	Альфа-измерсния в тарелочках диа- метром 8 см с высотой бортика 0,2 см на расстоянии 0,2 см от детектора	3,0	3,5	2000	1,2
	CTC-5	16	Бета-измерения в стакагах внеш- инм дваметром 8,5 см, виутрелним 6,5 см, высотой 9 см и а рассточнии 0.3 см от счетчиков; счегчики окру- жают стакан	150	200	45 000	0,35
	бста-сцинтиляцион- ный счегчик	-4	Бета-измерения малых павесок проб в стакане днаметром 5 см и вы- сотой 2,5 см па ресстоянии 0,1 см от счетчика, проба помещена внутрь де- тектора	ß	4	0006	1,1
	(TI) LaN		Гамма-измерения в фигурном ста- капе впешним диаметром 8,5 си и вну- тренним 6.6 си со свницовым филь- тром толщипой 2 ли	300	200	006	0,18

к проб	порог •• чул. стелтельности, л.10 ⁻³ % экв. С	8	1,2	1,2	3°3	0,17
орошковы	чувстантель- ность, имп/мин • U %I вн	7	400	5000	52	14 000
рення по	наевска, 2	9	20	4	200	1020
Hame	естественный фон, имл/мин	2	300	300	150	0.0
	Методика п условия измерений	-7	Гамма-нзмерення в тарелочках дна- метром 5,1 см н с высотой бортика 2 см со свинцовым фильтром толщи- ной 2 мм; тарелочки расположены над детектором	Гамма-пзмерения в геометрии 4 л; латунный стакан со стенками толици- ной 2 мм внутри детектора	Гамма-измерения в стаканах внеш- ним диаметром 8,5 <i>см</i> , внутрениим 6,5 <i>см</i> и высотой 9 <i>см</i> с дополни- тельным алюминиевым фильтром тол- щиной 1 <i>мм</i>	Альфа-измерения в тарелочках диа- метром 7 или 16 <i>см</i> и с высотой бор- тика 0,2 <i>см</i> ; тарелочки расположены под детектором на расстоянии 0,2 <i>см</i> от него
	количество	8			16	
Детектор	181	2	NaJ (TI)	NaJ (T1) с колодцем	CTC-5	ZnS (Ag)
	Установка					Раднометр-анализатор лабораторный РАЛ-I

Продолжение прилож. 8

2 . CO	проб	порог ** чув- стантельноста, л-10 ⁻³ %- экв. U	80	5,2	0,85	0,21	2,1	0,85
v ndu әп нәэ	рошковых	чувствитель- ность, имп/мин на 1% U +	2	450	10 000	40 000	20	25 000
#rvoQod	ения по	навеска, г	9	3-5	30	200	200	300
U	Hamep	йыннэято:» ээ ниж/лжи , поф	ເວ	3,0	40	40	40	250
		Методика и условия измерений	4	Альфа-измерения в тарелочках диа- метром 7 см и с высотой бортика 0,2 см; тарелочки расположены под детектором на расстоянии 0,2 см от него	Бета-измерения в тарелочках раз- мером 2 × 12 × 1; тарелочки распо- ложены под детектором на расстоя- нии 1,0 см от него	Бета-измерения в стаканах внеш- ним диаметром 5,3 <i>см</i> и внутренним 3,2 <i>см</i> , высотой 12 <i>см</i> ; стакан вокруг детектора	Гамма-измерения в таких же ста- канах; стакан вокруг детектора, фильтр из железа толщиной 2 жы	Бета-измерения в тарелочках раз- мером 10 × 20 × 1; тарелочки рас- положены иод детектором иа расстоя- ини 1 с.и от него
		коля чество	6	-				ম
	Детектор	ЦЦ	2	ZnS (Ag) в приставке 211-349-2	CTC-6		CIC-6	MC-6
	Установка			Лабораторная пере- счетная установка типа Б-2	Лабораторная пере- счетная установка типа Б-2 или ДП-100			

с проб	поро ⁺⁺ чув- стаглельности, п.10 ⁻³ %- экв. U	8	0,7	0,35	3,0	0,35	0,27
кмаохиторо	чувствитель- ность, имп/мин на 1% [] *	2	30 000	20 000	30	550	31 700
ренил п	навеска, г	6	300	200	500	200	250
lawe	йынпөөтсөгсө ном/мми , ноф	2	250	180	180	850	45
	Методака и условвя пзмерений	4	Гамма-измерения в тарелочках раз- мером 10 × 20 × 1; тарелочки рас- положены под детектором на расстоя- нии 1 см от него	Бета-измерения в стаканах внеш- ним диамстром 8,2 см, внутренним 5,6 см, высотой 6,5 см; стакан внутри детектора	Гамма-измерения в стаканах внеш- ним диаметром 8,2 <i>см</i> , внутренним 5,6 <i>см</i> , высотой 6,5 <i>см</i> ; стакаи внутри детектора; измерения проводятся с до- полнительным алюминиевым филь- тром толщиной 1 <i>мм</i>	Гамма-измерения в стаканах внеш- ним диаметром 8,2 <i>см</i> , внутренним 5,6 <i>см</i> , высотой 6,5 <i>см</i> ; стакан вокруг детектора	Бета-измерения в фигурном. стака- не при толщине слоя пробы 12 мм
	оатээрикол	3	ম্য 	24	54		
Детектор	ЦЯТ	5	MC-6	CTC-5	CTC-5	NaJ (TI)	Бета-сцинтиллятор
	Установка	1	Лабораторная пере- счетная установка типа Б-2 или ДП-100	Радиометр-анализатор полевой типа РАП-1			Лабораторная спек- трометрическая уста- новка ЛСУ-5К

Продолжение прилож. 8

428

Продолжение при лож. 8

проб	порог ** чув- стантельности л.10 ⁻³ %- экв, U	æ	0,08	0,25	0,10	0,07	0,07
урошковых	чувствптель- пость, имп/жин из 1% []•	7	1200	80 000 000 000	200 000	500 000	320 000
ения по	5 , бхээвел	9	330	06	500	500	60
Hamep	бстественный фон, <i>имп/ми</i> ,ноф	ມ	570	160 220	200	750	320
	Методика и условия азмерений	4	Гамма-измерения в первом канале установки в фигурном стакане при толщине слоя пробы 12 <i>мм</i>	Одновременные измерения пробы в трех кюветах размером 10 × 10 × × 0,3 см по суммарному бета-гамма- излучению	Одновременные измерения пробы	в семи кюветах размером 16 × 15 × × 0,2 см по суммарному бега-гамма- излучению	Измерения пробы в двух кюветах размером 10 × 10 × 0,3 <i>см</i> по сум- марному бета-гамма-излучению
	колнчество	0		90	æ	35	18
Детектор	ЦЦ	2	NaJ (Tl) без альфа-реперного источника	СТС-6 (один ряд) МС-4 (два ряда)	СТС-6 (один ряд)	МС-6 (пять рядов)	СТС-6 (три ряда)
Установка		I	Лабораторная спект- рометрическая уста- новка ЛСУ-5К	Многорядная уста- вовка для анализа руд	Многорядная уста-	новка для анализа по- род	

При гамма-измерениях <u>имп</u> на 1% U.
 Порог чувствительности рассчитан для времени измерения 10 мим.

основные параметры газоразрядных счетчиков

Тип счетчика	Температурный диапазон работы, градусы	Напряжсние на- чала счета, в	Рабочее иапря- жение, в	Наименьшая прогяженность плаго, в	Нанбольший наклон плато, на I в, %	Максимальная скорость счета, имп/мии
1	2	3	4	5	6	7
СТС-1 (СИ-1Г)	От —40 до +50	280—320	360—440	80	Для ре 0,125	егистрации 60 000
СТС-2 СТС-3 СТС-8 СГС-5 СГС-6	$\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	$\begin{array}{r} 285335 \\ 285335 \\ 280335 \\ 310 \\ 320 \end{array}$	380-460 380-460 380-460 340-440 340-440	80 80 80 80 80 80	0,125 0,125 0,125 0,20 0,15	40 000 30 000 200 000 1 500 000
МС-4 МС-6 МС-7 МС-8	-40 +50 -40 +50 -25 +50 -25 +50 -25 +50	720—780 720—780 720—780 720—780 720—780	820—880 820—880 800—860 800—860	200 200 100 100	0,1 0, 1 0,15 0,15	25 000 25 000 25 000 25 000
MC-9 MC-11 MC-12 MC-13 MC-14 MC-16 BC-6	$\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	720—780 720—780 720—780 720—780 720—780 720—780 720—780 720—800	870—930 870—930 790—850 870—930 870—930 870—930 820—900	250 200 100 200 200 200 200	0,1 0,10 0,15 0,15 0,10 0,10 0,075	$\begin{array}{c} 25 & 000 \\ 25 & 000 \\ 25 & 000 \\ 25 & 000 \\ 25 & 000 \\ 25 & 000 \\ 25 & 000 \\ 25 & 000 \end{array}$
BC-8 BC-9 BC-9Τ (CI-14Γ)	-40 +50 -40 +50 +20 +150	720—800 720—800 720—800	820900 870950 820900	150 250 200	0,1 0,075 0,10	25 000 25 000 50 000
BC-11	»40 » +-50	720—800	870950	200	0,075	25 000
BC-13 BC-14 BC-16	= -40 + 50 = -40 + 50 = -40 + 50	720—800 720—800 720—800 720—800	820—900 820—900 820—900	150 200 200	0,1 0,075 0,075	25 000 25 000 25 000
070 10			1975 410	ו טב	для регистра 1 1 95 (пон	цин оета-
СТС-10 (СИ-2БГ) СТС-11 (СИ-1БГ)	» —40 » +50 » —40 » +50	350	375—410 390—410		1,25 (при напряжении 390±8 в) 1,25 (при напряжении 390±8 в)	_

ПРИЛОЖЕНИЕ 9

для регистрации ионизирующих излучений

се пе-			Габа "	риты, ши		an an an an an an an an an an an an an a
Нанбольше регрузочне лучение, имп/жин	Наибольший фон, <i>имп/мин</i>	Срок службы, импульсы	длин.а (наиболь- шая)	днаметр (наиболь- ший)	Bec, 2	Характеристика счетчика
8	9	10	11	12	13	14
гамма-изл	учения					
200 000	25	100	93,5	16	15	Самогасящийся со стальным или нихромовым ка- толом
50 000 40 000 	75 130 110 17 17	109 109 109 — Практически	180 265 220 60 90	24 23 23 8 8	40 65 45 5,5	Тоже
50 000 50 000 50 000 50 000 50 000	65 120 28 55	пе ограничен 3 • 10 ⁸ 3 • 10 ⁸ 10 ⁸ 10 ⁸	180 266 145 185	23 23 16 16	40 65 25 25	» Самогасящийся со стальным като-
50 000 50 000 50 000 50 000 50 000 50 000	280 105 15 30 70 120 180	$ \begin{array}{r} 3 \cdot 10^{8} \\ 3 \cdot 10^{8} \\ 10^{8} \\ 3 \cdot 10^{8} \\ 3 \cdot 10^{9} \\ 2 \cdot 10^{9} \end{array} $	367 185 145 100 250 250 266	33 33 16 23 23 23 23 23	125 65 20 25 40 70 65	дом То же э э с Больфрамовым
50 000 50 000 50 000	110 380 380 (при темпера-	2-10 ⁷ 2-10 ³ 20 ч (при темпера-	185 367 367	16 33 33		катодом То же
50 000	туре +20 ⁵) 150	rype +150°) 2·10 ³	185	33	¢5	Самогасящийся с вольфрамовым катогом
50 000 50 000	60 130 180	10 ⁸ 2 • 10 ⁹ 2 • 10 ⁸	100 160 250	23 23 23	25 40 70	To же
и гамма-на	злучения					
150 <i>р/ч</i>		100 и (при токе	60	15	15	Самогасящийся со стальным
4,5 p/4		10 мка) 100 ч (при токе 10 мка)	60	15	10	катодом То же
Твп счетчика	Температурный диапазон работы, градусы	Напряжение на⊥ чала счета, в	Рабочее напря- жение, в	Нанменьшая протяженность плато, з	Нацбольший наклон плато, на і в, %	Максимальная скорость счета, има/жин
-----------------	--	---------------------------------	----------------------------	---	--	--
1	2	3	4	5	6	7

Для регистрации

CTC-5	От —40 до +50	280—330	360440	80	0,125	200 000
СТС-6 МСТ-17 (СИ-20)	$^{\circ} -40 ^{\circ} +50 ^{\circ} -30 ^{\circ} +50$	285—335 1600	360440 	80 150	0,125 0,05	60 000 10 000
СИ-3Б	» —30 » +50	1650	1800	150	0,03	10 000
СИ-2Б (ПСТ-40)	» —30 » +50	1350— 1450	1500	150	0,05	10 000
СБГ-7	» —40 » +50	340	380	80	0,125	-
СБТ-3	» —30 » +50		1800 2100	150	0,05	
СБТ-8	» —30 » +30	1100— 1700	1100 1700	150	0,05	10 000
СБТ-9	» —30 » +50	—	320—420	80	—	—

е пе е об-			Габа	риты, «м		
Наибольше регрузлчно лучение, ижл/жин	Наибольший фон, <i>имп/мин</i>	Срок службы, импульсы	длина (нанболь- шая)	диаметр (напболь- шнй)	Bec, a	Характеристика счетчика
8	9	10	11	12	13	14
бета-излуч	нения		****			
i 000 000	27	107	112,5	12	-	Самогасящийся со стальным ка-
100 000 30 000	110 25	1 • 10 ⁹ 5 • 10 ⁷	200 100	23 40	25 25	То же Самогасящийся торцовый с мед- ным катодом; тол- щина слюды вход- ного окна не бо- лее 5 <i>мг/см</i> ² , диа- метр торцового окна 20 ми
30 000	25	5 • 10 ⁷	90	38	25	Самогасящийся торцовый с мед-
30 000	65	5-107	90	70	57	приовый; тол- щина слюды вход- ного окна не бо-
-	35	10 ⁹	72	31		Галогенный тор- цовый; толщина слюды входного окна 10—11 мк (3 мг/см ²), дна-
	150	10 ⁸	93	81	180	метр окна 20 мм Торцовый; тол- щина слюды вход- ного окна 3 7 мг/см ³ (мини- мальная толщина слюды входиого окна устанавли- вается по спе- циальной дого- воренности с по-
-	30	10 ⁹	75	37	26	ставщиком) Торцовый; дна- метр входного окна 20 мм, тол- щина слюды вход- ного окца
_	10	1 • 10 ¹⁰	72	11	6	3 мг/см° Торцовый

			and the second second second second second second second second second second second second second second second			
Тип счетчика	Температурный днапазон работы, градусы	Напряжение иа- чала счета, в	Рабочее напря- жение, в	Наименьшая протяженность плато, «	Наиболыший наклон плато, на 1 ч. %	Максимальная скорость счета, имп/мин
1	2	3	4	5	0	
СБТ-10	От —60 до +60		340—460	80	0,3	30 000
Т-20 БФА	» —20 » +40	1200	1300	300	0,01	100 000
Г-25 БФЛ	» —20 » +40	1300	1400	300	0,01	100 000
Т-30 БФЛ	» —20 » +40	1400	1500	300	0,01	100 000
Т-40 БФЛ	» —20 » +40	1500	1600	300	0,01	_

	се пе- ое об-			Габариты, мм			
	Н аңболыше регрузочно лучение, имп/мин	Нанбольший фон, <i>имп/мин</i>	Срок службы, импульсы	длина (наиболь- шая)	д таметр (на тболь- шнй)	Bec, a	Характеристика счетчика
ŀ	8	÷	10	11	12	13	14
		120 15 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 мм)	1 · 10 ¹⁰ 10 ⁹	88 43	67 31	34	Торцовый; раз- мер входного окна 55×55 мм, тол- цина слюды вход- ного окна 3— 5 мг/см ² (мини- мальная толщина слюды входного окна устанавли- вается по- спе- циальной дого- воренности с по- ставщиком) Торцовый; диа- метр входного ок- на 20 мм, толщина- слюды окна от 0,6 до 1—2 мг/см ³ (минимальная тол- щина слюды вход- ного окна уста-
	_	28 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 мм)	10 ⁹	52	38	60	навливается по специальной до- говорешности с поставщиком) Торцовый; дла- метр входного ок- на 25 мм, толщи- на слюды входного окна от 0.6 ло
	_	35 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 мм)	10 ⁹	60	40	80	1-2 мм/см ² Торцовый; диа- метр входного окна 30 мм, тол- щина слюды вход- ного окна 1-
	-	50 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 мм)	109	70	52	110	2 мг/см ² Торцовый; диа- метр входного ок- на 40 мм, толщина слюды входного окна 1,2- 25 мг/см ² (мнни- мальная толщина 0,8 мг/см ²)

Тип счетчика	Температурный диапазон работы, градусы	Напряжение на- чала счета, в	Рабочее яалря- жение, в	Наименьшая протяженность плато, в	Напбольший цаклон плато, на 1 в. %	Максимальная сторость счета, ижи/ини
1	2	3	4	5	6	7
Т-50 БФЛ	От —20 до +40	1500	1600	300	0,01	100 000
Т-60 БФЛ	» —20 » +40	1900	2000	300	0,01	100 000
Т-80 БФЛ	» —20 » +40	2000	2100	300	0,01	100 000
сат.7	» —40 » +50	330—460	330—400	60		
СЛТ-8	» — 10 » + 50 (может работать в откачиваемом объеме)		500—1000	300	0,03	

ее це. ре об-			Габариты, мм			
Нанболыц регрузочн дүченне шыл/мин	Наибольший фон, <i>имп/мин</i>	Срок службы, импульсы	длина (напболь- пая)	днаметр (нанболь- шай)	Bec, 2	Характеристяна счетчика
8	9	10	11	12	13	14
	60 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 <i>мм</i>)	10°	80	62	170	Торцовый; дна- метр входного окна 50 мм, тол- щина слюды вход- ного окна 1,2— 2,5 мг/см ² (мини- мальная толщина 0.8 из/см ²)
	70 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 им)	10 ⁹	43	31	-	Торцовый
	100 (для свинцо- вой защиты толщиной 40 мм)	10 ⁹	90	92	290	Торцовый; дна- метр входного ок- на 80 мм. толщина слюды входного окна 2-3 мг/см ² (минимальная тол- щина 1.5 мг/см ²)
	0,125	200 <i>4</i> 1000 <i>4</i>	70 48	44	40	Торцовый; пред- назначен для реги- страции альфа- излучения; диа- метр входного ок- на 25 мм, толщи- на слюды входного окна 3 мг/см ² ; эф- фективность счета альфа-излучения не изменяется при потоках гамма- квантов мощно- стью дозы 50 р/ч Торцовый; диа- метр входного окна 4 мм, тол- щина слюды вход- ного окна 4 мк, предназначен для регистрации аль- фа-излучения
	8					

ПРНЛОЖЕНИЕ 10

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ АППАРАТУРЫ ДЛЯ ЭМАНАЦИОННЫХ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

гвитель. 2/2	Гh	2,4.10 ⁻⁵ 2,4.10 ⁻⁶	1.10-5
Порог чувст ности,	Ra	{ 2,6.10 ⁻¹³ 0,3.10 ⁻¹³	(3,2.10-12 0,3.10-12
ельность. (дел/мин) 1 г	Th	4,0 - 104	4,6.10 ³
Чувствит имп/жин на	Ra	3,6.10-12	1,5.10 ¹¹
Навеска.	۵.	20,50	²⁰ ,0
Естест- веяный фон (рас-	сеянне), имп/мин (дел/мин)	5° 72	0,5
Метоцика и условия	работы	Определения Ra и Th соответственно по радону и торону, время накоп- ления радона 4 суток, продолжительность изме- реший 10 мин, объем ка- меры 0,6 л	Определения Ra и Th соответственно по радону и торону, время накоп- леиня радона 4 суток, продолжительность изме- рений 10. <i>мин</i> , объем ка- меры 1 <i>л</i> (чувствитель- ность 30'дел.)
ктор	Количе. ство	1	1
Дете	Тйп	ZnS (Ag) сцинтил- ляцион- ные ка- меры	Электро- метр
	уставовка	Радиометр апализатор лаборатор- ный типа РАЛ-1	Электро- метр СГ-IМ

ложение 11	Время, нараста- ния импульса тока, исек	3-6	лет данных	$\bigwedge_{\tilde{v}_{0}}^{N} _{\tilde{v}_{0}}^{N} \circ_{\tilde{v}_{0}}^{N} \circ_{\tilde{v}_{1}}^{N} \circ_{\tilde{v}_{0}}^{N} \circ_{\tilde{v}_{0}}^{1} \circ_$	ітоды, осталь- Оумножнітелей
лей при	Эквивалентный шум, кзв	Нет данных То же	71/		мутово-цезневые ка сплава АМГК, фот
жите	90ндүтилпмА % ¦эинэшэдеьд	! 1	– – ний		DANO-BHC
NMHC	Нанбольшгй линейный нь- лульс, в	10 30	и оч измере	000000 88 000000 88	ot ceped;
РОННЫХ	Допустимый следний анод- там, жет ный ток, мел	змерений 100 5000 5000	рических	22. 22222222 22. 222222 22. 22222 22. 22222 22. 22222 22. 2222 22. 22.	ЭУ-15 имек и ФЭУ-24 и
элект	.Темновой ток, п.10 ⁻⁹ а	ыных и 600 400	и и и и и и и и и и и и и и и и и и и	00000000000000000000000000000000000000	13 и ФЗ и др.) 1
ф0Т0	Анодияя чувст- вительность, а/лж	нтеграл 100 ~ 8	и спе		2, ¢9%-
AMETPbl	еродае рабочее в јаннажедпвн	Для ин 1900 2200	егральных	00000000000000000000000000000000000000	пон ФЭУ-1 1. ФЗУ-2
IE NAF	Квантовый вы. ход фотокатода, %	2 2	ля инте	6 15 6 15 6 15 6 15 6 15 8 8 8 8 16 17 8 8 8 8 16 17 16 16 16 16 16 16 16 16 16 16	ит илети И ФЭУ
10BHbl	Китегральная - чтетратель - чтетратель - котоф атсон - жа/аж	20-40 ≥25	- 3 2 4	×××××××××××××××××××××××××××××××××××××	гоумножі лей сері – Аğ — Мg
0Cl	. Пиаметр фотока. тода, ям	34	C7	£\$283344444668889994	. l. นับว ม่อ: ที่ Hoxkiite
	водонид одзич	13	- 71	888883333339 <u>59999</u> 88	аания очезневт фотоут
	Тип фотоэлект- роиного умно- жителя	ФЭУ-19 М91-75	1 01- <i>86</i> 0	ФЭУ-24 ФЭУ-29 ФЭУ-35 ФЭУ-11 ФЭУ-12 ФЭУ-12 ФЭУ-14 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-16 ФЭУ-28 ФЭУ-28 ФЭУ-28	Приме Иые Сурьмян Ссрия ФЗУ-11-

)

СПИСОК ТИПОВОГО ОБОРУДОВАНИЯ И МАТЕРИАЛОЗ для радиометрических лабораторий

Me n/n	Наименование	Тип, марка, модель, шифр	Стацно- нарная лабора- тория экспедн- ций	Лабо- рато- рия ГРП	Лабо- рато- рия пои- сковой партии
1	2	3	4	5	6
12	Оборудование Установка ЛСУ-5К Лабораторный анализатор сцинтилляционный однока- нальный,	ЛСУ-5К Б-2 или ЛП-100	+		
4	Дозиметр	ТИСС		· -	
5 6	Дозиметры индивидуальные карманные	кид	+	-	-
7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19	бораторный Микроскоп Осветитель к микроскопу Электрометр Сушильный шкаф Холодильник Воздуходувка Насос Камовского Насос вакуумный Моторы к насосам Весы аналитические 1-го класса Весы технические 1-го класса Весы аптекарские Тестер (или авометр)	РАЛ-1 МИН-4 ОИ-7 СГ-1М — — — — — — — — — — — — — — — — — — —	++++++	+ + + + + + + +	+ + + +
20	Лабораторный автотранс-	ЛАТР-1	+	4	_
21 22 23 24 25 26	Лабораторный автотранс- форматор Регулятор напряжения Счетная машина Арифмометр Секундомеры Камеры эманационные Материалы	ЛАТР-2 РНО-250 «Феликс» СМ-60 РГ-9	+++++++++++++++++++++++++++++++++++++++	++ ++ -++	+-
27 28 29 30 31 32	Матерналы Кристаллофосфоры NaJ (T!) Ф40 мм . Манипуляторы разные Эталоны жидкие 1 · 10 ⁻⁸ Ra Эталоны жидкие 1 · 10 ⁻⁹ Ra Эталоны жидкие 1 · 10 ⁻⁹ Th Эталоны жидкие 1 · 10 ⁻⁴ Th	h = 50 мм	╋╋┿	+ + + +	+++++

Продолжение прилож. 12

_					
№ n/n	Наименование	Тип, марка, модель, шифр	Стацио- нарная лабора- тория экспеди- ций	Лабо- рато- рия ГРП	Л260- рато- ряя поя- скогой партия
<u> </u>	2	3	4	5	6
33	Эталоны порошковые рав-				1
34	новесные разного содержания Эталоны порошковые Th, U,			+	÷ .
35	К				-
36	Алмаз (стеклорез)		+	4	-
31	Гермометры физические раз- ные		+	+	-
38	Ванны эмалированные (фо-				
39	Ступки агатовые или яшмо-		т		
40	вые разные				— —
41	Штативы физические		÷	+	
42	(нержавеющей стали) .		+	+	+
43	Батареи и элементы .	БАС-160		•	•
44	Радиолампы к установкам (по спецификациям)	43 ИМЦ -0,25 1,3 ФМЦ -0,25 1,6 ФМЦ -3,2 ГБ -300 ⁻ 3С -Л -30 2С -Л -9 Разные	В за объемо личести	висимо в рабо за аппа	ста ст г в ез- ретуры
-10	Фотоэлектронные умножи- тели	ФЭУ-19 ФЭУ-13 ФЭУ-49 ФЭУ-35 ФЭУ-36	В з объемо личест	аенсим в рабо ва апп	оста ст от в ез- гратуры
46	Счетчики газоразрядные и		łł.		
47	Сейф для хранения эталонов		l' +	1 +	1 -
48 49	І ехнический инструмент Паяльник электрический				<u>.</u>
50	Паяльник простой				
51 52	логарифмические лицейки Барботеры				1 -
53	Трубки стеклянные для		B p3603	33BHCI!! r	NCCTH CT
54	эманирования . Стойки перевящиме пля			•	1
	барботеров и стеклянных тру-				1.
55	бок на 40 гнезд каждая Банки стеклянные с при-			+	T
	тертыми пробками для хра-				
	нения эталонов и порошковых			+	L
56	Эксикаторы разные			+	-

п/п 1 - Уё п/п	Наименование	Тип, марка, модель, шифр З	Стацио- нарная лабора- тория экспеди- ций 4	Лабо- рато- рия ГРП 5	Лабо- рато- рня поя- сковоя партии 6
57	Стаканы фарфоровые разной				<u></u>
58	емкости		D D		
59 60	ной емкости Стаканы мерные разные Колбы стекляпные разные		В ото	зависи бъемов	мости работ
61 62 63	Мензурки разные • • • • • • • • • • • • • • • • • • •				
64 65	Груши резиновые разные Переходники стеклянные разные			+	+
66 67 68	Краны стеклянные разные Воронки стеклянные Фильтровальная бумага		В за объег	ависимо мов р	ости от работ
69	днаметром 15 см Фильтровальная бумага				
70	Шланг резиновый разного		}		
71 72	Реометр Манометр		+ +	+ +	+++++++++++++++++++++++++++++++++++++++
73 74 75	Вата обыкновенная . Перчатки резиновые (хи-		В	завнсия бъемов	лости работ
76	ургические) Химические реактивы: хлористый кальций бромистый кальций соляная кислота уксусная кислота сульфит натрия кри- сталлический гипосульфит амидол лимонная кислота спирт ректификат		По пости ствии ной р	мере в со со спе ецепту	надоб- ютвет- циаль- рой
77 78 79	Ведра педальные Журналы наблюдений Канцелярские принадлеж-	}	+ В зан	+ 1 висимо в рабо	CTIL OT
80 81	ности . Водоструйный насос . Контейнер для жидких от-		+	+	
82	ходов Контейнер для твердых от- ходов		+	+ +	
				-	

ЭТАЛОНЫ, ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ДЛЯ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Радиометрические анализы выполняют, как правило, методом сравнения интенсивности излучения исследуемых проб с интенсивностью излучения эталонов, различающихся по фазовому составу (жидкие и твердые), по составу содержащихся в них радиоактивных (урановые, радиевые, ториевые и т. д.) и других элементов. Эталоны готовятся специальными организациями¹.

1. Жидкие эталоны

Эталоны радия. При раднохимическом опредслении радия эманационным методом в качестве эталона применнются жидкие эталоны радия с содержанием его от 10^{-12} до 10^{-6} г. Наибольшее употребление в практике получили жидкие эталоны с содержанием $n \cdot 10^{-8} - n \cdot 10^{-11}$ г радия. Эталонами радия служат растворы его хлористой или бромистой соли. Точность определения содержания радия в эталоне должна быть не меньше $\pm 3\%$.

Для эталонирования приборов необходимо иметь несколько (не менее трех) эталонов с разным содержанием радия.

Наиболее надежные данные получаются при использовании эталонов, приготовленных из растворов разных солей.

Жидкие эталоны радия выпускаются в стеклянных ампулах; для использования их переливают в барботер.

Ториевые эталоны. В качестве эталонов для эманационных определений тория по торону используются растворы равновесной соли торяя, содержащие обычно $n \cdot 10^{-3} - n \cdot 10^{-4} e$ тория в равновесии с продуктами распада до ThX включительно.

Чтобы продукты распада тория пришли в равновесие, необходимо практически 40—50 лет. Поэтому исходным материалом для жидких ториевых эталонов могут служить соли тория, в которых благодаря давности их взготовления (больше 50 лет) наступило радиоактивное равновесие, и растворимые в кислотах минералы (например, торианит, ферриторит), содержащие торий в равновесии с продуктами его распада. Содержание тория в этих эталонах определяют путем химических и раднохимических анализов.

Жидкие ториевые эталоны выпускаются в ампулах; для работы их перелпвают в барботер, как и радневые эталоны.

Акти и и е в ы е эталоны (В. Л. Шашкин, 1961). Жидкие эталоны для измерения актиона приготовляют из равновесных урановых минералов, которые содержат в нормальном соотношении элементы актиноуранового ряда (уранинит, урановая смолка).

Для приготовления эталона 0,1—0,8 г чистой урановой смолки растворяют в азотной кислоте. Содержание элементов актиноуранового ряда в эталоне можно определить по содержанию урана или радия, исходя яз того, что в смолке на 1 г урана приходится 2,116.10⁻¹⁰ г Ас или на 1 г радия 6,22.10⁻⁴ г Ас.

Содержание актиния в эталоне выражают в граммах и в весовых сдиницах урана или радия, содержащихся в эталоне. Раствор эталона переливают в барботер или в какой-либо другой сосуд, такой же, как и применяемый для растворов анализируемых проб.

Порядок переведения жидких эталонов из ампулы в барботер. Раствор эталона из ампулы вначале переливают в химический стакан объемом 200 мл. Для этого ампулу с эталоном располагают вертикально, надпиливают и обламывают ее верхний конец. Затем, перевернув ампулу

¹ Изготовление эталонов отдельными аналитическими лабораториями запрещается, так как при этом не гарантируется достаточная точность номиналов.

над стаканом, подпиливают и обламывают второй конец ампулы¹. после чего раствор выливается в стакан. Ампулу тщательно смывают тонкой струей дистиллированной воды из промывалки. Полученный раствор упаривают примерно до 10 мл и после этого выливают в воронку с оттянутым концом, вставленную в вертикальную трубку барботера.

Барботер, предназначенный для эталона, предварительно тщательно моют и кнпятят с 1—3-процентным раствором хлористого бария. Общее количество жидкости в барботере не должно превышать ¹/₃ (в крайнем случае ¹/₂) его объема.

При использовании эталонов нужно следить, чтобы не происходило выбрасывания и испарения раствора. Частое запаивание барботера уменьшает длину его концов; такой барботер в дальнейшем не может быть использован для работы. В этом случае нужно или нарастить новые концы к барботеру, не повредив эталона, или перелить эталон в другой барботер. Переливание нужно производить очень тщательно, без потерь. После переливания из одного барботера в другой эталон считается менее точным, чем до переливания.

2. Твердые эталоны

У рановые эталоны для изотопного анализа. Урановые эталоны приготовляются электролитическим способом из стандартных растворов радиохимически чистого азотнокислого уранила.

Стандартный раствор радиохимически чистого урана готовят следующим образом. Навеску 1,06 г азотнокислого уранила UO₂ (NO₃)₂6H₂O растворяют в 15—20 мл 30-процентной азотной кислоты и раствор пропускают через колонку с катнопитом КУ-2 со скоростью 12—14 капель в минуту для отделения урана от UX₁ и иония. Затем колонку промывают 80—100 мл 30-процентной азотной кислоты, пропуская ее с той же скоростью. Полученный раствор упаривают досуха и сухой остаток нитратов растворяют в 25 мл 0,5 M азотной кислоты. Раствор насыщают азотнокислым аммонием, добавляя сухую соль, и извлекают уран 4—5-кратной экстракцией равным объемом эфира. Радиоактивные элементы RaD, RaE, Po остаются в водном растворе, а уран количественно переходит в эфирный слой. Эфирные вытяжки объединяют в стакане емкостью 250 мл, добавляют 5 мл воды и выпаривают досуха, погружая стакан с эфиром в стакан с горячей водой (не допуская кипения эфира). Сухой остаток несколько раз обрабатывают азотной кислотой, каждый раз упаривая досуха для удаления органических остатков после эфира.

Полученный азотнокислый уранил растворяют в 15—20 мл азотной кислоты, переводят в мерную колбу на 500 мл и доливают водой до метки. Раствор содержит ~1 мг раднохимически чистого урана в 1 мл. Для установления титра раствора в две взвешенные платиновые чашки отбирают по 50 мл раствора, выпаривают раствор досуха на водяной бане и прокаливают сухой остаток до постоянного веса при температуре 800—900°.

Из стандартного раствора соответствующим разбавлением готовят растворы требуемой концентрации. Полученный раднохимически чистый уран пригоден для приготовления эталонов лишь по прошествии 6 месяцев, т. е. после наступления в нем радноактивного равновесия между ураном и UX.

Для приготовления эталона электролитическим способом в стакан емкостью 100 мл отбирают пипеткой стандартный раствор, содержащий определенное количество раднохимически чистого урана (0,5; 1,0; 2,0 мг и т. д.). Раствор нейтрализуют аммиаком (1:1) до рН ≈ 8 (явный запах), добавляют 5 мл насыщенного раствора щавелевокислого аммония, доводят объем раствора до ~30 мл, доливая воду, переводят в электролизер, обмывая стакан несколько раз водой. Затем производят электроосаждение урана на стальной полированный диск, как это указано в описании метода анализа (см. главу 9).

¹ При обламывании концов ампулы надо следить за тем, чтобы в них не было раствора. Раствор из капиллярных концов ампулы удаляют постукиванием или очень слабым нагреванием.

Полноту осаждения урана на диске контролируют, производя анализ раствора после электролиза на содержание в нем урана люминесцентным методом. Остаток урана в растворе не должен превышать 10 *мкг*.

Порошковые эталоны. Для современных радиометрических методов анализа используется ряд порошковых эталонов.

а. Эталоны, изготовленные из равновесной мало эманирующей урановой руды, практически не содержащие тория.

Для анализа любых по составу рудных проб рекомендуется иметь три типа эталонов:

силикатный эталон, с которым измеряются все силикатные и карбонатные руды, не содержащие значительных количеств тяжелых примесей;

эталон из сульфидной или магнетитовой руды с большой плотностью и относительно высоким атомным номером;

эталон из ураноносного угля или из торфа.

Эталоны должны иметь крупность зерна 150—200 меш. В паспорте эталона указываются содержание урана, радия, тория, калия, коэффициент эманирования и погрешности их определения, а также содержание основных химических элементов.

Количество тория в эталоне не должно превышать 1% количества урана, а содержание калия должно быть не более 1-2% на 0,1% урана.

Для уменьшения коэффициента эманирования уранового равновесного эталона его можно подвергнуть специальной обработке (Х. Б. Межиборская, В. Л. Шашкин, И. П. Шумилин, 1961). Для этого эталон прокаливают при температуре не ниже 800° С в течение 2—3 ч. Коэффициент эманирования материала эталона, прокаленного при таких условиях, обычно не превышает 2—3%.

Использовать прокаленный эталон для работы можно не раньше, чем через месяц после прокаливания, когда установится равновесие между радием и радоном. При этом необходимо учитывать изменение концентрации урана в эталоне в результате потери веса при прокаливании.

б. Эталоны, изготовленные из смеси закиси—окиси урана с неактивной породой, в которых продукты распада урана практически отсутствуют. В этих эталонах не должно содержаться примесей посторонних радиоактивных элементов.

в. Эталоны, изготовленные из торисвых руд с низким содержанием урапа (например, из монацита) или из химически чистых старых (40—50 лет) солей тория, в которых наступило равновесие между торием и всеми продуктами его распада. Содержание примесей урана в ториевом эталоне не должно превышать 3—5% содержания тория, содержание примесей калия 0,3-0,5% на 0,1% тория.

г. Калиевые эталоны, изготовленные из соли хлористого калия.

Наиболее часто используются урановые равновесные эталоны. Эталоны из окиси—закиси урана, ториевые и калиевые используются в случае применения спектрометрических методов анализа для определения коэффициентов в расчетных формулах.

3. Стандартные источники гамма-излучения

Для градуировки современной лабораторной спектрометрической аппаратуры удобно использовать монохроматические источники гамма-излучения. Рекомендуются препараты, ноготовленные из долгоживущих искусственных радиоактивных изотопов. В табл. 1 приведена характеристика источников гаммаизлучения, которые целесообразно использовать для градуировки спектрометрической аппаратуры.

При дозиметрических измерениях для градуировки дозиметрической аппаратуры используются источники излучения, перечисленные в табл. 2.

Кроме указанных в табл. 2 источников, для градунровки дозиметров КИД-1 используется ампулированный эталон радия в равновесии с продуктами распада активностью порядка 0,1 *мкюри*.

Наименование	Символ	Вид излучения или распада	Энергия излучения, Мэв	Период полурас- пада
Цезий Тулий Ртуть Цинк Кобальт	Cs ¹³⁷ Tv ²⁰⁴ Hg ²⁰³ Zn ⁸⁵ Co ⁶⁰	ү и β ү, β II k ($k \sim .5$) ү. (\neg , e^{-} ү. k (97,5%) $\beta + (2,5\%)$ ү. (\neg , e^{-}	0,661 0,0760 0,279 1,118 (45%) 1,173 1,332	33±2 года 2,71±0,05 года 47,9±0,2 суток 250±5 суток 4,95±0,04 лет

Примечание. Активность источника должна составлять около 0,1 жкюри.

Таблица 2

Наимено- вание	Символ	Вид излуче- ния	Энергия излучения, Мэв	Лериод по- лураспада	Общая ак- тивность, распады в мин в угле 4л	Размер ак- тивной по- верхности, см ²	Примечание
Стронций *	Sr ⁹ⁿ .+ J ⁹⁰	β−(J⁰0)	0,54	19,9±0,3 лет	5,05 - 10 ⁶ 1,15 - 10 ⁵ 3,7 - 10 ⁴	1,07 1,07	Для граду- нровки ра- днометра
Кобальт *	Coeo	γ, β ⁻ , e	1,173 1,332	4,95±0,04 лет	3,7-104		Для граду- ировки при- боров РК-()1 и ЛП-11Б
Плутоннії	Pu ²³⁹	α	5,187 (11%α)	2,411 · 10 ⁴ лет	1 600	19,6	Для граду- ировки дози- метра ТИСС
		Ү е	5,225 (20%α) 5,238		2 000	19,6	
			(69%a)		24 000 *	1,07	Для граду- ировки ра- днометра PB-4

 Контрольные препараты прилагаются к соответствующим приборам. Контрольный альфа-препарат (Ри***) можно выписать отдельно через контору «Изотоп».

приложение 14

ТАБЛИЦА РАСПАДА ТһХ (е)^{— А}тһХ^ℓ ДЛЯ *ғ* МЕНЬШЕ 10 СУТОҚ

	6	0.1807	0.1793	0.1779	0,1765	0.1751	0.1737	0.1723	0.1710	0,1696	0.1683	0.1670	0,1657	0,1644	0,1631	0,1618	0,1605	0,1592	0.1580	0.1567	0,1555	0.1543	0,1531	0,1518	0.506	• • •	
	σ	0,2186	0.2169	0,2151	0.2134	0.2117	0.2100	0.2084	0.2068	0.2051	0,2035	0.2019	0,2003	0,1987	0,1972	0,1956	0,1941	0,1926	0,1910	0,1895	0,1880	0,1865	0,1851	0.1836	0,1822		
	7	0,2643	0.2622	0,2601	0.2581	0.2561	0.2541	0,2521	0,2501	0.2481	0,2461	0,2442	0,2423	0,2404	0,2385	0,2366	0,2347	0,2328	0,2310	0,2292	0,2274	0,2256	0,2238	0,2220	0,2203		
	9	0,3197	0.3172	0,3147	0.3122	0.3097	0.3073	0,3049	0,3025	0.3001	0,2977	0.2953	0,2930	0,2907	0,2884	0,2861	0,2838	0,2816	0,2794	0,2772	0,2750	0,2728	0,2706	0,2686	0,2664		
Суткы	5 2	0,3866	0,3835	0,3805	0,3775	0,3745	0,3716	0,3787	0,3658	0,3629	0,3600	0,3571	0,3543	0,3515	0,3487	0,3460	0,3433	0,3406	0,3379	0,3352	0,3326	0,3300	0,3274	0,3248	0,3222		
	4	0,4675	0,4638	0,4601	0,4565	0,4529	0,4493	0,4457	0,4422	0,4387	0,4352	0,4318	0,4284	0,4250	0,4217	0,4184	0,4151	0,4118	0,4086	0,4054	0,4022	0,3990	0,3959	0,3928	0,3897		
	e	0,5654	0,5609	0,5565	0,5521	0,5477	0,5434	0,5391	0,5348	0,5306	0,5264	0,5223	0,5182	0,5141	0,5101	0,5061	0,5021	0,4981	0,4942	0,4903	0,4864	0,4826	0,4788	0,4750	0,4712		
	3	0,6838	0,6784	0,6730	0,6677	0,6624	0,6572	0,6520	0,6469	0,6418	0,6367	0,6317	0,6267	0,6218	0,6169	0,6120	0,6071	0,6023	0.5976	0,5929	0,5882	0,5836	0,5790	0,5744	0,5699		
	1	0,8269	0,8204	0,8139	0,8075	0,8011	0,7948	0,7885	0,7822	0,7761	0,7700	0,7639	0,7579	0,7519	0,7460	0,7401	0,7343	0,7285	0.7227	0,7170	0,7114	0,7058	0,7002	0,6947	0,6892		
	0	1,0000	0,9921	0,9843	0,9765	0,9688	0,9612	0,9536	0,9461	0,9386	0,9312	0,9239	0,9166	0,9093	0,9022	0,8951	0,8880	0,8810	0,8740	0,8674	0,8653	0,8535	0,8468	0,8401	0,8335		
	1965	0	-1	2	က	4	Q	9	7	00	თ	10	11	12	13	14	15	16	17	8	19	8	21	22	ន		

ПРИЛОЖЕНИЕ 15

ТАБЛИЦА НАКОПЛЕНИЯ РАДОНА ИЗ РАДИЯ (I—e^{—A}_{Kn}⁺)

	14	 0,920	0,920	0,921	0,922	0,922	0,923	0,923	0,924	0,924	0,925	0,926	0,926	0,927	0,927	0,928	0,928	0,929	0,929	0,930	0,930	0,931	0,931	0,932	0,932	
	13	 0,904	0,905	0,905	0,906	0,907	0,907	0,908	606'0	0,910	0,910	0,911	0,912	0,912	0,913	0,914	0,914	0,915	0,915	0,916	0,917	0,917	0,918	0,919	0,919	
	12	 0,885	0,886	0,887	0,888	0,888	0,889	0,890	0,891	0,892	0,892	0,893	0,894	0,895	0,896	0,896	0,897	0,898	0,899	0,899	006'0	106'0	0,902	0,902	0,903	
	11	 0,862	0,863	0,864	0,865	0,866	0,867	0,868	0,869	0,870	0,871	0,872	0,873	0,874	0,875	0,876	0,877	0,878	0,879	0,880	0,881	0,881	0,881	0,883	0,884	
	10	 0,835	0,836	0,838	0,839	0,840	0,841	0,842	0,844	0,845	0,846	0,847	0,848	0,849	0,850	0,852	0,853	0,854	0,855	0,856	0,857	0,858	0,859	0,860	0,861	
	6	 0,802	0,804	0,805	0,807	0,808	0,810	0,811	0,813	0,814	0,815	0,817	0,818	0,819	0,821	0,822	0,824	0,825	0,826	0,827	0,829	0,830	0,831	0,833	0,834	
	8	 0,763	0,765	0,767	0,769	0,770	0,772	0,775	0,776	0,777	0,779	0,781	0,782	0,784	0,785	0,787	0,789	0,790	0,792	0,793	0,795	0,796	0,798	0,799	0,801	
Суткн	2	0,717	0,719	0,721	0,723	0,725	0,727	0,729	0,731	0,733	0,735	0,737	0,739	0,741	0,743	0,745	0,747	0,749	0,751	0,753	0,754	0,756	0,758	0,760	0,762	
	9	0,661	0,663	0,665	0,668	0,671	0,673	0,676	0,678	0,681	0,683	0,685	0,688	0,690	0,692	0,695	0,697	0,699	0,702	0,704	0,706	0,708	0,710	0,713	0,715	
	S	0,594	0,597	0,600	0,603	0,606	0,609	0,612	0,615	0,618	0,620	0,623	0,626	0,629	0,632	0,634	0,637	0,640	0.643	0,645	0,648	0,651	0,653	0,656	0,658	
	4	0,514	0,517	0,521	0,525	0,528	0,532	0,535	0,539	0,542	0,545	0,549	0,552	0,556	0,559	0,562	0,565	0,569	0,572	0,575	0,578	0,582	0,585	0,588	0,591	
	e	 0,418	0,422	0,426	0,431	0,435	0,439	0,443	0,447	0,452	0,456	0,460	0,464	0,468	0,472	0,476	0,480	0,484	0,487	0,491	0,495	0,499	0,503	0,506	0.510	
	2	 0,303	0,308	0,313	0,318	0,323	0,328	0,333	0,338	0,343	0,348	0,353	0,358	0,368	0,367	0,372	0,377	0,382	0,386	0,391	0,395	0,400	0,404	0,409	0.413	
	-	 0,165	0,171	0,177	0,183	0,190	0,196	0,202	0,208	0,214	0,219	0,225	0,231	0,237	0,243	0,248	0,254	0,259	0,265	0,270	0,276	0,281	0,287	0,292	0,297	
	0	0,000	0,007	0,015	0,022	0,030	0,037	0,044	0,051	0,058	0,065	0,072	0,079	0,086	0,093	0,100	0,106	0,113	0,120	0,126	0,133	0,139	0,146	0,152	0,159	
	4 acu	0		5	ന	4	<u> </u>	9	7	00	Б	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	70	21	22	53	-

Продолжение прилож. 15

	29	0,00,00,00,00,00,00,00,00,00,00,00,00,0
	28	0,000,000,000,000,000,000 0,000,000,000
	27	00000000000000000000000000000000000000
	26	
	25	6,000000000000000000000000000000000000
	24	0,987 0,987 0,987 0,987 0,987 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,988 0,987 0,970 0,987 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,9770 0,9770 0,9770 0,9770 0,9770000000000
	23	0,9885 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,9855 0,98555 0,98555 0,98555 0,98555 0,985555 0,9855555 0,985555555555
Сутки	22	0,982 0,982 0,982 0,983 0,982 0,983 0,984 0,985
	21	779.0 97979 97979 97979 97979 979979 97990 97990 97990 97990 97990 97990 97990 97990 97990 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 97900 979000 979000 979000 979000 979000 979000 9790000 9790000 97900000000
	20	0,973 0,973 0,973 0,973 0,974 0,975 0,975 0,975 0,976 0,976 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977 0,977
	19	0,967 0,968 0,968 0,969 0,970 0,971 0,971 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972 0,972
	18	0,965 0,965 0,965 0,966 0,967 0,9770 0,9770 0,9770 0,9770 0,9770000000000
	17	0,953 0,953 0,955 0,955 0,955 0,955 0,959 0,959 0,959 0,959 0,959 0,959 0,959 0,959 0,959 0,956 0,959 0,956 0,956 0,956 0,957 0,956 0,957 0,956 0,957 0,957 0,957 0,956 0,957 0,955 0,957 0,955 0,957 0,955
	16	0,944 0,944 0,945 0,945 0,946 0,947 0,948 0,948 0,950 0,950 0,951 0,951 0,952 0,953 0,952 0,953
	15	0,933 0,933 0,934 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,944 0,938 0,938 0,938 0,938 0,937 0,933 0,934 0,934 0,934 0,934 0,934 0,934 0,935
[] acti		0-40409-800-200459-808-608-608-608-608-608-608-608-608-608

ЛИТЕРАТУРА

Алтунин М. П. Практическое пособие по общей и сельскохозяйственной статистике. Сельхозгиз, 1947.

Аппаратура для регистрации и исследования ионизирующих излучений. Справочник. Атомиздат, 1965.

Фон-Арденне М. Физические основы применения радноактивных и стабильных изотопов в качестве индикаторов. ИЛ, 1948.

Бабешкин А. М. и др. Измерение малых количеств эманаций радия и тория импульсной эманационной камерой. Заводская лаборатория, № 8, 1958. Баранов В. И. Радиометрия. Изд. АН СССР, 1956.

Баранов В. И. и др. Справочник по радиометрии. Госгеолтехиздат, 1957.

Баранов В. И., Заборенко К. Б., Несмеянов А. Н. Методы работы с радиоактивными элементами. Радиохимия. Сб. статей под ред. В. И. Спицина. Изд. МГУ, 1952.

Баранов В.И., Жданов А.П. и Дейзенрот-Мысовская М.Ю. Применение метода микрорадиографии для выяснения характера распределения радиоактивных элементов в природных объектах. Изв. АН СССР, сер. химич., 20, 1944.

Баранов В. И. и Кречмер С. И. Применение фотопластинок с толстым эмульсионным слоем к изучению распределения радиоактивных элементов в природных объектах. ДАН СССР, 1, 543, 1935.

Баранов В. И., Сердюкова А. С. и др. Лабораторные работы и задачи по радиометрии. Учебное пособие для студентов геологоразведочных и горных высших учебных заведений и факультетов. Атомиздат, 1964.

Баранов В.И., Сурков Ю.А., Виленский В.Д. О существовании изотопных сдвигов в природных соединениях урана. Геохимия, № 5, 1958.

Баранов В.И., Сурков Ю.А., Виленский В.Д. О существовании изотопных сдвигов в природных соединениях тория. Геохимия, № 1, 1959. Баранов В.И.и Тлеубергенова Г. Применение метода микро-

Баранов В.И.и Тлеубергенова Г. Применение метода микрорадиографии с использованием жидких эмульсий для изучения содержания и распределения радиоэлементов в горных породах. Геохимия, № 2, 1956.

Барышев Н. В. Контроль опробования. Материалы по методам разведки и подсчета запасов, вып. П. Госгеолтехиздат, 1948.

Бонетти А., Дилварз С., Пелк С. Р., Скарен Л. Ядерные эмульсии. Пер. с англ. Физматгиз, 1961.

Бочкарев В., Кеприм - Маркус И., Львова М., Пруслин Я. Измерение активности источников бета-и гамма-излучений. Изд. АН СССР, 1953.

Вейсе К. Ф. Радноактивные стандартные препараты. Физматгиз, 1958. Володин Б. Г. и др. Руководство для инженеров по решению задач теории вероятностей. Судпромгиз, 1962.

Вопросы рудной раднометрии. Сб. статей. Госатомиздат, 1962.

Гольданский В.И. и др. Статистика отсчетов при регистрации ядерных частиц. Физматгиз, 1959.

Гольбек Г. Р., Матвеев В. В., Шляпников Р. С. Физический метод определения содержания урана, радия и тория в радиоактивных рудах.

Исследовання в области геологии, химии и металлургии. Доклады советской делегации на Международной конференции по мирному использованию атомной энергии. Женева, 1955. Изд. АН СССР, 1955.

Горшков Г. В., Староватов Н. П. Определение отношения урана к торию в рудах по β-и γ-лучам. В сб. «Геофизика», т. VII, вып. 15, 1937.

Глаголев Н. А. Курс номографии. Физматгиз, 1961.

Граммаков А Г., Шашкин В. Л., Ширяева М. Б. Руководство по гамма-опробованию радноактивных руд в естественном залегании. Госатомиздат, 1959.

Гусев И., Машкович В., Обвесичев Г. Гамма-излучение радиоактивных изотопов и продуктов деления. Физматгиз, 1958.

Гусев Н. Г и др. Сборник раднохимических и дозиметрических методик. Медгиз, 1959.

Джелепов Б. С., Пеккер Л. К. Схемы распада радноактивных ядер. Изд. АН СССР, 1958.

Джеймс Т., Хиггинс Дж. Основы теории фотографического процесса. Пер. с англ. ИЛ, 1954.

Ерофеева В. П. Инструкции по радиометрическим лабораторным методам. Госгеолтехиздат, 1958.

Жаров П. Н. Ускоренный метод определения радия в водах. В кн. «Радиохимия н химия ядерных процессов», т. И, вып. 5. Госхимиздат, 1960.

Железнова Е.И. Радиометрический анализ проб на установке со сцинтилляционными счетчиками. Заводская лаборатория, № 8, 1956.

Зайцев Е.И. Сцинтилляционный бета-счетчик к установке ЛАС. Бюллетень научно-технической информации ОНТИ ВИМС, № 2 (30). Госгсолтехиздат, 1961.

Зайцев Е: И. Краткое методическое руководство к прибору типа ЛАС. Изд. ОНТИ ВИМС, 1957.

Зайцев Е.И. Раздельное определение урана и тория в пробах малых навесок с помощью сцинтилляционного анализатора типа ЛАС. Бюллетень научно-технической информации ОНТИ ВИМС, № 2 (14). Госгеолтехиздат, 1958.

Злобинский Б. М. Безопасность работ с радиоактивными веществами. Металлургиздат, 1961.

И в а н о в а К. С. Ускоренный метод определения тория, радия и свинца в акцессорных монацитах. Радиохимия, т. III, вып. 3, 1961.

Инструкция по проверке рабочих гирь (мер массы) № 69—56 Комитета стандартов мер и измерительных приборов при СМ СССР.

И о х е л ь с о н С. В. О выделении горными породами радона при высоких температурах. Изв. АН СССР, сер. геофиз., вып. 12, 1958.

Исабаев Е.А., Чердынцев В.В. Измерение естественной радиоактивности при помощи альфа-анализаторов. В сб. «Оптика. Ядерные процессы». Упредгиз КазССР. 1960.

Каталог методик и приборов, экспонируемых на тематической выставке «Ядерно-физические методы ускоренного (лабораторного) анализа минерального сырья». Госгеолтехиздат, 1962.

Карташов Н. П. Экспериментальные данные о З-часовом возрастании ионизационного тока от радона в камерах объемом от 0,1 до 5 л. Радиохимия, т. 111, вып. 5, 1961.

Кириллов Н.И. Фиксирование и промывка фотографических материалов. Госкиноиздат, 1958.

Кириллов Н.И. Теория непрерывных процессов обработки светочувствительных материалов. <u>Госкиноиздат.</u> 1948.

Ленин С. С., Шашкина Н. Н., Шашкин В. Л. Применение асцинтилляционных камер при эманационном определении изотопов радия. Атомная энергия, № 12, вып. 5, 1962.

Лепп Р. Э., Эндрюс Г. Л. Физика ядерного излучения. Воениздат, 1956. Лукомский Я. И. Теория корреляции и ее применение к анализу производства Госстатиздат, 1958.

Манн У. Б., Селигер Г. Г. Приготовление и применение эталонов радноактивных препаратов. Атомиздат, 1960.

Межиборская Х.Б., Шашкин В. Л., Шумилин И. П. Анализ радноактивных руд бета-гамма-методом. Атомиздат, 1960. Меликова О.С. Определение актиния и коэффициента эманирующей

способности по актиону и торону эманационным методом. Труды III сессии Комиссии по определению абсолютного возраста геологической формации. Изд. AH CCCP, 1955.

Мензел Д. Основные формулы физики. ИЛ, 1957.

Методическое руководство по определению физических свойств горных пород и полезных ископаемых. Госгеолтехиздат, 1962.

Методы определения радиоактивных элементов в минеральном сырье, изд. 2-е, сост. Е. И. Железнова, В. Г. Сочеванов, В. И. Титов. Госгеолтехиздат, 1961.

Налимов В. В. Применение математической статистики при анализе вещества. Физматгиз, 1960.

Несмеянов А. Н. и др. Практическое руководство по раднохимии. Госхимиздат, 1956.

Никитии Б. А., Герлинг Э. К. О выделении радона из урановых минералов. Труды Радневого института АН СССР, т. IV, 1938.

Пауэлл С., Фауэлер П., Перкинс Д. Исследование элементарных частиц фотографическим методом. ИЛ, 1962.

Практическое руководство по радиохимии, т. 1 и 2. Под ред. А. Н. Несмеянова. Госхимиздат, 1961.

Раднография. Фотографический метод исследования радиоактивных объектов и его применение в физике, химии, геологии, биологии и металлургии. Сб. статей. Пер. А. С. Карамяна и А. С. Хеймана. ИЛ, 1952.

Раднометрические методы поисков и разведки урановых руд. Сб. статей. Отв. ред. В. В. Алексеев. Госгеолтехиздат, 1957.

Радиоактивные методы поисков и разведки урановых руд. Госгеолтехиздат. 1961.

Райский С. М., Смирнов В. Ф. Физические основы метода радноактивных индикаторов. ГИТТЛ, 1956. Романовский В.И. Применение математической статистики в опыт-

ном деле. ОГИЗ, ГИТТЛ, 1947.

Самойлович Д. М., Баринова Е. С. О фиксировании ядерных эмульсий кислыми фиксажами. Приборы и техника эксперимента, № 3, 1956.

Смирнов Н. В., Дунин-Барковский И. В. Краткий курс математической статистики для технических приложений. Физматгиз, 1959.

Снесарев К. А., Зараковская А. И., Воробьева М. Г. Метрологические основы аналитического контроля химических производств. Гослембумиздат, 1960.

Солтнцкий Б. П., Фадеев Н. П., Панащенко В. А. Приспособление для резки толстослойных пластинок. Приборы и техника эксперимента, № 2, 1958.

Спиции В. И. Раднохимия. Сб. работ. Изд. МГУ, 1952.

Спицин В. И., Заборенко К. Б., Брусиловский С. А. Применение этилендиаминтетраацетата натрия (трилона-Б) при эманационном определении радия. Неорганическая химия, т. 1, № 9, 1956.

Справочник но дозиметрическим, раднометрическим и электронно-физическим приборам, счетчикам, сцинтилляторам и фотоумножителям. Атомиздат, 1959.

Справочник по раднометрии. Госгеолтехиздат, 1957.

Справочник по ядерной физике. Пер. с англ. под ред. Л. А. Арцимовича. Физматгиз, 1963.

Старик И. Е., Щепотьева Е. С. Методы определения радноактивности природных образований. Госгеолиздат, 1946.

Старик II. Е., Меликова О. С., Курбатов В. В., Александрук В. М. Бюллетень комиссии по определению абсолютного возраста геологических формаций, вып. 1. Изд. АН СССР, 1955.

Старик И. В. и др. Свирник прати неста завел во захахаха Ина. ЛГУ, 1956.

Старик И. Е., Меникива С. С. Сталурован соссебиеран нави ралов. Труды Радисного пиститута АН СЛАР ИА. Н. Г. Г. А. А. Ч. У. выл. 2. Изд. АН СССР, 1957.

Старик И.Е., Атришенок М. С.К. у Кина А. С. (ракулятив-ном равновесии в гранитах Пентралисти Газа Пака, р. 141 (157, 141, 141). Сыромятинков Н. Г. Панулик Учинкан узака загля и тория и

интерпретация радноактивных вномазия, Иза. Аля вая (12), 143.

Тлеубергенова Г. Исслединания следовальных и кланика и какана следовальфа-частиц. Вестник АН Уна, ССМ, вы и (УЛ), 1995. Тлеубергенова Г. Определения сланиких усла и услу и услу в минера-

лах и рудах при помощи толстоснойных флителялисти, вналичения химия, т. XIV, вып. 2. Изд. АН СССР, 1959.

Токарева Д. В. Радиометрические определяет урана, радия и тория на установке ЛАС с использованием желкий систехания гамия-излучения. В сб. «Методы определения радисактисных элементов в иннеральном сырье». Госгеолтехиздат, 1961.

Уварова В. М., Малишева В. Х., Крестовниковы Т. Ц., Миклашевич Л. В. Разработка историки Среблки Сесподложенных слоев. Изд. АН СССР, 1954.

Фридлендер Г., Ксинеди Дж., Въедение с раднохимию. ИЛ, 1952. Хан Отто. Прикладная радиохичия. Госхимиздат, 1947.

Хитун В. А. Счетчики ядерного излучения и счетные устройства. Госэнергоиздат, 1959.

Х р у щ о в Н.А. Контроль работы химической лаборатории методом анализа эталонных проб. Разведка недр, № 6, 1954.

Цейтлин С. Г., Быков П. И. Применение фтористого аммония и четырехзамещенной натриевой соли ЭДГА при определении радия и его изотонов. Радиохимия, т. III, вып. 3, 1961.

Чайкин П.И., Гумбар К.К., Зарезкина А.К. Быстрый метод определения изотопов радия в породах и минералах. ВСЕГЕИ, № 3. Гостсолтих. нздат, 1956.

Чайкин П.И.и др. Эманационное определение изотопов радия в присут. ствин железа, кальция и других элементов. ВСЕГЕИ, № 4. Госгсолтскиздат, 1956.

Чайкин П.И., Голубев Н.В., Гумбар Қ.В., Жерсхов В.Г. Определение изотопов урана, тория и радия в природных силикатных образованиях. Методы анализа минерального сырья. ВСЕГЕИ, № 30. Гостсолтскиздат. 1960.

Чайкин П.И., Голубев Н.В. Влияние актинона и радона на определение торона эманационным методом. Радиохимия, т. IV, вып. 1-6. Шзд. AH CCCP, 1962.

Чердынцев В. В. Об изотопном составе радиоэлементов в природных объектах в связи с вопросами геохронологии. Труды III сессии Комиссии по определению возраста геологических формации. Изд. АН СССР, 1955.

Шашкин В. Л. Методы анализа естественных радиоактивных элемситов. Госатомиздат, 1961.

Шашкин В. Л., Шумилин И. П. Радиометрический метод определения содержания урана в рудных пробах. В сб. «Вопросы геологии урана». Приложение № 6 к журналу «Атомная энергия», 1956

Шашкин В. Л., Шумилин И. П., Пруткина М. П. Соотношение бета- и гамма-излучения естественных радноактивных элементов, В сб. «Вопросы геологии урана». Приложение № 6 к журналу «Атомная энергия», 1956.

Шашкина Н. Н. Радиометрическое определение концентрации урана в растворах, содержащих ионий. Атомная энергия, № 10, вып. 4, 1961.

Шор Я. Б. Статистические методы анализа и контроля качества и надежности. Изд. «Советское радно», 1962.

Шумилин И. П. Радиометрические анализы руд и пород по бета-гамма лучам с разной степенью фильтрации. Сб. «Вопросы рудной раднометрии». Госатомиздат, 1962.

Юфа Б. Я. Инструкция по производству массовых пешеходных радиометрических поисков урана. Госгеолтехиздат, 1958.

Ю фа Б. Я. Учет систематических ошибок при подсчете запасов. Разведка недр, № 6, 1951.

Ю фа Б. Я. Методика оценки случайных погрешностей анализов при подсчете запасов минерального сырья. Разведка недр, № 12, 1960.

Юфа Б. Я. Уравнение средних случайных ошибок анализов и примепение их для оценки воспроизводимости радиометрических определений. Заволская лаборатория, т. XXVIII, № 3, 1962.

Юфа Б. Я. К оценке добротности аналитических радиометров. Сб. «Геофизическое приборостроение», вып. 12, 1962.

Ядерная геология. Под ред. В. И. Баранова. ИЛ, 1956.

Ядерные эмульсин. Пер. с англ. А. О. Вайсенберга. Физматгиз, 1961.

Я кубович А. Л. Поисково-разведочная радиометрическая аппаратура. Госгеолтехиздат, 1956.

Я к у б о в н ч А. Л. Понсково-разведочная радиометрическая аппаратура. Госгеолтехнздат, 1960.

Я к у б о в и ч А. Л. Ускоренный анализ минерального сырья с применеинем сцинтилляционной аппаратуры. Госатомиздат, 1963.

Якубович А. Л., Зайцев Е. И. Радиометрическое определение кларковых содержаний урана, радия, тория и калия в образцах горных пород. Разведка и охрана недр, № 2, 1961.

Разведка и охрана недр, № 2, 1961. Я кубович А. Л., Зайцев Е. И., Аносов В. В. Многокомпонентный радиометрический анализ пробгорных пород с помощью сцинтилляционной установки ЛСУ-5К. Атомная энергия, вып. 3, № 15, 1963.

Coppens R. Sur L'emploi de l'emulsion photographique pour la determination de la radioactivite des roches par l'examen des trajectoires des rayons d. Le Journal de Physique et le Radium, 11, No 1, 1950.

Curie I. Sur la possibilite d'etudier l'activite des roctes par l'dans l'observation des trajectoires des rayon α -daus l'emulsion photographique. G. Physiqus, 7, No 11, 1946.

C o p p e n s R. Etude de la radioactivite de quelques roches par l'emulsion photographique. Bulletin de là societe Frangaise Mineralogie et de Cristallographie, v. LXXIII, No 4-6, 1950.

Cherry R. D. The determination of thorium and uranium in geological samples dy an alpha-counting technique. Geochim. et Cosmoch. Acta, v. 27, No 2, 1963.

Colomb R., Goldstein M. Utilisation d'un spectrometre y-r 100 canal dans quelques problemes de geologie nucleare. Bull. socfrous, Miner. Crist., 1961.

Van Dilla M. A., Taysum D. H. Scintillation counter for assay of radon gas. Nucleonics, 13, 2, 68, 1955.

Eichholz G. G., Hilborn J. N. McMahou C. The determination of uranium and thorium nores. Canad, j. Phys., 31, No 4, 1963.

Fineman P. An amanation method for radium analysis. Nat. nucl. eher. ser. univ., IV, 14b, 11, No 4, 1948.

Hurley P. H. Direct radiometric measurement by gamma-ray spectrometer. Bull. Cox. Soc. America, 67, No 4, 1956.

Lapoiute C. Equibrim corrections in Ceiger anylisis. Camed Mining and Metallurgy. Bull., No. 460, 1950.

Locus H. F. Improved low-level aipha-scintillation counter for radon. Rev. Scient. Instrum., 28, 9, 1957

Jagoda H. Radioactive Measurements with Nuclear Emulsions. New Jork, 1949.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение

3

Часть 1

ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ЕСТЕСТВЕННОЙ РАДИОАКТИВНОСТИ

C a set 1 o	
слава 1. Основные понятия. Радиоактивное равновесие. Единицы	
Глара 9 Гонган солони	5
т пра 2. группы естественных радиоактивных элементов,	8
і. Ряд урана	10
П. Ряд актиноурана	10
	19
пи. гид юрия	21
IV. Радиоактивные элементы, не вхолящие в ряпы	00
Глава З Способы регистрации во постание в ради	22
	25

Часть 2

МЕТРОЛОГНЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ УСТАНОВОК

Глава 4. Параметры установок	31
V. Фон	31
VI. Разрешающая способность	35
VII. Чувствительность	46
VIII. Порог чувствительности	48
§ 1. Определение порога чувствительности при измерениях с элек-	80
трометрами , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	50
§ 2. Определение порога чувствительности при измерениях с ра-	51
диометрами	01 52
§ 3. Анализ содержания радиоактивных элементов	50
IX. Пределы измерений	61
Х. Воспроизводимость параметров	01

Часть З

РАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА Горных пород и руд

		<u>~</u> ^
Глава 5. Измерения общей радиоактивности проб.		69 69
X1. Общие положения XII. Альфа-метод	• • • •	74 74
§ 4. Теоретические основы		455

§ 5. Практические рекомендации по измерениям альфа-актив- ности порошков в толстых слоях XIII. Бета-метод	83
§ 6. Теоретические основы § 7. Урановые бета-эквиваленты групп естественных радноактив- ных элементов	85 88
§ 8. Измерения бета-активности проб. XIV. Гамма-метод	89 93
§ 10. Урановые гамма-эквиваленты групп естественных радно- активных элементов § 11. Измерение гамма-активности проб	98 102
XV. Измерения суммарной бета-гамма-активности проб.	102
Глава 6. Теоретические основы комбинированных методов анализа	105
XVI. Оощие положения XVII. Анализ четырехкомпонентных проб XVIII. Анализ трехкомпонентных проб	105 107 112
XIX. Анализ двухкомпонентных проб XX. Погрешности анализов многокомпонентных проб в связи с их радиологическими особенностями	113
§ 12. Погрешности анализа на уран § 13. Погрешности анализа на радон	115 115 117
§ 14. Погрешности апализов на торий и калий , .	119
Глава 7. Методика и техника радиометрических анализов горных пород и руд	120
XXI. Общие положения	120 121
бета-гамма- и гамма-излучению	122 136
§ 17. Определение содержания урана, радона, тория и калия по спектрометрическим гамма-измерениям на установке ЛСУ-5К.	138
§ 18. Определение содержания урана, тория и калия по суммар- ному бета-гамма- и гамма-излучению	151
§ 19. Определение содержания урана, тория и калия по спектро- метрическим гамма-измерениям на установке ЛСУ-5К	151
9 20. Определение содержания урана, радона и тория по суммар ному бета-гамма- и гамма-излучению	153 161
§ 22. Определение содержания урана, радона и тория по спектро- метрическим гамма-измерениям на установках ЛСУ-5К и ЛАС	162
§ 23. Сравнительная оценка методик анализа трехкомпонентных проб на уран, радои и торий ХХИХ Анализа проб	169 170
§ 24. Анализ церавновесных урановых или комплексных урано- торневых проб по бета-гамма-излучению в насыщенных для бета-	
лучей слоях § 25. Анализ неравновесных урановых и комплексных урано-	172
торневых руд по суммарному бета-гамма-ти гамма-излучению в промежуточных для бета-лучей слоях	190
у 20. Дачественный способ определения урана в породах по суме марному бета-гамма-излучению	195

§ 27 Определение радия и	коэффицие	н <mark>та э</mark> маниро	вания по гам	ма-
излучению	•	• •		
§ 28. Определение урана и	в твердых	продуктах	технологичес	кой
переработки руд				
XXV. Номограммы для обра	ботки лабој	раторных ра	ідиометричеси	ких
измерений	-	• •	•	

Часть 4

РАДИОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Глава 8. Определение радия и его изотопов	219
XXVI. Методы химической подготовки проб к анализу	220
§ 29. Подготовка к анализу порошковых проб.	2 20
6 30. Подготовка к анализу проб воды	235
§ 31. Перечень реактивов, необходимых для подготовки проб	
к радиохимическому анализу	237
XXVII. Радиометрический анализ растворов.	239
§ 32. Определение радия в растворах.	239
§ 33. Определение тория в растворах	251
§ 34. Организация работ при массовых раднохимических ана-	
лизах с применением радиометра РАЛ-1.	257
§ 35. Определение эманирующей способности и коэффициента	000
эманирования пород и минералов в образцах.	262
Глава 9. Определение отношений U ²³⁴ /U ²³⁸ , Io/U и RdTh/Io .	265
ХХVIII Химическая полготовка проб к анализу	267
8 36 Отлеление тория от урана и ралия	268
6 37 Отлеление палия от урана и радни и у	269
§ 38. Получение предарата урана	270
XXIX. Ралиометрический анализ проб	271
§ 39. Определение отношения U ²⁰¹ /U ²⁰⁰	273
§ 40. Определение отношения Io/U .	279
§ 41. Определение отношения RdTh/Io.	282

Часть 5

РАДИОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Глава 10. Визуальная радиография			284
Глава 11. Микрораднография		• •	287
XXX. Техника получения микрорадиогр XXXI. Анализ микрорадиографий § 42. Качественный анализ § 43. Количественный анализ XXXII. Области применения микрорадио	рафий . ографии .		290 296 297 298 305

Часть б

планирование радиометрических анализов

Глава 12. Случайные ошибки при радиометрических измерениях.	313
XXXIII. Случайные ошибки прямых измерений	314
§ 44. Ошибки измерения числа импульсов .	314
§ 45. Ошибки измерения времени.	316
§ 46. Ошибки взвешивания	317

XXXIV, Случайные ошибки косвенных измерений .	318
§ 47. Ошибки измерения скорости счета	318
§ 48. Ошибки радиометрического апализа однокомпонентных проб	335
§ 49. Ошибки радиометрического анализа двухкомпонентных проб	340
§ 50. Ошибки радиометрического анализа многокомпонентных проб	366
Глава 13. Систематические ошибки при радиометрических измерениях	367
XXXV. Ошибки измерений скорости счета	367
XXXVI. Ошибки измерений активности.	100
§ 51, Ошибки в связи с просчетами импульсов	368
§ 52. Ошибки, зависящие от используемых эталонов	200
§ 53. Ошибки в связи с наличием в пробах искусственных радно-	369
активных элементов	371
§ 54. Ошибки в определении веса проб и эталонов	372

Часть 7

оценка качества радиометрических анализов

Глава 14. Общие положения	374
Глава 15. Текущий контроль	376 376
проб	381 381
§ 56. Контроль за систематическими ошибками	389
Глава 16. Приемочный контроль	401
хххіх. метод однократной высорки. § 57. Контроль по доле брака	403
§ 58. Контроль по выборочному стандартному отклонению S XI., Метол двукратной выборки	403 404
§ 59. Контроль по доле брака	404 405
3 00. Контроль по высорочному стандартному относленно с XLI. Метод последовательного анализа	406
§ 62. Контроль по выборочному стандартному отклонению.	407

приложения

Приложение	1. Рекомендации по технике безопасности при работах
•	в раднометрических лабораториях
Приложение	2. Плотность ф (U) и функция нормального распределения
•	Ф (U) случайной величины U 41/
Приложение	3. Kphrephil t, r, r_{max}, r_{xy} · · 418
Приложение	4. Коэффициенты Ка
Приложение	5. Меры совпадения значения χ^2
Приложение	6. F-критерий для уровня значимости $q = 5\%$ 420
Приложение	7. Перечень аппаратуры, применяемой для радиометри-
	ческих анализов
Приложение	8. Основные метрологические параметры аппаратуры для
•	радиометрических анализов
Приложение	9. Основные параметры газоразрядных счетчиков для
•	регистрации понизирующих излучений. 430

Приложение 10.	Метрологические пара	метры аппаратуры ј	іля эмана-
Приложение 11.	ционных определений Основные параметры	фотоэлектронных у	•••••• 438
Приложение 12.	Список типового обору	дования и материалов	Для радио-
Приложение 13.	эталоны, используеми рений	ые для радиометриче	еских изме- 443
Приложение 14.	Таблица распада ThX	(e) ^{—~ThX'} для і мень	ше 10 суток 447
Приложение 15.	Таблица накопления	радона из радия ($1 - e^{-\Lambda Rn^{T}} $ 448
Литература		•	450

Лĸ	тер	ату	pa
----	-----	-----	----

450

Железнова Евгения Ивановна, Шумилин Игорь Петрович, Юфа Борис Яковлевич

РАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ЕСТЕСТВЕННЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Редактор издательства И. Н. Тареев Переплет художника Е. К. Глущенко Технический редактор Г. И. Колосова Корректоры П. А. Денисова и Э. А. Осипова

Roppertoph II. A. denatora a D. A. otanoba

Сдано в набор Формат 60 Х 90 ¹ /10 Т-07604 Индекс 3-4-1) 30/V11 1966 г. Печ. л. 28,75 Тираж 3000 экз.	Подписано в печать 1/Х1 Учизд. л. 27,63 Заказ № 1194/9150-3,7	1968 г. Бумага № 2 Цена 1 р. 57 к.
	ІІздательств Москва, К-12, Тре	ю «Недра» тьяковский пр., 1/19	
-			

~

Ленинградская типография № 6 Главполиграфпрома Комитета по печати при Совете Министров СССР Ленинград, ул. Монсеенко, 10 Отпечатано на Ленкартфабрике ВАГТ