

путем измерения тока на образце или с помощью регистрации рассеянных α -частиц.

Содержание легких элементов определяли методом сравнения:

$$m_x = m_\alpha \frac{M_\alpha}{Y_\alpha} \cdot \frac{Y_x}{M_x},$$

где m_x , m_α , M_x , M_α и Y_x , Y_α — соответственно количество ядер, показания монитора пучка α -частиц и число импульсов в пике для анализируемого элемента в исследуемом образце и эталоне. Этalonом служила пленка из лавсана или нитрона.

На рис. 1 приведен амплитудный спектр рассеянных α -частиц с $E_0 = 18,3$ МэВ от толстого образца ниобия. На поверхность которого после химического травления была нанесена углеродная пленка толщиной 100 Å. В спектре на слабом фоне импульсов, соответствующих рассеянным α -частицам от матрицы, видны два пика: один соответствует α -частицам, рассеянным на углероде, другой — на кислороде. Последний существует благодаря образованию окисной пленки после травления. Если химический состав этой пленки Nb_2O_5 и она однородна по составу, то ее толщина будет равна 40 Å. Число импульсов в углеродном пике соответствует углеродной пленке толщиной 100 Å. На рис. 1 показан также спектр импульсов, соответствующий рассеянию α -частиц с $E_0 = 21,4$ МэВ в образце германия, на поверхность которого нанесены пленки SiO_2 (80 Å) и Si_3N_4 (1160 Å). Оцененная толщина этих пленок по числу импульсов в пиках совпадает с толщинами, измеренными другими методами. Интересно отметить, что в спектре наблюдается пик, соответствующий рассеянию α -частиц от натрия, который, по-видимому, появляется в результате химической обработки поверхности.

Аналогично измеряли дифференциальное распределение кислорода в поверхностном слое образца

ниобия. На рис. 2 приведен аппаратурный спектр рассеянных α -частиц $A(N)$ и кривая распределения кислорода по глубине образца $P(x)$. Видно, что основная доля примесных ядер кислорода находится на поверхности образца и резко спадает с увеличением глубины.

Проведенные исследования позволяют сделать следующие выводы.

1. Метод обратного рассеяния α -частиц высоких энергий существенно дополняет метод кулоновского рассеяния. Он позволяет с высокой чувствительностью исследовать микросодержание легких элементов в поверхностном слое практически любых материалов.

2. Метод является неразрушающим, его можно использовать для исследования распределения кислорода, углерода и азота (или их соединений) как по поверхности образца, так и по глубине.

3. С помощью этого метода можно исследовать динамику изменения содержания легких примесей в приповерхностном слое различных материалов в условиях воздействия агрессивных сред, тепловых и радиационных потоков.

В заключение авторы благодарят группы обслуживания циклотрона за бесперебойную работу ускорителя и С. В. Покровскую за ценные советы и предоставление германиевых образцов.

Поступило в Редакцию 24/V 1973 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Скаакун И. А., Харьков О. Н. «Атомная энергия», 1969, т. 27, с. 351.
- Боуз Г., Кибонс Д. Радиоактивационный анализ. М., Атомиздат, 1968.
- Turos A., Wilhelm Z. Nucleonika, 1968, v. 13, p. 975.
- Morgan J., Hobbie R. Phys. Rev., C. Nucl. Phys., 1970, v. 1, p. 155.
- Кузнецов Б. И., Овсянникова Р. Е., Чернов И. П. «Ядерная физика», 1972, т. 15, с. 681.

Определение количества трития в органических материалах по тормозному излучению

БЕЛОВОДСКИЙ Л. Ф., ГАЕВОЙ В. К., ГРИШМАНОВСКИЙ В. И.

УДК 620.1.019.39:546.11.02.3

Исследование закономерностей поглощения и десорбции трития и его оксида (HTO) некоторыми пленочными материалами, изучение растворимости трития и HTO в материалах, а также введение изотопной метки связано с необходимостью определения количества трития в материалах.

Известные методы определения трития и HTO основаны на химическом растворении или термическом разложении образцов материалов с последующим измерением трития или HTO в растворе или выделяющихся газах [1, 2]; количество трития в материалах можно определять авторадиографическим методом [3]. Основной недостаток этих методов — продолжительность анализа (несколько часов или суток), кроме того, первые два метода приводят к разрушению исследуемых образцов.

Рассматриваемый метод лишен указанных недостатков, при этом методе количество трития определяется по скорости счета тормозного излучения, обус-

ловленного β -частицами распада трития в некоторых органических пленочных материалах.

Тормозное излучение β -частиц трития детектируется гейгеровскими счетчиками с толщиной окна 3—5 мкм² или сцинтилляторами (NaI, CsI) толщиной ~1 мм [4, 5]. Интенсивность тормозного излучения пропорциональна количеству трития в образце материала [4, 6]:

$$Q = kN, \quad (1)$$

где Q — количество трития в образце, кюри; N — скорость счета тормозного излучения, имп/мин; k — коэффициент пропорциональности для данного материала. В общем случае k зависит от атомного номера материала Z , чувствительности регистрирующей аппаратуры к тормозному излучению, геометрии измерения, толщины материала и равномерности распределения трития по толщине. Следовательно, задача измерения трития по тормозному излучению сводится к определению значения k для исследуемых материалов.

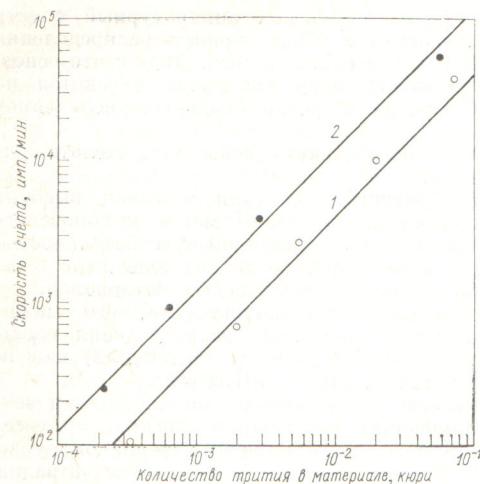


Рис. 1. Зависимость скорости счета тормозного излучения от количества трития в наиритовом латексе Л-7(1) и перфоле ПК-4(2).

С целью определения k для некоторых пленочных материалов (см. таблицу) была изучена зависимость N от Q . Образцы исследованных материалов диаметром 3 см² выдерживались 24—48 ч в атмосфере паров НТО, концентрация трития в парах составляла 10⁻¹ кюри/л. После экспозиции регистрировали тормозное излучение образцов на установке Б-2 с торцевым счетчиком СИ-2Б, помещенным в свинцовый домик ДС-000. Затем образцы помещали в пробирки с фиксированным объемом дистиллированной воды, где они «вымачивались» от 0,5 ч до 6 суток. После вымачивания образцы сушили фильтровальной бумагой, вновь измеряли их тормозное излучение и помещали в другие пробирки с водой. Эти операции продолжались до тех пор, пока скорость счета тормозного излучения образцов становилась $\sim 3 \sqrt{N_\phi}$, где N_ϕ — фон установки, имп/мин. Для определения остаточной активности трития в образцах

Характеристики исследованных материалов

Материал	d , см	ρ , г/см ³	μ , см ⁻¹	k_3	Относительная погрешность в определении k_3 , %	k'_3	k''_3	
							T — Ti	Sr — Y
Резина перчаток «канадр» (ТУ № ЯН-251-61)	1,1·10 ⁻¹	1,15	21,7	3,1·10 ⁻⁶	9	1,1·10 ⁻⁶	21,2	2,6·10 ⁵
Наиритовый латекс Л-7 (ВТУ № В-53-61)	5,4·10 ⁻²	1,28	24,2	2,5·10 ⁻⁶	11	1,3·10 ⁻⁶	25,2	3,1·10 ⁵
Резина хирургических перчаток (ГОСТ-3-53)	2,0·10 ⁻²	0,90	17,5	8,5·10 ⁻⁷	12	7,2·10 ⁻⁷	13,9	1,7·10 ⁵
Поливинилхлорид рецептуры 80/277	2,5·10 ⁻²	1,21	22,8	1,7·10 ⁻⁶	16	1,2·10 ⁻⁶	23,2	2,9·10 ⁵
Поливинилхлорид рецептуры 80 АМ	3,0·10 ⁻²	1,23	23,2	1,7·10 ⁻⁶	23	1,2·10 ⁻⁶	23,2	2,9·10 ⁵
Фторопласт-26	2,2·10 ⁻²	1,81	34,2	7,0·10 ⁻⁷	20	5,0·10 ⁻⁷	9,6	1,2·10 ⁵
Перфоль ПК-4	6,0·10 ⁻³	1,15	—	8,7·10 ⁻⁷	25	8,7·10 ⁻⁷	16,8	2,0·10 ⁵
Терилен (полиэтилентерефталат)	7,5·10 ⁻³	—	—	7,1·10 ⁻⁷	21	7,1·10 ⁻⁷	13,8	1,7·10 ⁵

Примечание. Поправка на поглощение для перфолея и терилена не вводилась ввиду незначительной толщины этих материалов.

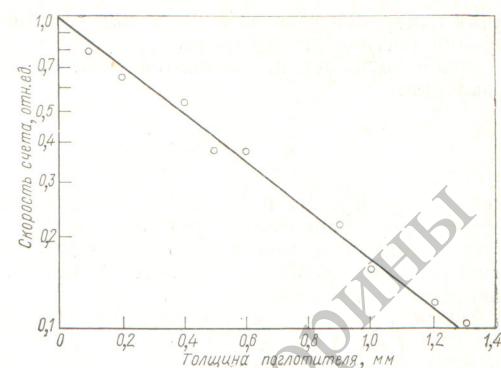


Рис. 2. Зависимость скорости счета тормозного излучения от толщины поглотителя.

их сжигали в вакууме, после чего вымораживали выделившуюся НТО.

Воду, оставшуюся после вымачивания и сжигания образцов, анализировали на установке УРБ-1, которая градуировалась эталонной НТО с погрешностью $\pm 10\%$. Количество трития, выделившегося из образца, определяли по его концентрации в воде; оно соответствовало уменьшению скорости счета между двумя вымачиваниями образца. Суммарному количеству трития соответствовала начальная скорость счета, определяемая после экспозиции. Экспериментальная зависимость $N = f(Q)$ для некоторых материалов приведена на рис. 1.

В экспериментах значения Q изменялись от 10⁻⁵ до 10⁻¹ кюри, а N — от 20 до 7·10⁴ имп/мин, при этом величину N измеряли на различных расстояниях от окна счетчика (10—100 мм), а затем значения приходились к расстоянию 15 мм с учетом поправки на мертвое время. Одновременно исследовали четыре — восемь образцов из одного и того же материала, для

каждого материала определяли 8—26 значений Q_i и N_i .

Из отношений Q_i/N_i найдены экспериментальные коэффициенты пропорциональности k_ϑ для исследованных материалов, среднеарифметические значения которых представлены в таблице. Значения k_ϑ лежат в пределах от $7,0 \cdot 10^{-7}$ (фторопласт-26) до $3,1 \cdot 10^{-6}$ («каландр»). Среднеквадратичная ошибка в определении k_ϑ составляет 9—25%.

Так как k в соотношении (1) зависит от нескольких факторов (см. выше), поэтому полученные значения k_ϑ справедливы только для конкретных условий измерения (в этом случае $k = k_\vartheta$). Однако в k_ϑ учтена зависимость от Z , который определяет интенсивность тормозного излучения.

Если предположить, что тритий распределен равномерно по толщине материала, то N в зависимости от толщины можно определить соотношением [7]

$$N = \frac{N_0}{\mu d} (1 - e^{-\mu d}), \quad (2)$$

где N_0 — скорость счета без учета поглощения в материале (для бесконечно тонкого слоя); d — толщина материала; μ — коэффициент поглощения. Поскольку $N = Q/k_\vartheta$, то $N_0 = Q/k'_\vartheta$, где k'_ϑ — коэффициент пропорциональности без поглощения. Подставив в (2) значения N и N_0 , получим выражение для k'_ϑ :

$$k'_\vartheta = \frac{k_\vartheta}{\mu d} (1 - e^{-\mu d}). \quad (3)$$

Нахождение k'_ϑ связано с определением μ для исследованных материалов. Для этого измеряли кривую поглощения тормозного излучения. В качестве детектора использовали полизтиленовую пленку плотностью $\rho = 0,92 \text{ г/см}^3$ и толщиной 0,1 мм. Кривая поглощения представлена на рис. 2. Свойство полизтилена ослабления $\Delta_{1/2}$ равен 0,04 см, тогда для полизтилена $\mu = \frac{\ln 2}{\Delta_{1/2}} = 17,5 \text{ см}^{-1}$. Для материалов, незначительно отличающихся по Z , отношение μ/ρ можно считать постоянным. На основании этого отношения [оно равно $19 \text{ см}^2/\text{г}$ (полизтилен)] и известной плотности материалов были вычислены значения μ , которые применены для определения k_ϑ . Полученные величины μ и k'_ϑ представлены в таблице.

Влияние на k_ϑ геометрии измерения и чувствительности аппаратуры учитывается путем нормирования значений k_ϑ по эталону. Для нормирования k'_ϑ измерение образцов исследуемых материалов и эталонов проводили в идентичной геометрии. При этом использовали два эталона: тритий — титан с активностью $2,16 \cdot 10^{-5} \text{ кюри}$ по тритию и стронций — иттрий активностью $8,45 \cdot 10^{-8} \text{ кюри}$ по иттрию. Точность эталонов по паспортным данным $\pm 10\%$. Для нормирования

использовали соотношение

$$k''_\vartheta = \frac{k'_\vartheta N_{\text{эт}}}{Q_{\text{эт}}}, \quad (4)$$

где k''_ϑ — нормированное значение k'_ϑ (значения k''_ϑ приведены в таблице). Видно, что активность эталона тритий — титан на несколько порядков выше по сравнению с активностью стронция — иттрия, однако в первом случае значения k''_ϑ на четыре порядка ниже по сравнению со вторым эталоном. Это объясняется низким выходом и малой эффективностью регистрации ($\sim 1\%$) тормозного излучения β -частиц трития.

Полученные значения k''_ϑ могут быть использованы для измерения количества трития не только в исследованных материалах, но и для других пленочных материалов с близкими значениями Z . При этом можно применять любые приборы, чувствительные к тормозному излучению, вызванному тритием. Количество трития в материалах определяется соотношением (4), в котором

$$k = \frac{k''_\vartheta \mu d}{(1 - e^{-\mu d})} \cdot \frac{Q_{\text{эт}}}{N_{\text{эт}}}.$$

Чувствительность метода со счетчиком СИ-2Б при $N_{\phi} = 60 \text{ имп/мин}$, $N = 3 \sqrt{N_{\phi}}$ и $d \approx 0,05 \text{ мм}$ в случае измерения поверхности, равной площади окна счетчика (12 см^2), находится в диапазоне от $1,2 \cdot 10^{-5}$ (фторопласт-26) до $3 \cdot 10^{-6} \text{ кюри}$ (наиритовый латекс-7). Приведенная к единице площади чувствительность составляет $(1,0 \div 2,5) \cdot 10^{-6} \text{ кюри/см}^2$. Чувствительность может быть повышена за счет уменьшения фона и применения детекторов, имеющих большую эффективность регистрации низкоэнергетических излучений.

Авторы выражают благодарность В. Н. Деменюк, В. В. Мигунову, Л. И. Ромашовой за помощь в работе.

Поступило в Редакцию 8/VI 1973 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Balkwell W., Kubose D. Determination of the Tritium Aktivity Adsorbed on the Surface of Various Metals. USNRDL—TR—890, 1965.
2. Hutchinson W., Eakins I. The Radiobiological Harard from Tritium Sorbed on Metal Surfaces. AERE-5689, 1968.
3. Эванес Э. Тритий и его соединения. М., Атомиздат, 1970.
4. Westermark T. e.a. Nucl. Instrum. and Methods, 1960, v. 9, p. 141.
5. Лобов С. И., Цукерман В. А. «Приборы и техника эксперимента», 1963, № 4, с. 164.
6. Машкович В. П., Цыпин С. Г. «Атомная энергия», 1961, т. 11, с. 251.
7. Баранов В. И. и др. Лабораторные работы и задачи по радиометрии. М., Атомиздат, 1964.