



МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21) 2017/0915.1

(22) 16.10.2017

(45) 07.12.2018, бюл. №46

(72) Пак Дмитрий Юрьевич; Пак Юрий Николаевич; Нугужинов Жумагул Смагулович; Садчиков Александр Викторович; Сыздыков Нияз Ерболатович; Тебасва Анар Юлаевна; Асубаев Баглан Бауыржанович; Васильченко Дмитрий Иванович

(73) Пак Дмитрий Юрьевич; Пак Юрий Николаевич

(56) SU 552544, 30.03.1977

SU 857819, 23.08.1981

SU 1100546, 30.06.1984

KZ 26933 A4, 15.05.2013

KZ 28371 A4, 15.04.2014

US 2882418, 14.04.1959

US 6041096, 21.03.2000

JP 2008256587 A, 23.10.2008

(54) СПОСОБ АНАЛИЗА СОСТАВА ВЕЩЕСТВА

(57) Изобретение относится к области анализа состава вещества ядерно- физическими методами.

Задачей изобретения является повышение чувствительности и точности определения содержания элемента в условиях значительной изменчивости эффективного атомного номера вещества.

Способ анализа состава вещества, основанный на его облучении гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения определяемого элемента и рассеянного веществом гамма-излучения, отличающийся тем, что

дополнительно на стандартных образцах вещества со средним содержанием определяемого элемента находят оптимальную ширину окна ΔE_i в области рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, при которой достигается минимальная относительная статистическая погрешность измерений, выраженная в долях содержания определяемого элемента, оптимальную ширину окна ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения выбирают из условия максимальной контрастности интенсивности рассеянного гамма-излучения при единичном изменении концентрации определяемого элемента, а содержание элемента в веществе определяют по величине отношения интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, измеренной при найденной ширине окна ΔE_i , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине окна ΔE_s .

Технический результат изобретения состоит в повышении точности определения содержания элемента и расширении сферы применения способа в условиях значительной изменчивости эффективного атомного номера вещества за счет нахождения оптимальной ширины окна ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции элемента и ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения и определении содержания элемента по величине отношения измеренных при ΔE_i и ΔE_s интенсивностей.

Изобретение относится к способам анализа веществ ядерно-физическими средствами.

Известен способ анализа вещества, заключающийся в его облучении гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, по интенсивности которого определяют содержание элемента в веществе. Важнейшим аспектом метода, влияющим на точность и чувствительность анализа вещества, является выбор оптимальной ширины энергетического окна спектрометра для регистрации рентгеновской флуоресценции элемента. Имеет место практика выбора ширины окна в области аналитической линии определяемого элемента с точки зрения минимальной аппаратной нестабильности (Мамиконян С.В. Аппаратура и методы флуоресцентного рентгенорадиометрического анализа. М.: Атомиздат, 1976. С. 170.). Недостатком способа является регламентированность только в зависимости от энергии аналитической линии определяемого элемента. Влияние фона за счет рассеянного гамма-излучения не учитывается, что приводит к значительной погрешности анализа в условиях непостоянства эффективного атомного номера вещества.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ, основанный на облучении вещества гамма-излучением и регистрации наряду с рентгеновским флуоресцентным излучением элемента и рассеянного гамма-излучения. При этом содержание элемента в веществе определяют по величине отношения интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения элемента к интенсивности рассеянного веществом гамма-излучения (Леман Е.П. Рентгенорадиометрический метод опробования месторождений цветных и редких металлов. Л.: Недра, 1978. С. 141-142.). При этом выбор ширины окна ΔE_i в области аналитической линии определяемого элемента E_i осуществляется исходя из соотношения $\frac{E_i}{E_s} \geq R$, где R - энергетическое разрешение детектора. Выбор ширины окна ΔE_s в области рассеянного веществом гамма-излучения осуществляется из неравенства $E_s \geq E_i$, где E_s - энергия рассеянного гамма-излучения.

Такой подход к выбору ширины окна ΔE_i и ΔE_s совершенно не учитывает вклад фонового излучения, статистическую погрешность измерений и относительную чувствительность (контрастность) к определяемому элементу, что снижает точность определения элемента по величине отношения интенсивностей рентгеновской флуоресценции и рассеянного гамма-излучения.

Задачей изобретения является повышение чувствительности и точности определения содержания элемента в условиях значительной изменчивости эффективного атомного номера вещества.

Технический результат изобретения состоит в расширении сферы применения способа.

Поставленная задача решается следующим образом.

При облучении вещества гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения элемента и рассеянного веществом гамма-излучения дополнительно на стандартных образцах вещества со средним содержанием определяемого элемента находят оптимальную ширину окна ΔE_i в области рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, при которой достигается минимальная относительная статистическая погрешность измерений, выраженная в долях содержания определяемого элемента, оптимальную ширину окна ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения выбирают из условия максимальной контрастности интенсивности рассеянного гамма-излучения при единичном изменении концентрации определяемого элемента, а содержание элемента в веществе определяют по величине отношения интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, измеренной при найденной ширине окна ΔE_i , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине окна ΔE_s .

Выбор ширины энергетического окна имеет важное значение при аппаратной реализации рентгенофлуоресцентного способа. В зависимости от ширины окна ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции элемента E_i меняются важнейшие метрологические характеристики: статистическая погрешность измерений и относительная чувствительность (контрастность) метода к определяемому элементу. Так например, увеличение ширины окна ΔE_i сопровождается ростом интенсивности излучения, что приводит к уменьшению относительной статистической погрешности. При этом повышается доля фонового излучения за счет рассеянного гамма-излучения, что приводит к снижению относительной чувствительности к определяемому элементу. Уменьшение относительной статистической погрешности и снижение относительной чувствительности качественно обратно воздействуют на основной метрологический параметр - точность анализа. Это актуализирует необходимость оптимизации ширины энергетического интервала ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции определяемого элемента. Оптимизация проведена по минимуму относительной статистической погрешности, выраженной в долях содержания определяемого элемента: $(100\sqrt{N \cdot S}) = \min$, где N - измеренная интенсивность излучения при ширине окна ΔE_i ; S - относительная чувствительность к определяемому элементу, характеризующая относительное в процентах приращение интенсивности N при изменении концентрации определяемого элемента в веществе на 1%абс.

Предлагаемый способ апробирован на примере определения содержания железа в железных рудах с

использованием первичного гамма-излучения Pu-238 (~ 16 КэВ). Вторичное излучение регистрировалось пропорциональным детектором и анализатором РРК-103. Экспериментальными исследованиями установлен инверсионный характер величины погрешности $(100\sqrt{N \cdot S})^{-1}$ от ширины энергетического окна ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции железа (~ 6,4 КэВ). Минимальная погрешность достигнута при ширине окна $\Delta E_i = 3,6$ КэВ, которая принята в качестве оптимальной.

Оптимальная ширина окна ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения выбиралась исходя из максимальной контрастности интенсивности рассеянного гамма-излучения при единичном изменении содержания железа в руде. Иными словами, ΔE_s выбрана из условия достижения максимальной относительной чувствительности к железу в канале рассеянного гамма-излучения при изменении содержания железа в руде на 1%абс. Оптимальное значение ΔE_s составило 5,2 КэВ.

При найденной оптимальной ширине окна ΔE_i измеряют интенсивность рентгеновского флуоресцентного излучения N_i определяемого элемента, при выбранной ширине окна ΔE_s измеряют интенсивность рассеянного гамма-излучения N_s , а по величине отношения интенсивностей N_i / N_s определяют содержание элемента в веществе. Выбор оптимальной ширины окна ΔE_i в области рентгеновской флуоресценции определяемого элемента и ΔE_s в области рассеянного веществом гамма-излучения, зависящих как от содержания определяемого элемента, так и компонентного состава вещества (эффективного атомного номера) и учитывающих максимальную чувствительность к определяемому элементу в каналах рентгеновской флуоресценции и рассеянного гамма-излучения, позволяет повысить чувствительность анализа и минимизировать погрешность определения содержания элемента.

Существенным отличием изобретения от прототипа является то, что дополнительно на стандартных образцах вещества со средним содержанием определяемого элемента находят оптимальную ширину окна ΔE_i в области рентгеновского флуоресцентного излучения

элемента, при которой достигается минимальная относительная статистическая погрешность измерений, выраженная в долях содержания определяемого элемента, оптимальную ширину окна ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения выбирают из условия максимальной контрастности интенсивности рассеянного гамма-излучения при единичном изменении концентрации определяемого элемента, а содержание элемента в веществе определяют по величине отношения интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, измеренной при найденной ширине окна ΔE_i , к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине окна ΔE_s .

Пример реализации способа. Анализируемая проба железной руды облучается гамма-излучением с энергией ~ 16 КэВ от радиоактивного источника Pu-238. Вторичное излучение (рентгеновское флуоресцентное излучение железа (~ 6,4 КэВ) и рассеянное рудой гамма-излучение) регистрировалось гамма-спектрометром РРК-103 с реперной стабилизацией и пропорциональным детектором. С помощью стандартных образцов руды со средним содержанием железа находят оптимальную ширину окна ΔE_i , симметричном относительно пика флуоресценции железа (~ 6,4 КэВ), при которой достигается минимальная относительная статистическая погрешность в долях содержания железа $(100\sqrt{N \cdot S})^{-1}$, %абс. Найденная ширина ΔE_i составила 3,2 КэВ. Оптимальную ширину окна ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения выбирают исходя из максимальной контрастности интенсивности рассеянного гамма-излучения при единичном изменении концентрации железа в руде. Максимальная контрастность (относительная чувствительность) достигнута при ΔE_s , равном 5,6 КэВ.

При найденных оптимальных значениях ΔE_i и ΔE_s измеряют интенсивности флуоресцентного излучения N_i и рассеянного излучения N_s , а содержание железа в руде определяют по величине отношения интенсивностей N_i .

В таблице приведены сравнительные экспериментальные данные

Способ	Диапазон изменения содержания железа, %	Относительная чувствительность к железу, проц./%	Средняя квадратическая погрешность %абс.
Прототип	13,6-32,5	2,28	1,64
Предлагаемый	13,6-32,5	2,73	1,22

Предлагаемый способ в сравнении с прототипом выгодно отличается повышенной чувствительностью и точностью в большом диапазоне изменения концентрации элемента, что существенно расширяет сферу его применения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ анализа состава вещества, основанный на его облучении гамма-излучением и регистрации рентгеновского флуоресцентного излучения определяемого элемента и рассеянного веществом гамма-излучения, **отличающийся** тем, что дополнительно на стандартных образцах вещества

со средним содержанием определяемого элемента находят оптимальную ширину окна ΔE_i в области рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, при которой достигается минимальная относительная статистическая погрешность измерений, выраженная в долях содержания определяемого элемента, оптимальную ширину окна ΔE_s в области рассеянного гамма-излучения выбирают из условия максимальной контрастности

интенсивности рассеянного гамма-излучения при единичном изменении концентрации определяемого элемента, а содержание элемента в веществе определяют по величине отношения интенсивности рентгеновского флуоресцентного излучения элемента, измеренной при найденной ширине окна ΔE_i к интенсивности рассеянного гамма-излучения, измеренной при выбранной ширине окна ΔE_s .