ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

НПО «ВСЕСОЮЗНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИХ И РАДИОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ» (НПО «ВНИИФТРИ»)

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ.

АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРЫ С ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ ДЕТЕКТОРАМИ.

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МИ 1798—87

Москва

1988

gost.e-ecolog.ru

УДК 539.1.074.089.6

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений. Альфа-спектрометры с полупроводниковыми детекторами.

Методика поверки
МИ 1798—87

Настоящая методика распространяется на альфа-спектрометры с полупроводниковыми детекторами (ППД) по ГОСТ 24657—81, предназначенные для измерения энергетического спектра альфа-частиц, и устанавливает методику их первичной и периодической поверок. Основная область применения альфа-спектрометров — идентификация альфа-активных нуклидов и определение их содержания в измеряемой пробе.

1. ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Средства поверки и их нормативно-технические характеристики	Обязательность проведения операции
1. Внешний осмотр	3.1	—	Перечисленные в таблице операции поверки проводятся при выпуске альфа-спектрометров, в процессе эксплуатации и хранения (раз в год), а также после ремонта спектрометров или их узлов. Поверку по п. 7 проводят в том случае, когда спектрометр используется для определения внешнего альфа-излучения или активности измеряемых проб
2. Опробование	3.2	Источник ^{239}Pu из комплекта образцовых спектрометрических альфа-источников (ОСАИ) по ТУ № 95 703—80 или генератор импульсов стабильной амплитуды типа NZ-635. Осциллограф типа С1—65А	
3. Определение интегральной нелинейности	3.3.1	Источник $^{233}U+^{239}Pu+^{238}Pu$ или неэманирующий источник ^{226}Ra из комплекта ОСАИ. Энергетическое разрешение источника (собственная ширина линии альфа-излучения *на половине высоты*) не более 20 кэВ	
4. Определение энергетического разрешения	3.3.2	Источник ^{239}Pu из комплекта ОСАИ. Энергетическое разрешение источника (собственная ширина линии альфа-из-	

Продолжение

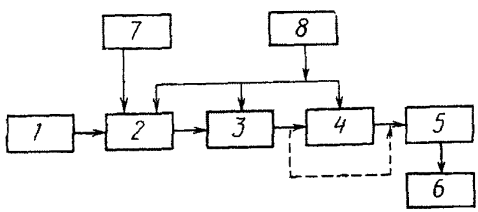
Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Средства поверки и их нормативно-технические характеристики	Обязательность проведения операции
		лучения на половине высоты) не более 10 кэВ. Источник $^{233}U+^{239}Pu+$ $+^{238}Pu$ из комплекта ОСАИ. Энергетическое разрешение источника (собственная ширина линии альфа-излучения на половине высоты) не более 20 кэВ. Пересчетный прибор ПСО2—4еМ. Генератор импульсов типа NZ-635	
5. Определение временной нестабильности	3.3.3	Источник $^{233}U+^{239}Pu+$ $+^{238}Pu$ или неэманирующий источник ^{226}Ra из комплекта ОСАИ. Энергетическое разрешение источника (собственная ширина линии альфа-излучения на половине высоты) не более 20 кэВ. Пересчетный прибор ПСО2—4еМ.	
6. Определение максимальной частотной загрузки	3.3.4	Источник ^{238}Pu из комплекта ОСАИ. Энергетическое разрешение источника (собственная ширина линии альфа-излучения на половине высоты) не более 20 кэВ. Генератор NZ-635. Пересчетный прибор ПСО2—4еМ.	
7. Определение эффективности регистрации	3.3.5	Источник ^{239}Pu из комплекта ОСАИ. Энергетическое разрешение источника (собственная ширина линии альфа-излучения на половине высоты) не более 20 кэВ. Пересчетный прибор ПСО2—4еМ.	

Примечание. Допускается применять другие средства измерения, аналогичные по параметрам и аттестованные в установленном порядке.

2. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

2.1. При проведении поверки должны соблюдаться нормальные условия, соответствующие ГОСТ 22261—82. Поверка проводится при давлении в камере блока детектирования не более 13,3 Н/м^2 (10^{-1} мм рт. ст.). Для аэрозольных спектрометров и спектрометров специального назначения допускается работа при нормальном давлении. При всех измерениях максимальная частотная загрузка не должна превышать 1000 импульсов в секунду.

Подготовку альфа-спектрометра к поверке и работу с ним, а также с используемыми при поверке образцовыми средствами измерения проводят в соответствии с инструкциями по их эксплуатации, «Основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП — 72—80» и инструкциями по работе на установках высокого напряжения. В том случае, если поверяемый альфа-спектрометр собран из отдельных серийно выпускаемых блоков, необходимо проверить правильность их соединения в соответствии со схемой, указанной на черт. 1.



1—блок детектирования; *2*—предусилитель; *3*—основной усилитель; *4*—усилитель—экспандер; *5*—многоканальный амплитудный анализатор; *6*—вывод информации (на цифропечать, перфоленту и т. п.); *7*—высоковольтный блок питания детектора; *8*—блоки питания электронной аппаратуры

Черт. 1

Проверяют наличие заземления всех блоков альфа-спектрометра.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

3.1. Внешний осмотр

При проведении внешнего осмотра должно быть установлено:

надежность крепления сетевых вилок;

наличие полного комплекта соединительных кабелей и их исправность;

наличие у счетчиков оборотов многооборотных потенциометров плавности хода и жесткой фиксации, отсутствие люфта и скручивания;

надежность крепления и фиксации переключателей;

наличие четких надписей у органов управления;
комплектность в соответствии с техническим описанием.

3.2. Опробование

Опробование альфа-спектрометра проводят после 30-минутного прогрева и последующей подачи рабочего напряжения на детектор (значение оптимального рабочего напряжения указано в паспорте детектора).

Опробование можно проводить как при помощи источника из комплекта ОСАИ, так и при помощи генератора импульсов стабильной амплитуды. В первом случае в блок детектирования предварительно устанавливают источник ^{239}Pu и проводят откачку воздуха. Затем регистрируют альфа-спектр, после чего проверяют возможность его перемещения на шкале анализатора при изменении коэффициента усиления усилителя или его расширения при помощи усилителя-экспандера. Во втором случае на входной разъем предусилителя «Вход генератора» подают импульсы с выхода генератора требуемой полярности, экспоненциальной формы и амплитудой около 100 мВ. Амплитуду контролируют по осциллографу типа С1—65А. Проверяют возможность усиления и экспандирования сигнала соответствующими органами управления. Органы управления усилителя и экспандера устанавливают в такие положения, чтобы амплитудный спектр от реперных импульсов регистрировался в нескольких каналах (полная ширина распределения по полувысоте максимума не менее 5 каналов). Набирают спектр с числом импульсов не менее 1000 в максимуме распределения. Амплитудное распределение должно иметь форму, близкую к симметричной.

Примечание. При опробовании спектрометра, собранного из отдельных блоков, необходимо следить за тем, чтобы амплитуда импульсов, поступающих на вход усилителя, экспандера и блока амплитудного преобразования анализатора импульсов, не превышала значений, указанных в технической документации на них. Значения амплитуд импульсов на выходе указанных блоков контролируют по осциллографу типа С1—65А или аналогичным по характеристикам.

3.3. Определение метрологических параметров

3.3.1. Для определения интегральной нелинейности используют спектрометрический источник $^{233}U+^{239}Pu+^{238}Pu$ из комплекта ОСАИ с энергетическим разрешением (собственной шириной линии альфа-излучения на половине высоты) не более 20 кэВ. Ручки управления усилителя и экспандера устанавливают в положения, обеспечивающие регистрацию максимума амплитудного распределения от альфа-частиц в конце шкалы анализатора, при этом ширина распределения на полувысоте должна быть не менее 5 каналов.

Проводят набор спектра в течение 10—30 мин. При этом число отсчетов в максимуме каждого интенсивного пика должно быть не менее $5 \cdot 10^3$. Определяют положения максимумов амплитудных распределений наиболее интенсивных групп альфа-частиц $^{233}U(n_1)$,

$^{239}Pu(n_2)$ и $^{238}Pu(n_3)$ на шкале анализатора. Положение максимума амплитудного распределения при ручной обработке спектра определяют каналом анализатора, содержащим максимальное число отсчетов. В том случае, когда максимальное и приблизительно одинаковое число отсчетов имеют 2—3 соседних канала, максимум амплитудного распределения определяют как среднее положение между ними.

Зависимость номеров канала анализатора от паспортных значений энергии альфа-частиц $E_п$ (характеристика преобразования спектрометра) представляют в виде прямой линии:

$$n=A+BE_п, \tag{1}$$

где A и B — коэффициенты, которые рассчитывают по методу наименьших квадратов (п. 4).

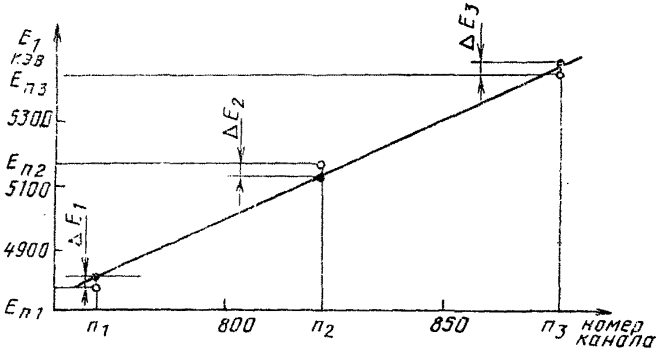
Уравнение (1) представляется в виде

$$E_п=C+Kn, \tag{2}$$

где $C=-A/B$;

$K=1/B$ (ширина канала анализатора, кэВ/канал).

Подставляя в формулу (2) последовательно номера каналов n_1, n_2, n_3, определяют энергии E_1, E_2, E_3, соответствующие этим координатам на линейной характеристике, указанной на черт. 2.



Черт. 2

Определяют разности $\Delta E_1=E_1-E_{п1}$, $\Delta E_2=E_2-E_{п2}$, $\Delta E_3=E_3-E_{п3}$ в кэВ и выбирают максимальное из этих значений ΔE_{max}. Интегральная нелинейность (*ИНЛ*), кэВ, в данном энергетическом диапазоне равна:

$$ИНЛ=\pm\sqrt{\Delta E^2_{max}+(0{,}5\cdot K)^2+\Delta E^2_п}\ , \tag{3}$$

где 0,5 — коэффициент, учитывающий неопределенность положения максимума амплитудного распределения при ручной обработке спектра, связанный с дискретностью шкалы анализатора;

$E_п$ — погрешность определения значения энергии (из паспорта на ОСАИ).

Значение ($ИНЛ_{отн}$), %, определяют по формуле

$$ИНЛ_{отн} = \pm \frac{ИНЛ}{E_{п(^{238}Pu)}} \cdot 100. \quad (4)$$

Аналогично определяют интегральную нелинейность неэманирующим источником ^{226}Ra. При этом используют альфа-частицы с табличными значениями энергий 4784, 5304, 5489, 6002, 7687 кэВ (приложение 8). Протокол измерений оформляют по форме приложения 2.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если значение $ИНЛ$, $ИНЛ_{отн}$ не превышает значений, указанных в технических условиях на спектрометр, а для спектрометров, собранных из отдельных серийно выпускаемых блоков, — значений, указанных в приложении 1.

3.3.2. При определении энергетического разрешения проводят предварительное измерение энергетической ширины канала анализатора K. Для этого источник $^{233}U+^{239}Pu+^{238}Pu$ из комплекта ОСАИ устанавливают в блок детектирования и после установления рабочего режима регистрируют альфа-спектр за время, обеспечивающее набор в максимуме спектра каждого нуклида не менее $2 \cdot 10^3$ импульсов. При этом органы усиления спектрометра должны быть установлены таким образом, чтобы ширина амплитудного распределения на полувысоте была не менее 5 каналов. Определяют положения максимумов амплитудных распределений от наиболее интенсивных групп альфа-частиц ^{233}U и ^{238}Pu (n_1 и n_3). Значение (K) определяют по формуле (2). Допускается также определять (K) по формуле

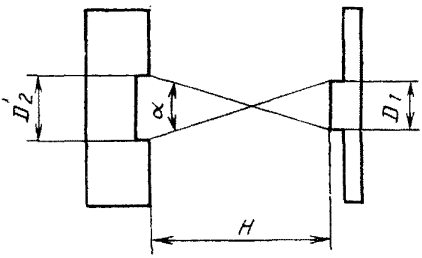
$$K = \frac{E_{п3} - E_{п1}}{n_3 - n_1}, \quad (5)$$

где $E_{п1}$ и $E_{п3}$ — энергии наиболее интенсивных групп альфа-частиц, испускаемых ^{233}U и ^{238}Pu (из паспорта на ОСАИ).

Разъем предусилителя «вход генератора» соединяют с выходным разъемом генератора, устанавливают соответствующую полярность импульсов генератора, форму импульсов — прямоугольную, а амплитуду такой, чтобы спектр от импульсов генератора находился между пиками ^{239}Pu и ^{238}Pu.

Затем, не меняя положений органов управления, в блок детектирования устанавливают источник ^{239}Pu из комплекта ОСАИ. Собственное разрешение источника должно быть не более 10 кэВ. Расстояние H от источника до детектора выбирают таким образом (черт. 3), чтобы значение плоского угла α, ограниченного диаметрами активного пятна источника D_1 и чувствительной поверхности детектора D_2, не превышало 60°, т. е. выполнялось условие

$$H \geqslant \frac{D_1 + D_2}{2 \operatorname{tg} \alpha/2} = \frac{D_1 + D_2}{1{,}15}. \quad (6)$$

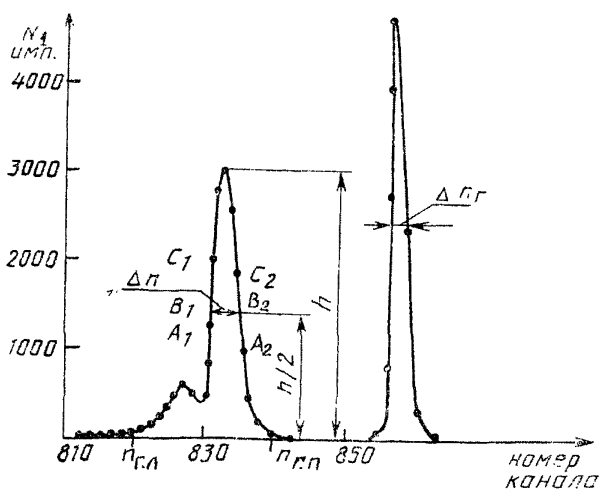


Черт. 3

К выходу блока усилителя подключают пересчетный прибор ПСО2—4еМ и определяют, что частотная загрузка от источника и генератора не превышает $1 \cdot 10^3$ имп/с. При более высокой загрузке увеличивают расстояние источник-детектор.

Пересчетный прибор отключают и производят набор спектра альфа-частиц от источника ^{239}Pu и импульсов генератора. Число импульсов в максимуме спектра альфа-частиц должно быть не менее $2 \cdot 10^3$.

При ручной обработке спектра на высоте, равной половине максимума пика, проводят горизонтальную линию, пересекающую аппаратурный спектр альфа-излучения (черт. 4). Участки аппаратурного спектра между двумя точками, через которые проходит горизонтальная линия, аппроксимируют прямыми линиями. Ширину пика на полувысоте (Δn) в каналах определяют по формуле



Черт. 4

$$\Delta n = \Sigma n_i + \frac{B_1 C_1}{A_1 C_1} + \frac{B_2 C_2}{A_2 C_2}, \qquad (7)$$

где Σn_i — сумма целого числа каналов на полувысоте;

$\frac{B_1 C_1}{A_1 C_1}$ и $\frac{B_2 C_2}{A_2 C_2}$ — доли каналов слева и справа от максимума пика, находящиеся над горизонтальной линией. Энергетическое разрешение (η), кэВ, рассчитывают по формуле

$$\eta = \Delta n \cdot K. \qquad (8)$$

Погрешность определения энергетического разрешения (σ_η) рассчитывают по формуле

$$\sigma_\eta = \pm \sqrt{K^2 \cdot \sigma^2_{\Delta n} + \left(\frac{\Delta n}{n_3 - n_1}\right)^2 \cdot \sigma^2_{\Delta E} + \left[\frac{\Delta n \Delta E}{(n_3 - n_1)^2}\right]^2 \cdot \sigma^2_{(n_3 - n_1)}}, \qquad (9)$$

где $\Delta E = (E_{n3} - E_{n1})$, кэВ;

$\sigma_{\Delta n}$ — погрешность определения ширины пика на полувысоте, каналы;

$\sigma_{\Delta E}$ — погрешность определения ΔE, кэВ;

$\sigma_{(n_3 - n_1)}$ — погрешность определения разности положений максимумов пиков, соответствующих энергии E_3 и E_1, каналы.

При ручной обработке спектра рекомендуют использовать значения $\sigma_{\Delta n} = 0{,}5$ канала; $\sigma_{\Delta E}$ — рассчитывают по соотношению $\sigma_{\Delta E} = \sqrt{\sigma^2_{E_3} + \sigma^2_{E_1}}$ (σ_{E_3} и σ_{E_1} из паспорта на ОСАИ); $\sigma_{(n_3 - n_1)}$ — 0,7 канала.

Протокол измерения η оформляют в соответствии с приложением 3.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если энергетическое разрешение соответствует значениям, указанным в технических условиях на спектрометр, при этом спектр импульсов генератора должен иметь симметричную форму. Для спектрометров, не имеющих технических условий, разрешение должно соответствовать значениям, указанным в приложении 1.

3.3.3. Определение временной нестабильности проводят при помощи источника $^{233}U + ^{239}Pu + ^{238}Pu$ из комплекта ОСАИ. Ручки управления усилителя и экспандера устанавливают в такие положения, чтобы обеспечить регистрацию спектра альфа-частиц ^{238}Pu в конце выбранного рабочего диапазона. Положения органов управления фиксируют.

На выходе блока усилителя подключают пересчетный прибор, а источник-детектор устанавливают на такое расстояние, при котором частота импульсов, поступающих на пересчетный прибор, не превышает 10^3 имп/с. Отключают пересчетный прибор и набирают спектр альфа-частиц. Число импульсов в каждом максимуме спектра должно быть не менее $2 \cdot 10^3$. Определяют положения максимумов распределений от основных групп альфа-частиц источника на шкале анализатора. Информацию сбрасывают и проводят

следующее измерение через 40—50 мин. Проводят 10 аналогичных измерений в течение 8 ч. Рассчитывают среднее положение каждого максимума и среднее квадратическое отклонение от него по формулам:

$$\overline{n}_1 = \frac{\Sigma n_{1i}}{10}; \qquad \overline{n}_2 = \frac{\Sigma n_{2i}}{10}; \qquad \overline{n}_3 = \frac{\Sigma n_{3i}}{10}; \tag{10}$$

$$\sigma_1 = \sqrt{\frac{\Sigma(\overline{n}_1 - n_{1i})^2}{9}}; \quad \sigma_2 = \sqrt{\frac{\Sigma(\overline{n}_2 - n_{2i})^2}{9}}; \quad \sigma_3 = \sqrt{\frac{\Sigma(\overline{n}_3 - n_{3i})^2}{9}}, \tag{11}$$

где n_1, n_2, n_3 — положения на шкале анализатора максимумов пиков от интенсивных альфа-линий ^{233}U, ^{239}Pu, ^{238}Pu соответственно в каждом измерении, каналы;

$\overline{n}_1$, $\overline{n}_2$, $\overline{n}_3$ — средние положения максимумов интенсивных альфа-линий ^{233}U, ^{239}Pu, ^{238}Pu соответственно, каналы;

σ_1, σ_2, σ_3 — средние квадратические отклонения ряда измерений положений максимумов интенсивных альфа-линий ^{233}U, ^{239}Pu, ^{238}Pu соответственно, каналы.

Выбирают максимальное из σ_1, σ_2, σ_3 значений σ_{max}.

Временную нестабильность (D_t), кэВ, определяют из уравнения

$$D_t = \pm(\sigma_{max} + \delta) \cdot \overline{K} \tag{12}$$

или в процентах из уравнения

$$D_{t\,отн} = \pm \frac{D_t}{E_{пз}} \cdot 100, \tag{13}$$

где σ_{max} — максимальное из средних квадратических отклонений максимума, каналы;

δ — погрешность, связанная с дискретностью ширины канала и равная 0,5 канала (вводится при ручной обработке результатов измерений положения максимума амплитудного распределения);

$E_{пз}$ — энергия интенсивной альфа-линии ^{238}Pu (из паспорта на ОСАИ), кэВ;

K — среднее значение энергетической цены канала анализатора, кэВ/канал, определенное по результатам измерений всех значений K_i

$$\overline{K} = \frac{\Sigma K_i}{10}. \tag{14}$$

Протокол измерения D_t, $D_{t\,отн}$ оформляют в соответствии с приложением 4.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если D_t, $D_{t\,отн}$ не превышают значений технических условий на спектрометр, а для спектрометров, не имеющих технических условий, — значений, указанных в приложении 1.

3.3.4. При определении максимальной загрузки предварительно находят энергетическую цену канала анализатора спектрометрическим источником $^{233}U+^{239}Pu+^{238}Pu$ (п. 3.3.2).

Затем в блок детектирования устанавливают спектрометрический источник ^{238}Pu из набора ОСАИ, а выход генератора соединяют с разъемом предусилителя «вход генератора». Устанавливают соответствующую полярность импульсов генератора, а форму — экспоненциальной ().

Максимум амплитудного спектра импульсов генератора должен превышать максимум альфа-спектра на 100—150 кэВ. Выход экспандера (усилителя) соединяют со входом пересчетного устройства. Расстояние источник-детектор устанавливают таким, чтобы суммарное число импульсов, регистрируемых от источника и генератора, было 10^3 имп/с. Выход экспандера (усилителя) соединяют с анализатором и регистрируют спектр в течение 5—10 мин. Определяют положение максимума амплитудного распределения импульсов генератора $n_{1г}$ в каналах и его энергетическое разрешение $\eta_{1г}$, (кэВ).

Изменяя расстояние источник-детектор, устанавливают загрузку, равную $1 \cdot 10^4$ имп/с (контроль за уровнем загрузки осуществляется пересчетным прибором). Регистрируют спектр при данной загрузке и вновь определяют положение максимума распределения амплитуд импульсов генератора $n_{2г}$ и его разрешение $\eta_{2г}$.

Определяют разности

$$\Delta n_г = (n_{2г} - n_{1г}), \quad (15)$$

$$\Delta \eta_г = (\eta_{2г} - \eta_{1г}). \quad (16)$$

Протокол измерения $\Delta n_г$ и $\Delta \eta_г$ оформляют в соответствии с приложением 5.

Полученные значения $\Delta n_г$ и $\Delta \eta_г$ не должны превышать значений, указанных в технических условиях на спектрометр.

3.3.5. При определении эффективности регистрации для заданных геометрических условий в блок детектирования устанавливают источник ^{239}Pu из набора ОСАИ (черт. 3). При помощи пересчетного прибора определяют частотную загрузку, которая не должна превышать 10^3 имп/с. Если загрузка превышает это значение, расстояние источник-детектор должно быть увеличено. После окончательного выбора расстояния между детектором и источником, они должны быть зафиксированы. Проводят набор альфа-спектра ^{239}Pu за время, в течение которого в максимуме спектра набирается не менее $2 \cdot 10^3$ импульсов. После окончания измерений подсчитывают число импульсов N_{Σ_i}, зарегистрированных в пределах альфа-спектра. Для этого определяют границы альфа-спектра. Правой (высокоэнергетической) границей спектра $n_{г.п}$ является канал, где альфа-спектр становится сравним с фоновым распределением. Левая (низкоэнергетическая) граница спектра про-

ходит через канал $n_{г.л}$, отстоящий от максимума пика альфа-частиц с табличной энергией 5105,9 кэВ на $2\Delta n$ каналов, где Δn — разрешение спектрометра в каналах. Если разрешение спектрометра недостаточно для выделения этого пика из спектра, левую границу определяют расстоянием в $\left(\frac{51}{K}+2\Delta n\right)$ каналов от максимума пика наиболее интенсивной линии альфа-спектра с табличной энергией 5156,7 кэВ (черт. 4). Проводят 10 измерений.

Значение эффективности регистрации (ε_i), полученное в каждом измерении, рассчитывают по формуле

$$\varepsilon_i = \frac{N_{\Sigma_i}}{N_\alpha t}, \qquad (17)$$

где N_α — внешнее альфа-излучение (поток альфа-частиц), испускаемое источником в угол 2π (из паспорта на ОСАИ с учетом периода полураспада);

t — время набора спектра, секунды.

Среднее значение эффективности регистрации рассчитывают по формуле

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\Sigma\varepsilon_i}{10}. \qquad (18)$$

Погрешность определения $\bar{\varepsilon}$ находят следующим образом. Определяют среднее квадратическое отклонение результата измерений $S_{\bar{\varepsilon}}$:

$$S_{\bar{\varepsilon}} = \sqrt{\frac{\Sigma(\varepsilon_i - \bar{\varepsilon})^2}{90}} \qquad (19)$$

и относительную среднюю квадратическую погрешность $\delta_{\bar{\varepsilon}}$ в процентах

$$\delta_{\bar{\varepsilon}} = \frac{S_{\bar{\varepsilon}}}{\bar{\varepsilon}} \cdot 100. \qquad (20)$$

Общую погрешность определения эффективности $S_{\Sigma(\bar{\varepsilon})}$ вычисляют по формуле

$$S_{\Sigma(\bar{\varepsilon})} = t_g \delta_{\bar{\varepsilon}} + \frac{\Delta N_\alpha}{N_\alpha} \cdot 100 + \delta_н, \qquad (21)$$

где t_g — коэффициент Стьюдента (для 10 измерений и доверительной вероятности $P=0{,}99$ t_g равен 3,25);

ΔN_α — абсолютная погрешность внешнего альфа-излучения (из паспорта на ОСАИ);

$\delta_н$ — дополнительная погрешность, вызванная неравномерностью распределения радиоактивного слоя в образцовом источнике. Для геометрии измерений, соответствующей черт. 3, и для детекторов площадью, чувствительной поверхности 50 мм^2 и более, $\delta_н$ равно 3 % (для образцовых источников с неравномерностью рас-

пределения активного слоя до 100 %) и 15 % (для случая, когда в паспорте на ОСАИ отсутствуют сведения о неравномерности активного слоя).

Протокол измерения $\bar{\varepsilon}$ и $S_{\Sigma(\bar{\varepsilon})}$ оформляют в соответствии с приложением 6.

Результаты поверки считают удовлетворительными, если $S_{\Sigma(\bar{\varepsilon})}$ не превышает значений технических условий на спектрометр, а при отсутствии технических условий — значения, указанного в приложении 1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ НАБЛЮДЕНИЙ

Построение линейной характеристики $n=f(E)$ для последующего определения интегральной нелинейности проводят методом наименьших квадратов, суть которого заключается в следующем. Линейную амплитудную характеристику спектрометра представляют в виде прямой линии:

$$n=A+BE, \tag{22}$$

где n — номер канала анализатора;

E — соответствующая этому каналу энергия альфа-частиц, кэВ;

A и B — коэффициенты.

Уравнение прямой должно удовлетворять условию: сумма квадратов отклонений экспериментальных точек от линейной характеристики должна быть минимальной, т. е.

$$\Sigma(\Delta E_i)^2=\min. \tag{23}$$

При таком условии определение коэффициентов A и B сводится к решению системы двух уравнений с двумя неизвестными:

$$\begin{cases} A\Sigma W_i + B\Sigma W_i E_{ni}=\Sigma W_i n_i \\ A\Sigma W_i E_{ni}+B\Sigma W_i E_{ni}^2=\Sigma W_i E_{ni} n_i \end{cases}, \tag{24}$$

где W_i — вес результатов измерения положения i-го максимума альфа-спектра источника $^{233}U+^{239}Pu+^{238}Pu$. Поскольку положение максимума альфа-спектра каждого нуклида, входящего в источник, измеряют с одинаковой погрешностью, $W_1=W_2=W_3=1$.

Пример. Максимумы энергетического распределения альфа-частиц источника $^{233}U+^{239}Pu+^{238}Pu$ зарегистрированы в 769, 822, 878-м каналах анализатора. Паспортные значения энергий альфа-частиц, соответствующие этим максимумам, равны 4819, 5150 и 5493 кэВ.

Составляют таблицу по форме

E_{ni}	n_i	W_i	$W_i E_{ni}$	$W_i n_i$	$W_i E_{ni}^2$	$W_i E_{ni} n_i$
4819	769	1	4819	769	23222761	3705811
5150	822	1	5150	822	26522500	4233300
5493	878	1	5493	8788	30173049	4822854

Полученные значения подставляют в уравнение (24):

$$\begin{cases} A \cdot 3 + B \cdot 15462 = 2469 \\ A \cdot 15462 + B \cdot 79918310 = 12761965, \end{cases}$$

откуда $A = -10{,}56$; $B = 0{,}1617$.

Подставляя значения A и B в уравнение (22), получают уравнение линейной характеристики

$$n = 0{,}1617E - 10{,}56$$

которое затем преобразуют в следующий вид:

$$E = (6{,}18n + 65{,}31).$$

Подставляя в него последовательно значения n_i (769, 822, 878 канал), получают значения энергии E_1—E_3 (кэВ)

$$E_1 = 4820{,}1; \qquad E_2 = 5147{,}8; \qquad E_3 = 5494{,}1.$$

Отклонения от паспортных значений энергий, кэВ, составляют:

$$\Delta E_1 = 4819 - 4820{,}1 = -1{,}1,$$

$$\Delta E_2 = 5150 - 5147{,}8 = 2{,}2,$$

$$\Delta E_3 = 5493 - 5494{,}1 = -1{,}1.$$

Отсюда $\Delta E_{max} = \Delta E_2$.

Абсолютное значение интегральной нелинейности, кэВ, определяют по формуле (3)

$$ИНЛ = \pm\sqrt{\Delta E_{max}^2 + (0{,}5K)^2 + \Delta E_п^2}\,.$$

Значение K, кэВ/канал, определяют по формуле (5)

$$K = \frac{E_{п3} - E_{п1}}{n_3 - n_1} = \frac{5493 - 4319}{878 - 769} = 6{,}2.$$

Таким образом получают абсолютное значение ($ИНЛ$), кэВ

$$ИНЛ = \pm\sqrt{(2{,}2)^2 + (0{,}5 \cdot 6{,}2)^2 + 6^2} = 7{,}1\,.$$

Значение ($ИНЛ_{отн}$), %, равно

$$ИНЛ_{отн} = \frac{ИНЛ}{E_п(^{238}Pu)} \cdot 100 = \frac{7{,}1}{5493} \cdot 100 = 0{,}13\,.$$

5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1. Результаты государственной первичной (периодической) поверок оформляют выдачей свидетельства установленной формы, которое заполняется в соответствии с приложением 7.

5.2. Результаты ведомственной поверки оформляют в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

5.3. Альфа-спектрометры, не удовлетворяющие требованиям настоящих методических указаний, к выпуску и применению не допускают и на них выдают извещение о непригодности с указанием причин.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

Требования, предъявляемые к альфа-спектрометру с полупроводниковым детектором при поверке, предусмотренной настоящими методами поверки

Наименование нормируемого параметра	Допускаемое значение нормируемого параметра
1. Интегральная нелинейность	*ИНЛ* $\leqslant \pm 15$ кэВ (в энергетическом диапазоне до 5,5 МэВ); *ИНЛ* $\leqslant \pm 20$ кэВ (в энергетическом диапазоне 7,7 МэВ)
2. Энергетическое разрешение	$\leqslant 30$ кэВ (для детекторов площадью чувствительной поверхности) до 25 мм^2 включительно; $\leqslant 40$ кэВ (для детекторов площадью чувствительной поверхности 50 мм^2); $\leqslant 50$ кэВ (для детекторов площадью чувствительной поверхности 100 и 125 мм^2)
3. Временная нестабильность за 8 ч работы	± 10 кэВ (в энергетическом диапазоне до 5,5 МэВ) ± 15 кэВ (в диапазоне до 7,7 МэВ)
4. Погрешность эффективности регистрации	± 30 %

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ФОРМА ПРОТОКОЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

ИНЛ

n_1= _____канал; n_2= _____канал; n_3= _____канал;

$$K=\frac{E_{п3}-E_{п1}}{n_3-n_1}\ \text{кэВ/канал};$$

$$\begin{cases}3A+B\Sigma_{n_i}=\Sigma n_i\\ A\Sigma E_{п i}+B\Sigma E_{п i}^2=\Sigma E_{п i} n_i\end{cases}$$

$$\Sigma n_i=n_1+n_2+n_3;$$

$$\Sigma E_i n_i=E_{п1}n_1+E_{п2}n_2+E_{п3}n_3;$$

A= _____; B= _____.

Уравнение линейной характеристики

$$E=\frac{1}{B}n-\frac{A}{B}.$$

При $n=n_1$ $E=E_1$;

$n=n_2$ $E=E_2$;

$n=n_3$ $E=E_3$.

$\Delta E_1=(E_{п1}-E_1)$ кэВ;

$\Delta E_2=(E_{п2}-E_2)$ кэВ;

$\Delta E_3=(E_{п3}-E_3)$ кэВ.

$$ИНЛ=\pm\sqrt{\Delta E_{max}^2+(0{,}5\cdot K)^2+(\Delta E_п)^2}\ ;$$

$$ИНЛ_{отн}=\frac{ИНЛ}{E_п(^{238}\text{Pu})}\cdot 100.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ФОРМА ПРОТОКОЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

n_1= _____канал; n_2= _____канал; n_3= _____канал;

K= _____кэВ/канала;

Δn= _____канал; Δn_Γ= _____канал;

η=кэВ;

η_Γ=кэВ;

σ_η =кэВ.

Разрешение измерено по образцовому источнику ^{239}Pu №_____.
Число импульсов в максимуме спектра: _____имп.
Рабочее напряжение детектора: _____В.
Расстояние источник-детектор: _____см.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Рекомендуемое

ФОРМА ПРОТОКОЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ НЕСТАБИЛЬНОСТИ

Время, мин	Канал			K, кэВ/канал
	n_1	n_2	n_3	
1				
2				
3				
...				
9				
10				

Примечание. n_1, n_2, n_3 — положения максимумов альфа-спектров ^{233}U, ^{239}Pu, ^{238}Pu соответственно на шкале анализатора.

σ_1=± _____канал; σ_2=± _____канал; σ_3=± _____канал;

K= _____кэВ/канал;

$$D_t=(\sigma_{max}+0{,}5)K \text{ кэВ};$$

$$D_{t\text{отн}}=\frac{D_t}{E_\text{п}(^{238}\text{Pu})}\cdot 100.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Рекомендуемое

ФОРМА ПРОТОКОЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ МАКСИМАЛЬНОЙ ЗАГРУЗКИ

n_1= _____канал; n_2= _____ канал; n_3= _____канал.

$$K=\frac{E_{п3}-E_{п1}}{n_3-n_1}\ \text{кэВ/канал}.$$

Загрузка 1= _____ имп/с; $\eta_{1г}$= _____ кэВ; $n_{1г}$= _____канал;

Загрузка 2= _____имп/с; $\eta_{2г}$= _____кэВ; $n_{2г}$= _____канал;

$$\Delta\eta_г=(\eta_{2г}-\eta_{1г})\ \text{кэВ};$$

$$\Delta n_г=(n_{2г}-n_{1г})\ \text{канал}.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 6
Рекомендуемое

ФОРМА ПРОТОКОЛА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ РЕГИСТРАЦИИ

Источник: ^{239}Pu из набора ОСАИ № _____

Внешнее альфа-излучение (поток альфа-частиц) в угол 2π (из паспорта) _____

Расстояние источник-детектор: _____мм.

	1	2		10
N_{Σ_i}				
ε_i				

$$\varepsilon_i=\frac{N_{\Sigma_i}}{N_\alpha\cdot t}=; \qquad \bar{\varepsilon}=\frac{\Sigma\varepsilon_i}{10}=;$$

$$S_{\bar{\varepsilon}}=\sqrt{\frac{\Sigma(\varepsilon_i-\bar{\varepsilon})^2}{90}}; \qquad \delta_{\bar{\varepsilon}}=\frac{S_{\bar{\varepsilon}}}{\bar{\varepsilon}}\cdot 100;$$

$$S_{\Sigma(\varepsilon)}=3{,}25\delta_{\bar{\varepsilon}}+\frac{\Delta N_\alpha}{N_\alpha}\cdot 100+\delta_н=.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 7
Рекомендуемое

ФОРМА ОБОРОТНОЙ СТОРОНЫ СВИДЕТЕЛЬСТВА

1. Тип спектрометра _____ Заводской номер _____

2. Дополнительные сведения о спектрометре (в этой графе приводятся тип и заводской номер полупроводникового детектора, а для спектрометра, не имеющего паспорта, также и перечень входящих в его состав блоков с указанием их заводских номеров).

3. Результаты метрологической аттестации.

3.1. Энергетическое разрешение _____ кэВ (по ^{239}Pu)

3.2. Интегральная нелинейность _____ кэВ (%)
в рабочем диапазоне _____ кэВ

3.3. Временная нестабильность: _____ кэВ (%)
в рабочем диапазоне _____ кэВ

3.4. Эффективность регистрации и ее погрешность
при расстоянии источник-детектор _____

На основании результатов метрологической аттестации альфа-спектрометр признан годным к эксплуатации в качестве образцового (рабочего) средства измерений.

Срок действия свидетельства: _____

Госповеритель

Дата проведения аттестации

ПРИЛОЖЕНИЕ 8
Обязательное

Таблица стандартных справочных данных по энергии E_0, абсолютной интенсивности альфа-излучения $I_{абс}$ и периоду полураспада $T_{1/2}$ нуклидов, входящих в состав ОСАИ (ГССД 103—87)

Нуклид	Энергия E_0, кэВ	Период полураспада $T_{1/2}$	Абсолютная интенсивность $I_{абс}$, % на распад	Альфа-линии, используемые при поверке спектрометра
1. ^{233}U	4824,4±1,2 4782,7±1,2	(1,593±0,003) 10^5 лет	82,7±0,6 14,9±0,4	+
2. ^{239}Pu	5156,7±0,2 5143,9±0,2 5105,9±0,2	(2,410±0,04) 10^4 лет	73,0±0,8 15,0±0,4 11,9±0,4	+
3. ^{238}Pu	5499,1±0,2 5456,3±0,3	87,74±0,10 лет	70,9±0,2 29,0±0,2	+
4. ^{226}Ra* (неэманирующий)		(1,60±0,02) 10^3 лет		+
^{226}Ra	4784,4±0,3 4601,7±0,5		94,4±0,02 5,6±0,4	+
^{222}Rn	5489,5±0,3		100	+
^{218}Po (RaA)	6002,40±0,09		100	+
^{214}Po (RaC′)	7686,90±0,06		100	+
^{210}Po (RaF)	5304,38±0,07		100	+

* Равновесие ^{226}Ra с дочерними продуктами наступает через 30 сут после изготовления неэманирующего источника.

Погрешность значений E_0 дана для доверительной вероятности $P=0,68$; $I_{абс}$ и $T_{1/2}$ — для $P=0,95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНЫ НПО «ВНИИФТРИ»

ИСПОЛНИТЕЛИ

Э. К. Степанов, канд. техн. наук (руководитель темы);
С. Г. Голова; А. Г. Трухачева

ПОДГОТОВЛЕНЫ К УТВЕРЖДЕНИЮ Сектором научно-методических основ стандартизации и координации работ по метрологическому обеспечению.

Начальник сектора **Б. Н. Крупин**
Инженер **О. В. Знаткова**

УТВЕРЖДЕНЫ НПО «ВНИИФТРИ» 10.11.87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ. АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРЫ С ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ ДЕТЕКТОРАМИ. МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МИ 1798—87

Редактор *М. В. Глушкова*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 15.07.88 Подп. в печ. 05.09.88 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага типографская № 2 Гарнитура литературная Печать высокая 1,5 усл. п. л. 1,5 усл. кр.-отт. 1.15 уч.-изд. л. Тир. 2500 Зак. 1574 . Изд. № 10240/4

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1574

gost.e-ecolog.ru