# РАЗРАБОТКА СПЕКТРОМЕТРА ЭНЕРГИЙ АЛЬФА-ИЗЛУЧЕНИЯ НА БАЗЕ 8-МИ ПОЗИЦИОННОЙ ЦИЛИНДРИЧЕСКОЙ ИМПУЛЬСНОЙ ИОНИЗАЦИОННОЙ КАМЕРЫ С СЕТКОЙ

### А.В. Сапрыгин<sup>1,2</sup>, В.Ю. Овчинников<sup>1</sup>, М.С. Соколов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Открытое акционерное общество «Уральский электрохимический комбинат» 624130, г. Новоуральск Свердловской обл., ул. Дзержинского, 2 <u>czl@ueip.ru</u> <sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19

#### Поступила в редакцию 18 апреля 2011 г.

В статье приведены результаты разработки спектрометра энергий альфа-излучения на базе восьмипозиционной импульсной ионизационной камеры с сеткой для измерения низких уровней содержания урана-232 (от 1·10<sup>-10</sup> % мас.) в сырьевом и низкообогащенном гексафториде урана (ГФУ).

Сформулированы требования к метрологическим характеристикам прибора, выбраны геометрические размеры и разработана конструкция ионизационной камеры.

*Ключевые слова*: спектрометр альфа-излучения, многопозиционная цилиндрическая ионизационная камера, уран-232, гексафторид урана.

Сапрыгин Александр Викторович – профессор, д.т.н., начальник Центральной заводской лаборатории ОАО «УЭХК».

Область научных интересов: организация систем аналитического контроля при производстве обогащенного урана для атомной энергетики, физические и химические методы анализа урановых материалов.

Автор/соавтор более 100 публикаций.

Овчинников Валерий Юрьевич – начальник химико-аналитической лаборатории ЦЗЛ ОАО «УЭХК».

Область научных интересов: радиометрические методы анализа, аналитические методы контроля производства обогащенного гексафторида урана.

Автор/соавтор более 20 публикаций.

Соколов Михаил Станиславович – инженер ЦЗЛ ОАО «УЭХК».

Область научных интересов: радиометрические методы анализа, аналитические методы контроля производства обогащенного гексафторида урана, конструирование спектрометрических детекторов ионизационного излучения.

Автор/соавтор 3 публикаций.

Все международные спецификации, определяющие качество гексафторида урана (**ГФУ**), используемого в атомной энергетике, содержат ограничение на допустимое содержание урана-232. Так, по требованиям спецификации Американского Общества по материалам и испытаниям (**ASTM**) С787 [1] на коммерческий природный ГФУ, массовая доля урана-232 в нем не должна превышать 0.00001 мкг/г U или 10·10<sup>-10</sup> %, а по требованиям спецификации ASTM С996 [2] на гексафторид урана, обогащенный по урану-235 до 5.0 % масс, массовая доля урана-232 не должна превышать 0.0001 мкг/г U или 100·10<sup>-10</sup> %.

Поэтому при контроле технологического процесса получения обогащенного урана на разделительных заводах Уральского Электрохимического комбината (**ОАО «УЭХК»**) выполняется большой объем измерений уровней содержания радиоактивных примесей, в частности урана-232 и плутония, в ГФУ альфа-спектрометрическими методами [3]. Для регистрации спектров альфа-излучения счетных образцов в этих методиках используются альфа-спектрометры на базе импульсных ионизационных камер с сеткой разработанных в Центральной заводской лаборатории (ЦЗЛ) ОАО «УЭХК» [4, 5].

Кроме этого, на ОАО «УЭХК» для контроля технологического процесса переработки высокообогащенного оружейного урана (**BOY**) в низкообогащенный уран (**HOY**) для атомной энергетики по контракту с фирмой «USEC», США (контракт BOУ-HOУ) потребовалась разработка целого комплекса аналитических методик контроля содержания урана-232 в различных урановых материалах (октаоксиде триурана ВОУ, гексафториде ВОУ, низкообогащенном уране, природном и отвальном ГФУ, используемых для наработки НОУразбавителя) в диапазоне значений массовой доли урана-232 от 2·10<sup>-10</sup> % до 5·10<sup>-7</sup> %.

Однако, хотя метрологические характеристики альфа-спектрометров с импульсными ионизационными камерами (**ИК**) полностью удовлетворяют требованиям МВИ при определении содержания урана-232 и других радиоактивных примесей, как в урановых материалах, так и в объектах окружающей среды, они имеют существенный недостаток – низкую производительность измерений, т.к. одновременно может регистрироваться спектр альфаизлучения только одной пробы.

Поэтому в ЦЗЛ УЭХК были проведены исследования, направленные на повышение производительности альфа-спектрометрических измерений, по двум направлениям: разработка многовходовых альфа-спектрометров, позволяющих проводить регистрацию спектров альфаизлучения счетных образцов одновременно от нескольких ионизационных камер [6] и разработка альфа-спектрометров на базе многопозиционных ионизационных камер. В итоге было разработано несколько оригинальных конструкций альфа-спектрометров с многопозиционными ионизационными камерами с сеткой (МИК), защищенных авторскими свидетельствами и патентами РФ [7-11] и позволяющих проводить одновременную регистрацию спектров альфаизлучения от нескольких счетных образцов в одной ионизационной камере.

# Принцип работы многопозиционной импульсной ионизационной камеры с сеткой плоскопараллельной геометрии

Упрощенная схема МИК приведена на рис. 1 [9, 12].



Рис. 1. Схема спектрометрической многоканальной импульсной камеры с сеткой: 1 – корпус ионизационной камеры; 2 – анод; 3 – сетка; (4-7) - катоды; 8 – счетные образцы; 9 – границы области ионизации; 10 – линии напряженности электрического поля

Известно, что дрейф электронов в электрическом поле ИК (10) осуществляется за счет электростатической энергии электродов, создающих это поле. Поэтому, если пробег альфачастиц (9), вылетевших из одного из катодов (4-7) полностью охватывается создаваемым им электрическим полем (10), то электрические сигналы будут индуцироваться только на аноде (2) и этом катоде (например, 4). На других катодах (5, 6 и 7) электрические сигналы при этом возникать не будут. Эти сигналы имеют определенные временные соотношения. Появление сигнала на катоде 4, 5, 6 или 7 служит указанием на вылет альфа-частицы из расположенного на нем счетного образца (8). Поэтому сигналы с катода в МИК могут быть использованы для выделения из суммарной последовательности импульсов с анода МИК импульсов, образованных альфа-частицами конкретного счетного образца. При этом может быть осуществлена их одновременная и независимая регистрация. Например, с помощью импульсов с катода МИК можно выбрать ту или иную область памяти многоканального амплитудного анализатора импульсов для регистрации спектров альфаизлучения конкретного счетного образца. Блоксхема такого альфа-спектрометра приведена в AC Nº275833 [9].

Практически эта идея была так же реализована в радиометрической лаборатории Института физики (**ИФ**) Национальной академии наук Кыргызской Республики Васильевым И.А. [13], где был разработан альфа-спектрометр для одновременного измерения трех образцов на базе плоскопараллельной импульсной ионизационной камеры с сеткой.

На рис. 2 приведено устройство катода такой ионизационной камеры, позволяющей производить одновременную регистрацию спектров альфа-излучения трех счетных образцов [13].



Рис. 2. Катод камеры альфа-спектрометра для одновременного измерения трех счетных образцов: 1, 2, 3 – счетные образцы; 4 – изоляционные прокладки (фторопласт); 5 – собственно катод

Однако, если выбрать площадь счетного образца, например, равной 20 см<sup>2</sup> или диаметром около 5 см, то при атмосферном давлении газовой смеси площадь, охватываемая областью ионизации альфа-частиц, составит около 170 см<sup>2</sup>, а площадь катода для размещения пяти счетных образцов будет почти 1000 см<sup>2</sup>. В такой плоскопараллельной геометрии электрическая емкость анода МИК будет составлять сотни пФ, что создаст существенные трудности для достижения необходимого низкого уровня шумов предусилителя. Поэтому за основу конструкции МИК лучше выбрать плоскоцилиндрическую геометрию электродов.

### Устройство спектрометров альфаизлучения на базе многопозиционных импульсных ионизационных камер с сеткой и плоскоцилиндрической геометрией электродов

Принцип работы МИК и одновременного измерения спектров альфа-излучения нескольких счетных образцов рассмотрим на примере четырехпозиционной цилиндрической ионизационной камеры с сеткой, блок-схема которой приведена на рис. 3 [8, 9, 12].

Катод (высоковольтный электрод) в многопозиционной камере разделен на изолированные секторы, к каждому из которых подключен блок временной привязки (1.1÷1.4). Сигналы с собирающего электрода (анода), так же как и в обычной ионизационной камере, проходят усиление и формирование в предусилителе (2) и усилителе-формирователе (3) и далее поступают на вход амплитудно-цифрового (**АЦП**) преобразователя (5). Код с младших разрядов АЦП поступает в буферное запоминающее устройство (6) анализатора импульсов (10).

Сигналы с собирающего электрода и сектора катода, с которого вылетает альфа-частица, появляются практически одновременно и сигнал с сектора катода может служить меткой для определения номера сектора катода, с которого испущена данная альфа-частица. Как уже отмечалось, для выполнения этого условия необходимо, чтобы область ионизации (11), создаваемая альфа-частицами, вылетающими с поверхности счетного образца, полностью охватывалась электрическим полем данного сектора катода.

Блоки временной привязки (1.1÷1.4) представляют собой зарядочувствительные предусилители, на выходе которых стоит схема формирования цифрового сигнала. Сигналы с выходов блоков временной привязки поступают на вход схемы формирования кода номера сектора катода (9), с которого испущена альфа-частица. Код номера сектора катода поступает на

старшие разряды буферного запоминающего устройства (6) и по сигналу записи кода выбирает группу каналов, в которой будет регистрироваться код амплитуды сигнала с собирающего электрода. С выходов блоков временной привязки сигналы также поступают на схему совпадений (8), которая анализирует совпадение по времени сигналов с разных секторов катода, и вырабатывает разрешающий сигнал анализатору импульсов в случае одиночного сигнала (отсутствия наложений). В результате в разных группах каналов анализатора импульсов одновременно регистрируются спектры альфа-излучения от счетных образцов, установленных на различные секторы катода многопозиционной ионизационной камеры.

Блокирование схемой (8) совпадающих по времени импульсов позволяет также исключать из регистрации альфа-частицы, вылетающие с края сектора катода в сторону соседнего сектора катода. Этим же достигается уменьшение фона от радиоактивных загрязнений внутренних поверхностей камеры. Отключение схем (8) и (9) позволяет регистрировать суммарный спектр от всех установленных в камеру счетных образцов.

Альфа-спектрометр с МИК обеспечивает проведение измерений в следующих режимах: 1. Режим многоспектрового накопления: одновременная и независимая регистрация спектров четырех источников альфа-частиц. Спектр альфа-частиц градуировочного источника регистрироваться не должен.



Рис. 3. Блок-схема альфа-спектрометра с многопозиционной ионизационной камерой: 1 – блок временной привязки; 2 – предусилитель; 3 – усилитель; 4 – дискриминатор; 5 – АЦП; 6 – буферное запоминающее устройство; 7 – ОЗУ; 8 – схема совпадения; 9 – схема формирования кода сектора; 10 – анализатор импульсов; 11 – граница области ионизации; 12 – собирающий электрод; 13 – сетка; 14 – секторы катода 2. Режим градуировки: спектр альфа-частиц градуировочного источника регистрируется вместо одного из анализируемых.

3. Режим суммарного накопления: суммарный спектр альфа-частиц всех источников регистрируется в одной области. Спектр альфа-частиц градуировочного источника не регистрируется.

4. Режим проверки работоспособности: в одной из областей регистрируется спектр сигналов генератора.

# Конструкция импульсных ионизационных камер с сеткой с цилиндрической системой электродов

Исторически альфа-спектрометры с цилиндрическими импульсными ионизационными камерами с сеткой использовались для измерения препаратов с очень низкой удельной активностью [14–17].

На рис. 4 приведена схема расположения электродов импульсной ионизационной камеры и фотография ее конструкции, разработанной С.R. Hill [14] для определения радиоактивности биологических проб в медицинском центре в Лондоне.

Площадь поверхности счетных образцов в этой камере составляла 15000 см<sup>2</sup>, поэтому и размеры ее внушительны: высота цилиндрического электрода составляла 90 см, диаметр 60 см – отсюда и сложность самой механической конструкции, системы «охранных» колец, системы установки стандартного образца. Аналогичная конструкция цилиндрической ионизационной камеры с сеткой, с площадью катода до 5000 см<sup>2</sup> была разработана J. Kikuchi, Т. Doke (Япония) [15] для поиска таких изотопов как <sup>146</sup>Sm, <sup>244</sup>Pu в морских донных отложениях. На рис. 5 приведено схематическое изображение электродов в такой цилиндрической ионизационной камере и фотография общего вида.

В России альфа-спектрометрические цилиндрические ионизационные камеры большой площади, предназначенные для работы с особо малоактивными материалами, были разработаны М.И. Акуниным в Радиевом институте им. В.Г. Хлопина, Санкт-Петербург [16, 17]. Им же предложена [18] спектрометрическая ионизационная камера для измерения альфа-излучающих малоактивных материалов, состоящая из герметичного корпуса, наполненного аргон-метановой смесью, и расположенных в этом корпусе катода с держателем исследуемых препаратов, контрольного источника с поворотным механизмом, анода, а также сеточных и корректирующих электродов. В предложенной конструкции ИК для сокращения времени измерений и улучшения фоновых условий катод предлагалось выполнить в виде нескольких электролитически изолированных друг от друга секций, имеющих самостоятельные выводы из камеры для подключения их к усилителям и к схемам управления. Нам неизвестно, была ли практически реализована предложенная идея, но нам представляется, что конструкция такой цилиндрической ионизационной камеры будет очень сложной.





Рис. 4. Конструкция цилиндрической ионизационной камеры, разработанной С.R. Hill





Рис. 5. Цилиндрическая ионизационная камера с сеткой, разработанная J. Kikuchi и T. Doke

На рис. 6 изображена блок-схема альфаспектрометра, приведенная в описании изобретения М.И. Акунина [18].

Как видно из приведенной блок-схемы альфа-спектрометра с двумя многоканальными анализаторами импульсов, в режиме «совпадений» происходит регистрация спектров альфаизлучения одновременно от двух независимых секций катодов, каждого на своем многоканальном анализаторе. Как отмечает автор изобретения [18], в более простом варианте спектрометра, содержащем один анализатор и одну схему управления, можно производить анализ препаратов, помещенных в камеру на разных секциях катода, последовательно в любой очередности или в любой комбинации, не прибегая к смене газа и перестановке счетных образцов.

В ЦЗЛ УЭХК в течение ряда лет в аналитической практике успешно используются низкофоновые альфа-спектрометры с пятипозиционной камерой с сеткой [11], которые были нами специально разработаны для проведения длительных измерений спектров альфа-излучений низкоактивных проб при определении содержания и изотопного состава урана и плутония в объектах окружающей среды. Блок-схема альфа-спектрометра, позволяющего проводить регистрацию одновременно пяти спектров альфаизлучения от пяти счетных образцов на одном многоканальном анализаторе типа АЦП-8К-2М приведена на рис. 7. В альфа-спектрометре с пятипозиционной ИК электронный тракт состоит из двух частей: основной спектрометрической (как в однопозиционных спектрометрах) и вспомогательной управляющей, которая вырабатывает кодовые импульсы для управления памятью анализатора и организации режима одновременного измерения нескольких спектров альфа-излучения.

Основной спектрометрический электронный усилительный тракт спектрометра производит регистрацию импульсов с анода МИК и состоит из предусилителя ПУ-Г-1К2, импульсного блока усиления БУИ-3К и многоканального анализатора импульсов АЦП-8К-2М, выполненного в виде платы расширения персонального ком-



Рис. 6. Блок-схема альфа-спектрометра с цилиндрической ионизационной камерой с тремя катодными секциями: 8 – ионизационная камера с тремя катодными секциями; 9 – многоканальные анализаторы импульсов; 10 – усилители; 11 – генераторы задержанных импульсов; 12 – линейные ключи; 13 – усилитель



Рис. 7. Блок-схема альфа-спектрометра с пятипозиционной цилиндрической камерой с сеткой на базе многоканального анализатора импульсов типа АЦП-8К-2М

пьютера (**ПК**) со стандартной шиной ISA. Для подачи высокого напряжения на электроды пластины камеры используется высоковольтный блок питания БНВ-31. Данные блоки выпускаются в НПЦ «Аспект», г. Дубна.

Во вспомогательном электронном тракте используются блоки временной привязки (**БВП**), подключаемые к секторам катода МИК, блок выборки групп (**БВГ**) и блок временной синхронизации (**БВС**). Данные блоки были изготовлены в ЦЗЛ УЭХК в связи с отсутствием на рынке готовых блоков, обеспечивающих требуемую функциональность.

По сигналам с БВП, вырабатываемым в результате испускания альфа-частиц пробами, нанесенными на подложки и установленными в сектора катодов МИК, БВП генерирует код группы каналов анализатора, куда производится регистрация спектра данного источника. Необходимо отметить, что для успешного функционирования спектрометрического тракта по данному алгоритму в конструкцию многоканального анализатора импульсов специалистами ЦЗЛ УЭХК были внесены изменения, позволяющие ему реализовать выборку в групп в соответствии с сигналами от БВГ.

Однако 5-ти позиционная камера (проект Л4932-0-00) из-за малых размеров чувствительной поверхности счетных образцов (10 см<sup>2</sup>) не может быть использована для определения низких уровней содержания урана-232 в сырьевом и товарном ГФУ, для надежного измерения которых требуется чувствительная поверхность не менее 40 см<sup>2</sup>.

Поэтому целью настоящей работы была разработка высокопроизводительного альфа-

спектрометра с многопозиционной ионизационной камерой с сеткой, пригодного для проведения всех видов альфа-спектрометрических измерений при определении содержания радиоактивных примесей в сырьевом и слабообогащенном уране (в пробах с невысокой удельной активностью).

## Основные требования к метрологическим характеристикам альфа-спектрометра с 8-ми позиционной ионизационной камерой с сеткой

Сформулируем основные требования к метрологическим характеристикам альфа-спектрометра с 8-ми позиционной ионизационной камерой с сеткой:

1. Суммарное энергетическое разрешение альфа-спектрометра, измеренное на реальных счетных образцах, должно быть меньше 50 кэВ. Собственное энергетическое разрешение альфа-спектрометра ограничим значением 40 кэВ. Современные спектрометрические тракты с зарядочувствительными предусилителями имеют уровень приведенных шумов, выраженных в энергетических единицах, не более 15 кэВ. Тогда для энергетического разрешения собственно ионизационной камеры получаем следующее требование:

$$E_{1/2} = \sqrt{40^2 - 15^2} = 35 \text{ кэB}$$

2. Временная нестабильность спектрометрического тракта может привести к смещению центроид пиков альфа-излучения и дополнительному их уширению – увеличению энергетического разрешения. В соответствии с п. 1 на вклад в энергетическое разрешение от временной нестабильности остается

$$E_{1/2 \text{ нест}} = \sqrt{50^2 - 40^2} = 30$$
 кэВ.

При двухсменной работе общая продолжительность измерений может составлять до 12 часов. Тогда временная нестабильность должна быть не более 30 кэВ за 12 часов.

3. Использование современных программных средств позволяет определять точный вид характеристики преобразования спектрометра, поэтому допустимую интегральную нелинейность ограничим значением 20 кэВ.

4. Требование к максимально допустимой статистической загрузке вытекает из суммарной активности одновременно измеряемых проб. При одновременном измерении восьми проб низкообогащенного урана, каждая из которых содержит 1 мг урана, суммарная скорость счета может составить 400 с<sup>-1</sup>. Поэтому потребуем, чтобы значение максимальной статистической загрузки было не менее 500 с<sup>-1</sup>. Для смещения центроид пиков и ухудшения энергетического разрешения это значение скорости счета не является значимым. Однако существуют другие мешающие факторы, которые проявляются с увеличением скорости счета - это импульсы наложений и взаимопроникновение групп. Поэтому для характеристики максимальной статистической загрузки введем дополнительные критерии:

- При определении массовой доли U-232 на уровне 3·10<sup>-10</sup> % в пике альфа-излучения U-232 за 8 часов измерения регистрируется 40 импульсов. Потребуем, чтобы количество импульсов наложения не вносило значимый вклад в площадь пика и в случае измерений одновременно 8 проб НОУ не превышало 4, т.е. при суммарной скорости счета 500 с<sup>-1</sup> и равномерном распределении по группам скорость счета импульсов наложения в каждом регистрируемом спектре не превышала 0.00015 с<sup>-1</sup> в энергетическом диапазоне 150 кэВ в области энергий альфа-излучения определяемых радионуклидов.

- Взаимопроникновение групп проявляется как регистрация импульсов одного источника в спектре другого. Поскольку одновременно производится измерение спектров однотипных проб, для пренебрежения эффектом взаимопроникновения групп потребуем его значение менее 1 % при скорости счета 500 с<sup>-1</sup>.

5. Как уже указывалось, пусть максимальная площадь счетного образца составляет 40 см<sup>2</sup>. Потребуем от разрабатываемого альфаспектрометра возможность регистрировать спектры альфа-излучения источников в энергетическом диапазоне до 6000 кэВ с площадью активной поверхности счетных образцов до 40 см<sup>2</sup>.

# Выбор геометрических параметров камеры

Геометрические параметры камеры существенно зависят от геометрии электродов (плоские, цилиндрические и пр.) и давления газовой рабочей смеси. Существенный выигрыш в размерах камеры имеет место при цилиндрической геометрии электродов.

На рис. 8 приведены полученные нами оптимальные геометрические размеры электродов и сетки в 8-ми позиционной цилиндрической камере. Необходимо отметить, что параметром, от которого зависят все размеры, является пробег альфа-частицы. При атмосферном давлении в воздухе альфа-частицам с энергией 6.0 МэВ соответствует пробег 4.6 см. Рабочая газовая смесь на 99 % состоит из Ar, который по взаимодействию альфа-излучения с веществом близок воздуху. От давления газа пробег альфа-частиц зависит линейно.

Размеры системы электродов, приведенные на рис. 8, а, следовательно, и размеры самой ионизационной камеры должны быть достаточно большие, поэтому значительное избыточное давление рабочей газовой смеси может создать проблемы с механической прочностью корпуса камеры.

От давления газовой рабочей смеси будет зависеть и такая важная характеристика, как время сбора электронов в ионизационной камере. Для улучшения отношения сигнал/шум необходимо уменьшать время сбора электронов. Скорость дрейфа электронов в газе зависит от параметра *E*/*P*, где *E* - напряженность электрического поля, *P* – давление газовой рабочей смеси. Значение параметра *E*/*P* для ионизационной камеры определяется режимом



Рис. 8. Геометрия электродов восьмипозиционной импульсной ионизационной камеры: 1 – собирающий электрод (анод); 2, 4 – сектора катода; 3 – сетка; 5 – граница области ионизации

тока насыщения и лежит в узком диапазоне 13-27 В/см. Па. Для аргон-толуоловой газовой смеси время дрейфа электронов в ионизационной камере при давлении 200 кПа составляет 1 мкс, при этом постоянные формирования импульсов не могут быть менее 3 мкс (оптимально - 4 мкс). Поэтому нами было выбрано давление рабочей газовой смеси в разрабатываемой камере равным 120 кПа. При этом давлении пробег альфа-частиц с энергией 6.0 МэВ составляет 4.0 см, поэтому нами выбрано расстояние катод-сетка, равным с запасом 5.0 см. На рис. 8 все размеры приведены именно для этого выбранного расстояния катод-сетка. Отметим, что минимально возможное давление газовой смеси в камере может быть равным атмосферному, а регистрируемая без искажений энергия альфа-частиц при давлении газовой смеси 120 кПа может быть не более 7.8 МэВ.

Электронные шумы спектрометрического тракта зависят от электрической емкости собирающего электрода [19]. Электрическая емкость собирающего электрода зависит от расстояния «сетка - собирающий электрод» и радиуса собирающего электрода. Максимально допустимое время сбора электронов (2 мкс) при давлении аргон-толуоловой газовой смеси 120 кПа достигается при расстоянии «катод - собирающий электрод» - 15 см, т.е. расстояние «сетка - собирающий электрод» может быть не более 10 см. С учетом этого расстояние «сетка - собирающий электрод» было выбрано равным 6.0 см. На рис. 9 приведен поперечный разрез камеры, из которого видны все остальные геометрические размеры электродов камеры.

Геометрические параметры сетки наиболее сильно влияют на энергетическое разрешение всего спектрометра. Сетка в ионизационной



Рис. 9. Геометрия электрических полей в восьмипозиционной импульсной ионизационной камере с сеткой и поперечный разрез камеры: 1 – каркас сетки; 2 – один из пяти катодов; 3 – граница области ионизации; 4 – сетка; 5 – собирающий электрод (анод); 6 – линии электрического поля

камере характеризуется двумя параметрами: неэкранировкой сетки - у и прозрачностью сетки.

Прозрачность сетки характеризуется частью электронов, свободно проходящих через нее из области ионизации в область дрейфа. Существует критическое отношение напряженности электрических полей в ионизационной камере, выше которого полностью исключается захват электронов сеткой и они свободно проходят через нее из области ионизации в область дрейфа. Для сетки, изготовленной из параллельно натянутых круглых проволок, критическое отношение напряженностей электрических полей имеет вид [17]:

$$\frac{E_{c-c}}{E_{k-c}} > \frac{1 + 2 \cdot \pi \cdot r/d}{1 - 2 \cdot \pi \cdot r/d}, \qquad (1)$$

где:  $E_{c-c}$  - напряженность электрического поля у сетки со стороны собирающего электрода;  $E_{k-c}$  - напряженность электрического поля у сетки со стороны катода; *r* - радиус проволок сетки; *d* - шаг сетки.

В разрабатываемой камере расстояние между электродами существенно меньше их радиусов, поэтому без существенных погрешностей можно считать напряженности электрических полей как для плоского конденсатора:

$$E_{\rm c-c} = U_{\rm c-c} / D_{\rm c-c}$$
 ,  $E_{\rm c-c} = U_{\rm k-c} / D_{\rm k-c}$  , (2)

где  $U_{c-c}$ ,  $U_{k-c}$  - разность потенциалов между сеткой - собирающим электродом и катодом - сеткой,  $D_{c-c}$ ,  $D_{k-c}$  - соответствующие расстояния между электродами.

Суммарная разность потенциалов *U* между катодом и собирающим электродом равна *U* =  $U_{c-c} + U_{k-c}$ . Практический опыт показывает, что напряжения на камере выше 3 кВ начинают создавать проблемы с утечкой разрядов по изоляторам, появлению дополнительных шумов из-за этих токов утечек, дополнительным требованиям к качеству поверхностей изоляторов и пр. Поэтому нами был проведен выбор параметров сетки таким образом, чтобы напряжения на камере не превысили 3 кВ.

Значение неэкранировки сетки для случая цилиндрических электродов можно вычислить по формуле

$$\gamma = \frac{d \cdot \ln(d/(2 \cdot \pi \cdot r))}{2 \cdot \pi \cdot R_c \cdot \ln(R_c/R_{cc})},$$
(3)

где  $R_{\rm c}, R_{\rm cc}$  - радиусы сетки и собирающего электрода, соответственно.

Вклад в энергетическое разрешение от неэкранировки сетки вычисляется по формуле

$$E_{1/2\gamma} = 0.6 \cdot E_{\alpha} \cdot \gamma \tag{4}$$

Суммарное собственное энергетическое разрешение ионизационного альфа-спектрометра можно определить по формуле

$$E_{1/2} = \sqrt{E_{1/2\gamma}^2 + E_{1/2u}^2 + E_{1/2u}^2 + E_{1/2np}^2}, \quad (5)$$

где:  $E_{1/2\mu}$  - флуктуации ионизации (количества образовавшихся электрон-ионных пар),  $E_{1/2\mu}$ - вклад в энергетическое разрешение шумов электронного тракта,  $E_{1/2np}$  - прочие второстепенные составляющие: электронный захват на примесях электроотрицательных газов, электромагнитные наводки от работающего вблизи оборудования, дефицит амплитуды при формировании сигналов, неполная компенсация «полюс - ноль» и пр.

Второстепенные составляющие энергетического разрешения спектрометра зависят от качества его подготовки к работе и настройки параметров электронных блоков. До определенной степени непреодолимую трудность составляют электромагнитные наводки. Практика эксплуатации ионизационных спектрометров показывает, что при концентрации электронного оборудования с распределенной мощностью более 100 Вт/м<sup>2</sup> вклад электромагнитных наводок в энергетическое разрешение не удается сделать менее 15 кэВ. Кроме того, вклад электромагнитных наводок напрямую зависит от количества электрических проводов в межблочных соединениях спектрометра - для многопозиционной камеры со вспомогательным электронным трактом это становится весьма актуально.

Для аргон-толуоловой газовой рабочей смеси составляющая *E*<sub>1/2и</sub> равна 14 кэВ при энергии альфа-частицы 5.5 МэВ. Шумы электронного тракта при использовании предусилителя типа ПУ-Г-1К или аналогичного составляют 12 кэВ при емкости собирающего электрода 25 пФ. Тогда из выражения (5) можно получить требование к составляющей энергетического разрешения, обусловленной неэкранировкой сетки

$$E_{1/2\gamma} = \sqrt{E_{1/2}^2 - E_{1/2u}^2 - E_{1/2u}^2 - E_{1/2np}^2} = \sqrt{35^2 - 15^2 - 12^2 - 15^2} = 25 \text{ kyB},$$

а значение параметра неэкранировки сетки должно быть не более 0.0069.

С точки зрения изготовления цилиндрической сетки для нормирования лучше использовать не шаг сетки, а угол из центра камеры между двумя соседними проволоками. Выбрав угол между проволоками, равным 0.5 градуса, получаем шаг проволок сетки, равный 1.45 мм. Для изготовления сетки выберем проволоку диаметром 0.15 мм (радиус 0.075 мм), при этом значение неэкранировки сетки не превысит величины γ = 0.0044, а вклад в энергетическое разрешение от неэкранировки сетки не превысит 16 кэВ. Критическое соотношение напряженностей электрических полей при шаге сетки не менее 1.25 мм принимает значение 2.2.

Требуемая напряженность электрического поля в пространстве катод-сетка для режима тока насыщения 20 В/см Па при расстоянии катод-сетка 5 см, давлении рабочей газовой смеси 120 кПа приводит к разности потенциалов между катодом и сеткой 680 В. Напряженность электрического поля в пространстве «сетка - собирающий электрод» с учетом коэффициента 2.2 составляет 44 В/см Па, - при расстоянии «сетка - собирающий электрод» 6 см и давлении газа 120 кПа разность потенциалов между сеткой и собирающим электродом составит 1800 В, а суммарное рабочее напряжение, подаваемое на один из электродов камеры, не превысит величины 2500 В.

В идеальных условиях теоретически возможно достичь значения энергетического разрешения, равного 22 кэВ.

# Описание конструкции 8-ми позиционной камеры с сеткой

Конструкция разработанной нами 8-ми позиционной камеры с сеткой приведена на рис. 10.



Рис. 10. Конструкция восьмипозиционной камеры с сеткой

Камера состоит из цилиндрического корпуса с нижним фланцем и верхней крышкой. Все электроды крепятся на фторопластовых изоляторах к нижнему фланцу камеры. Штуцер для подключения газового коллектора и электрические выводы сигналов с электродов также размещены на нижнем фланце. В секторах катода сделаны направляющие для размещения вдвижных держателей измеряемых проб. В комплект камеры входят держатели двух типов для размещения подложек диаметром 65 и 75 мм, допустимая толщина подложек до 2 мм. Все элементы камеры изготавливаются из стали марки 12Х18Н10Т и фторопласта-4, сетка наматывается никелевой или нержавеющей проволокой диаметром 0.15 мм. Все соединения как конструктивные, так и электрические - резьбовые, пайка внутри камеры исключена.

Электрические выводы с сетки и собирающего электрода заканчиваются разъемами, к которым можно подключить коаксиальные кабели или непосредственно предусилитель. Выводы с секторов катода выполнены внутренней жилой кабеля РК75-4-11 с удаленной экранирующей оплеткой и крепятся на пайку с наружной

#### Таблица 1

Характеристики 8-ми позиционной камеры с сеткой

Характеристика	Значение
Площадь активной поверхности образца, см <sup>2</sup>	40
Давление рабочей газовой смеси, кПа	120
Расстояние катод – сетка, см	5.0
Расстояние «сетка – собирающий электрод», см	6.0
Диаметр проволоки сетки, мм	0.15
Шаг сетки, мм	1.5
Напряжение на катоде, В	- 2500
Напряжение на сетке, В	- 1800

Значения параметров альфа-спектрометра

стороны нижнего фланца камеры на электроизоляционные стойки из фторопласта. Предусматривалось, что блоки временной привязки вспомогательного электрического тракта будут непосредственно крепиться к нижнему фланцу и соединения с выводами секторов катода будут выполнены на пайке.

Давление и состав рабочей газовой смеси контролируется по мановакуумметру типа ОБМВ-160 и дифференциальному манометру типа СМ-4.

Технические характеристики разработанной 8-ми позиционной камеры с сеткой приведены в табл. 1.

### Состав альфа-спектрометра с МИК

Ионизационный спектрометр с восьмипозиционной камерой представляет собой стойку, в котором размещаются камера, форвакуумный насос, крейт с блоками спектрометрического тракта, газовый коллектор с блоком вентилей.

Вспомогательный электронный тракт состоит из блоков временной привязки по числу секторов катода камеры и блока выборки групп. БВП осуществляют съем сигналов с секторов катода, их формирование с целью получения необходимого соотношения сигнал/шум и преобразование до вида, пригодного для передачи по кабелю в БВГ. БВГ по номеру БВП, с которого пришел сигнал, вырабатывает код группы каналов АЦП.

Управление процессом набора спектра в АЦП осуществляется программой an.exe, поставляемой с АЦП ПА-8к, для обработки зарегистрированных спектров альфа-излучения использовалась разработанная нами программа alpha232.exe.

В табл. 2 приведены экспериментально определенные значения метрологических параметров альфа-спектрометра с восьмипозиционной камерой.

### Таблица 2

Параметр	Требуемое	Измеренное
	значение	значение
Энергетическое разрешение, кэВ		
U-236		27.7 ± 3.1
U-234		29.2 ± 1.9
Pu-239	35	29.5 ± 3.8
Am-241		33.9 ± 6.9
Cm-244		26.3 ± 2.7
Временная нестабильность за 12 час, кэВ	30	5.6
Интегральная нелинейность, кэВ	20	4.7
Максимальная статистическая загрузка, с-1	500	600
Смещение центроиды, кэВ	15	4.5
Ухудшение энергетического разрешения, кэВ	15	0

160

Га	бл	И	ца	3

Номер U-238 U-234 Pu-242 Pu-239 U-232 Th-228 Pu-238 гнезда 0.0005 1 0.0009 0.0001 0.0001 0.0001 0 0 2 0.0009 0.0001 0.0001 0 0 0.0004 0.0001 3 0.0017 0.0007 0 0.000 0.0001 0 0 4 0.0014 0.0013 0.0001 0.0002 0 0 0.0001 5 0.0013 0.0006 0.0001 0.0001 0.0001 0 0 6 0.0037 0.0012 0.0001 0.0001 0.0001 0 0 7 0.0006 0.0004 0 0 0 0 0.0003 8 Градуировочный источник

Результаты измерения фоновой скорости счета импульсов, с-1.

Взаимопроникновение групп измерялось с использованием источников из Pu-239, активностью 1100 Бк и обогащенного урана с активностью около 200 Бк. Источники одновременно устанавливались в камеру в разные гнезда, время измерения устанавливалось равным 1 час. Исследуемой величиной являлась скорость счета в области пика Ри-239 в спектрах источников из урана. Взаимопроникновение групп при суммарной скорости счета около 1000 с-1 составляет в среднем по группам: 0.045 % при установке источника из Ри-239 в первое гнездо и 0.008 % при установке источника из Pu-239 в восьмое гнездо. Это показывает, что контрольный источник, одновременно измеряемый в камере с анализируемыми источниками лучше устанавливать в восьмое гнездо камеры.

Измерение импульсов наложений было выполнено с использованием источников, приготовленных ИЗ высокообогащенного урана. Один или четыре счетных образца из урана помещались в первые гнезда камеры, измерения спектров альфа-излучения проводились в течение двух часов. В зарегистрированных спектрах рассчитывались скорости счета импульсов в пике альфа-излучения урана-234 и в областях энергий, соответствующих альфа-излучению плутония-242 и плутония-239 (4820-4950 и 5050-5200 кэВ). При скорости счета импульсов в пике урана-234 280 с-1, скорость счета импульсов наложения в пике плутония-242 составляет 0.41 с<sup>-1</sup>, в пике плутония-239 - 0.012 с-1. Т.к. скорость счета импульсов наложения пропорциональна квадрату скорости счета основных импульсов, то при скорости счета в пике урана-234 40 с-1, скорость счета импульсов наложения в пике плутония-239 составит 0.0004 с<sup>-1</sup>.

Результаты измерения скорости счета импульсов фона приведены в табл. 3.

### Заключение

В результате проведенных исследований сформулированы основные требования к метрологическим характеристикам альфа-спектрометра на базе многопозиционной ионизационной камеры с сеткой, а также предложена оригинальная конструкция плоскоцилиндрической многопозиционной ионизационной камеры с сеткой, позволяющая проводить одновременную регистрацию спектров альфа-излучения нескольких счетных образцов. Применение разработанных многопозиционных ионизационных камер в составе альфа-спектрометров позволяет повысить производительность альфа-спектрометрических измерений благодаря одновременной и независимой регистрацией спектров альфа-излучения от восьми источников альфа-частиц.

Авторы выражают благодарность Залецкому В.Э. за проведение расчетов конструкции восьмипозиционной импульсной ионизационной камеры с сеткой.

### ЛИТЕРАТУРА

1. C 787. Standard Specification for Uranium Hexafluoride for Enrichment. Annual Book of ASTM Standards. Vol.12.01.

2. C 996. Standard Specification for Uranium Hexafluoride Enriched to Less Than 5% <sup>235</sup>U. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 12.01.

3. Сапрыгин А.В. Альфа-спектрометрический метод определения содержания урана-232 в урановых материалах // Вопросы атомной науки и техники, серия: Техническая физика и автоматизация. 2006. Вып. 60. С. 71-84.

4. Сапрыгин А.В. Разработка конструкции импульсной ионизационной камеры с сеткой // Вопросы атомной науки и техники, серия: Техническая физика и автоматизация. 2006. Вып. 60. С. 55-61. 5. Сапрыгин А.В., Залецкий В.Э., Очинников В.Ю., Иванов С.Л. Применение альфа-спектромера с импульсной ионизационной камерой для анализа сырьевого и товарного гексафторида урана // «Спектрометрический анализ. Аппаратура и обработка данных на ПЭВМ» Сб. материалов девятого ежегодного семинара, г. Обнинск, 25-29 ноября 2002 г. Обнинск: ГОУ «ГЦИПК», 2003. Часть 1. С.104-108.

6. Многовходовый альфа-спектрометр с импульсной ионизационной камерой. // Сапрыгин А.В. и [др.] // Вопросы атомной науки и техники, серия: Техническая физика и автоматизация. 2006. Вып. 60. С. 64-70.

7. А.С. 272803 СССР. Ионизационный блок детектирования. Заявл. 11.05.1987, опубл. 01.04.1988.

8. А.С. 272804 СССР. Ионизационный блок детектирования. Заявл. 11.05.1987, опубл. 01.04.1988.

9. А.С. 275833 СССР. Альфа-спектрометр. Заявл. 02.03.1987; опубл. 01.06.1988.

 Пат. 59888 РФ. Спектрометрическая ионизационная камера/А.В. Сапрыгин, В.Э. Залецкий, В.Ю. Овчинников; ФГУП УЭХК: №2005126595;

заявл. 22.08.2005; опубл. 27.12.2006. Бюл. №36. 11. Пат. 2299492. РФ. Спектрометрическая ионизационная камера / А.В. Сапрыгин, В.Э. Залецкий, В.Ю. Овчинников; ФГУП УЭХК: №2005126588; заявл. 22.08.2005; опубл. 20.05.2007. Бюл. №14 4с.

12. Сапрыгин А.В. Залецкий В.Э., Овчинников В.Ю. Альфа-спектрометры на базе многопозиционных импульсных ионизационных камер с сеткой. // Вопросы атомной науки и техники, серия: Техническая физика и автоматизация. 2006. Вып. 60. С. 109-113.

13. Васильев И.А. Модификации ионизационных альфа-спектрометров для массовых измерений альфа-спектров долгоживущих радионуклидов // Радиоэкологические и смежные проблемы уранового производства / Под редакцией П.И. Галова. Бишкек: Илим. 2000. С. 102-109. [Электронный ресурс]: http://www.vniitf.ru/ Karabalta/Publications/Ed4.doc (дата обращения 08.03.2011).

14. Hill C.R. A Method of Alpha Particle Spectroscopy For Materials of Very Low Specific Activity // Nucl. Instr. and Meth. 1961. № 12. P. 299-306.

15. Kikuchi J., Doke T. Reduction of Alpha Ray Background in a Cylindrical Gridded Ionization Chamber by the Cathode Pulse Method // Nucl. Instr. And Meth. 1972/ № 99. P. 469-475.

16. Якунин М.И. Альфа-спектрометрический анализ особо малоактивных материалов // Прикладная ядерная спектроскопия. Вып. 5. М.: Атомиздат, 1975. С. 117-129.

17. Якунин М.И. Расчет спектрометрических ионизационных камер с цилиндрическими электродами // Прикладная ядерная спектроскопия. Вып. 6. М.: Атомиздат, 1976. С. 310-317.

18. А.С. 803738 СССР. Спектрометрическая ионизационная камера. Заявл. 16.11.79; опубл. 23.11.83. Бюл. №43. 6 с.

19. Еремеев В.А., Ерыхайлов Ю.В., Сельдяков Ю.П. Разрешающая способность предварительных усилителей с полевым триодом // Вопросы атомной науки и техники, серия: Ядерное приборостроение. 1979. Вып. 40. С. 38-45.

# DEVELOPMENT OF ALPHA-SPECTROMETER BASED ON EIGHT-POSITION IMPULSE IONIZATION CHAMBER WITH GRID

A.V. Saprygin<sup>1,2</sup>, V.Yu. Ovchinnikov<sup>1</sup>, M.S. Sokolov<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Open Joint Stock Company «Ural Electrochemical Integrated Plant» (JSC «UEIP»), UI. Dzerzhinskogo 2, Novouralsk, Sverdlovskaya obl., 624130, Russia <u>czl@ueip.ru</u> <sup>2</sup>Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin UI.Mira, 19, Ekaterinburg, 620002, Russia

The article presents the results of development of alpha energy emission spectrometer based on eightposition impulse ionization chamber with grid meant for low level <sup>232</sup>U (from 1·10<sup>-10</sup> %) content measurement in Raw and Commercial Grade Uranium Hexafluoride (UF<sub>6</sub>).

The requirements to device metrological characteristics are stated, ionization chamber geometrics are chosen, and the design of ionization chamber is developed.

Key words: Alpha-spectrometer, multiposition cylindrical ionization chamber, <sup>232</sup>U, uranium hexafluoride.