

# **РАДИОАКТИВНЫЕ ИНДИКАТОРЫ В ХИМИИ**

## **Проведение эксперимента и обработка результатов**

---

Допущено  
Министерством высшего и среднего  
специального образования СССР  
в качестве учебного пособия  
для студентов университетов,  
обучающихся  
по специальности «Химия»



540  
P15  
УДК 541.15(075)

**В. Б. ЛУКЬЯНОВ, С. С. БЕРДОНОСОВ, И. О. БОГАТЫРЕВ,  
К. Б. ЗАБОРЕНКО, Б. З. ИОФА**

Рецензенты: проф. И. А. Коршунов (Горьковский государственный университет) и кафедра радиохимии Ленинградского государственного университета (зав кафедрой проф. А. Н. Мурин)

**Валерий Борисович Лукьянов, Сергей Серафимович Бердоносков,  
Игорь Олегович Богатырев, Калерия Борисовна Заборенко,  
Борис Зиновьевич Иофа**

РАДИОАКТИВНЫЕ ИНДИКАТОРЫ В ХИМИИ. ПРОВЕДЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА  
И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

И Б № 643

---

Редактор М. М. Поплавская  
Художник Ю. Д. Федичкин.  
Художественный редактор Т. М. Скворцова.  
Технический редактор Л. А. Муравьева.  
Корректор С. К. Марченко

T-22823 Сдано в набор 15/VII-76 г. Подп. к печати 22/XII-76 г.  
Формат 60×90<sup>1/16</sup> Бум тип № 3. Объем 17,5 печ. л. + 0,25 печ. л. форзац  
17,75 усл. п. л. 19,89 уч.-изд. л. + 0,32 форзац. Изд. № ХИМ-552 Тираж 7000 экз  
Зак 1075 Цена 86 коп.

План выпуска литературы издательства «Высшая школа» (вузы и техникумы)  
на 1977 г. Позиция № 58  
Издательство «Высшая школа»  
Москва, К-51, Неглинная ул., д. 29/14  
Московская типография № 4 Союзполиграфпрома  
при Государственном комитете Совета Министров СССР  
по делам издательства, полиграфии и книжной торговли,  
Москва, И-117Б, Переяславская ул., д. 46

**P15 Радиобактивные индикаторы в химии. Проведение экс-  
перимента и обработка результатов. Учеб. пособие для  
вузов. М., «Высш. школа», 1977.**

280 с. с ил.

На обороте тит. л. авт.: В. Б. Лукьянов, С. С. Бердоносков,  
И. О. Богатырев [и др.]

Книга представляет собой пособие для занятий по курсу «Метод радиоактивных индикаторов в химии» и включает материал, важный для практического овладения методом (вопросы радиационной безопасности, техника работы с радиоактивными веществами, проведение измерений радиоактивности и обработка результатов). Изложение сопровождается большим числом расчетных примеров. Заключительные главы пособия содержат лабораторные работы и расчетные задачи, иллюстрирующие применение метода радиоактивных индикаторов в различных областях химии.

Р 20503—082 58—77  
001(01)—77

540

## Предисловие

---

Предлагаемое пособие содержит материал, важный для практического использования радиоактивных индикаторов в химии. Книга предназначена для читателя, уже знакомого с принципами использования радиоактивных индикаторов в химии (например, в объеме пособия В. Б. Лукьянова, С. С. Бердоносова, И. О. Богатырева, К. Б. Заборенко и Б. З. Иофа «Радиоактивные индикаторы в химии. Основы метода» М., «Высшая школа», 1975).

Первые четыре главы данного пособия включают разделы, мало освещенные в учебной литературе, но имеющие большое значение для овладения методом: вопросы радиационной безопасности, технику работы с радиоактивными веществами, проведение абсолютных и относительных измерений, обработку результатов регистрации радиоактивности. Изложение теории сопровождается многочисленными расчетными примерами.

В гл. 5 пособия приведены описания 23 лабораторных работ. Условно их можно разбить на 5 групп. В первую группу входят работы, знакомящие с основными приемами, необходимыми для проведения любого химического эксперимента с радиоактивными индикаторами (работы 1 — 4). Следующие 3 работы (2-я группа) посвящены изучению изотопного обмена. В 3-й группе (работы 8 — 12) рассмотрено использование радиоактивных индикаторов в аналитической химии, в 4-й (работы 13 — 21) — в физической и неорганической химии, в 5-й (работы 22 и 23) — в органической химии. Теоретический материал, относящийся к лабораторным работам, приведен в соответствующих главах упомянутой книги «Радиоактивные индикаторы в химии. Основы метода».

Опыт, накопленный на кафедре радиохимии химического факультета МГУ им М. В. Ломоносова, показывает, что в минимальном объеме практикум по методу радиоактивных индикаторов в химии для студентов-нерадиохимиков должен включать 6 — 7 лабораторных работ (работы № 1, 4 и по 1 — 2 работы из остальных групп). При выборе работ желательно руководствоваться будущей специализацией студента.

Заключительная, шестая глава книги включает расчетные задачи. Задачи подобраны так, что каждому примеру,

рассмотренному в теоретической части данного пособия и книги «Радиоактивные индикаторы в химии. Основы метода», соответствуют 2 — 3 задачи.

Авторы благодарны кандидатам хим. наук В. К. Власову, И. Н. Бекману и П. П. Кукину за участие в обсуждении разделов по вопросам радиационной безопасности, а также канд. хим. наук Ю. Н. Сычеву, который просмотрел всю рукопись и высказал много ценных критических замечаний. Авторы признательны зав. кафедрой радиохимии химического ф-та МГУ член-корр. АН СССР проф. Аң. Н. Несмеянову за постоянное внимание к работе. Авторы считают своим приятным долгом выразить благодарность проф. И. А. Коршунову и сотрудникам кафедры радиохимии химического ф-та ЛГУ им. А. А. Жданова (зав. кафедрой проф. А. Н. Мурин) за высказанные ими в рецензиях критические замечания.

# Вопросы радиационной безопасности

---

При постановке исследований с использованием радиоактивных индикаторов необходимо обеспечить безопасные условия проведения работ, поэтому большое внимание уделяется *радиационной безопасности*. Радиационная безопасность как самостоятельная дисциплина включает прежде всего комплекс вопросов, связанных с изучением воздействия ионизирующих излучений на организм человека (элементы *радиобиологии и радиационной медицины*).

Степень поражающего действия ионизирующего излучения зависит от энергии излучения, поглощенной облучаемым объектом. Количественно эту энергию характеризуют величиной *дозы\**. Измерение и расчет доз ионизирующих излучений составляет предмет *дозиметрии*, имеющей важное значение для правильной организации работ с радиоактивными веществами.

На основании данных радиобиологии и радиационной медицины определяют максимально допустимые дозы облучения при работе с радиоактивными изотопами и источниками ионизирующего излучения и допустимые уровни содержания радиоактивных изотопов в воде и воздухе. Эти данные затем используют при разработке методов безопасной работы с радиоактивными изотопами.

Для защиты работающего от ионизирующих излучений широко используют различные экраны (из воды, бетона, стали, свинца и других материалов). Правильный выбор материала и толщины экрана предполагает знакомство с основами *физики защиты*.

В этой главе будут рассмотрены некоторые практически важные вопросы радиационной безопасности.

## § 1. Действие излучения на организм

### 1. БИОЛОГИЧЕСКОЕ ДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЙ

В основе биологического действия ионизирующих излучений (в том числе излучений, испускаемых радиоактивными ядрами) лежат процессы взаимодействия излучения с атомами и молекулами клеток об-

---

\* Строгое определение понятия дозы и способы ее выражения будут приведены в § 2, 1 этой главы.

лучаемого организма. Различают прямое и косвенное действие ионизирующего излучения.

К *прямому действию* относят ионизацию и возбуждение молекул в клетках тканей и крови непосредственно при прохождении потока ионизирующих частиц; в результате происходит разрыв химических связей и изменение строения соединений, составляющих клетку. В частности, образуются в больших количествах радикалы, обладающие повышенной химической активностью. Взаимодействие радикалов с молекулами клеток сопровождается образованием различных химических соединений, зачастую не свойственных живому организму. Процессы, происходящие с участием радикалов, относят к *косвенному действию* ионизирующего излучения.

В результате подобных процессов может нарушиться нормальное течение биохимических реакций, определяющих важные функции жизнедеятельности организма (обмен веществ и др.). При достаточно интенсивном облучении эти нарушения проявляются в совокупности болезненных симптомов, характеризующих так называемую «лучевую болезнь». К опасным последствиям облучения относятся также «генетические эффекты», заключающиеся в повышении вероятности появления болезненных отклонений в потомстве (за счет того, что под действием ионизирующего излучения возрастает доля вредных мутаций в наследственном аппарате генов).

Любой человек, даже не имеющий профессионального контакта с радиоактивностью, постоянно подвергается облучению космическими лучами, излучением естественных радиоактивных изотопов, присутствующих в тканях организма и в окружающих веществах, а также действию других источников ионизирующего излучения. Получаемые при этом дозы облучения малы и составляют *фоновый* уровень, к которому, как полагают, организм адаптировался за время эволюции. Дозы, с которыми имеют дело при работах с радиоактивными индикаторами, несколько выше этого уровня, однако, как правило, много ниже доз, которые могут вызвать симптомы лучевой болезни.

Отметим некоторые особенности биологического действия излучений, которые необходимо знать каждому имеющему дело с радиоактивными веществами.

При равных дозах, создаваемых излучением одного и того же вида, биологический эффект зависит от продолжительности облучения. Высокая доза, полученная в течение короткого промежутка времени, биологически гораздо опаснее, чем та же доза, полученная малыми порциями в течение длительного отрезка времени. Это объясняется тем, что во втором случае в организме успевают произойти восстановительные («репарационные») процессы, в результате которых к моменту получения новой порции облучения частично восстанавливаются нарушенные функции.

На эффект облучения также влияет состояние и особенности организма, подвергнувшегося облучению. Молодой организм более чувствителен к облучению, чем зрелый; заболевания (в особенности центральной нервной системы) заметно снижают устойчивость организма к облучению.

Отдельные органы сильно различаются по своей чувствительности к ионизирующему излучению. Очень чувствительны многие внутренние органы, а также глаза, в то же время кожные покровы значительно более устойчивы к действию излучений.

Конечно, не следует слишком преувеличивать опасность работ с радиоактивными веществами. При правильной организации труда, основанной на знании свойств излучения используемого радиоактивного изотопа, физико-химических особенностей его поведения, и при соблюдении соответствующих правил техники безопасности работа с радиоактивными веществами не более опасна, чем с обычными химическими реагентами.

## 2. ВНЕШНЕЕ И ВНУТРЕННЕЕ ОБЛУЧЕНИЕ

В зависимости от того, расположен ли источник излучения вне или внутри организма, различают *внешнее* и *внутреннее облучение*. Источниками внешнего облучения могут быть: радиоактивные препараты, содержащие изотоп с  $\gamma$ -излучением или  $\beta$ -излучением высокой энергии, рентгеновские или  $\gamma$ -установки, ускорители заряженных частиц, лабораторные источники нейтронов, ядерные реакторы.

При внешнем облучении опасность, связанная с биологическим действием излучения (радиационная опасность), зависит в первую очередь от вида и энергии излучения, а также от активности источника излучения, расстояния до него, продолжительности облучения. Наиболее опасны с точки зрения внешнего облучения  $\gamma$ -кванты и нейтроны, так как они обладают наибольшей проникающей способностью.

Внутреннее облучение вызывается радиоактивными веществами, проникшими непосредственно в организм. Источники радиоактивности, при работе с которыми возможно проникновение радиоактивного вещества в окружающую среду, а следовательно, и опасность внутреннего облучения, называют «открытыми» источниками (в отличие от «закрытых», или ампулированных, источников, устройство которых исключает возможность загрязнения окружающей среды радиоактивными веществами). Наиболее опасными с точки зрения внутреннего облучения оказываются  $\alpha$ -излучающие вещества, так как пробег  $\alpha$ -частиц в веществе мал и их энергия целиком поглощается вблизи места локализации радиоактивного изотопа.

Степень внутреннего облучения зависит не только от вида и энергии излучения, но также и от того, где именно в организме концентрируется радиоактивный изотоп и как долго организм подвергается действию излучения. Продолжительность внутреннего облучения определяется двумя факторами: периодом полураспада изотопа и скоростью его выведения из организма. Таким образом, при оценке опасности внутреннего облучения необходимо учитывать, в каких органах происходит накопление изотопа, вид и энергию излучения, период полураспада, физико-химические свойства, биологическую скорость выведения из организма. Совокупность этих показателей определяет относительную *радиотоксичность* изотопа (см. § 6, 1 этой главы).

В зависимости от радиотоксичности изотопа и активности «открытых» источников, устанавливается комплекс обязательных защитных мероприятий, обеспечивающих радиационную безопасность работы. Тщательное соблюдение этих мероприятий (см. § 6 и 7 этой главы) позволяет при работе с «открытыми» источниками практически полностью исключить возможность проникновения радиоактивных веществ (в частности, газов и аэрозолей) внутрь организма. Поэтому в книге речь будет идти лишь о методах расчета доз, создаваемых источниками внешнего облучения.

Как известно, различные виды ионизирующего излучения (рентгеновское и  $\gamma$ -излучение, заряженные частицы, нейтроны) по-разному взаимодействуют с веществом. Эти особенности учитываются при расчете доз и конструировании защитных экранов, а также при измерении доз, создаваемых различными источниками ионизирующей радиации. Далее будут рассмотрены некоторые вопросы дозиметрии  $\beta$ - и  $\gamma$ -излучения, знание которых наиболее существенно для лиц, использующих радиоактивные индикаторы в химических исследованиях.

## § 2. Основные понятия дозиметрии

### 1. поглощенная доза. экспозиционная доза

Для оценки поглощаемой веществом энергии служит величина поглощенной дозы излучения. *Поглощенная доза*  $D_{\text{п}}$  равна энергии, которая передается ионизирующими частицами (например, электронами) единице массы любого облучаемого вещества:

$$D_{\text{п}} = \Delta \mathcal{E}_{\text{e, п}} / \Delta m, \quad (1.1)$$

где  $\Delta \mathcal{E}_{\text{e, п}}$  означает энергию корпускулярного излучения, поглощаемую облучаемым объектом.

За единицу поглощенной дозы в системе СИ принят джоуль на килограмм (Дж/кг). *Джоуль на килограмм* — поглощенная доза ионизирующего излучения любого вида, при которой энергия, переданная массе в 1 кг облученного вещества, равна 1 Дж. Доза, отнесенная к единице времени, называется мощностью дозы. *Мощность поглощенной дозы*

$$P_{\text{п}} = D_{\text{п}} / t \quad (1.2)$$

и выражается в *ваттах на килограмм* (Вт/кг).

Для измерения поглощенной дозы допускается также использование внесистемной единицы рад. Название «рад» происходит от начальных букв английского термина Radiation Absorbed Dose (поглощенная доза излучения). *Рад* определяется как поглощенная доза любого ионизирующего излучения, равная 100 эрг на 1 г облученного вещества; таким образом 1 рад = 100 эрг/г = 0,01 Дж/кг. Мощность поглощенной дозы в этом случае выражают в рад/с или рад/ч (1 рад/с = 0,01 Вт/кг).

Поглощенную дозу можно непосредственно измерять калориметрическим методом. Однако такая процедура достаточно сложна, причем особенно трудно измерять малые дозы. На практике обычно не-

посредственно измеряют так называемую экспозиционную дозу, от которой затем переходят к поглощенной дозе. Понятие экспозиционной дозы определено для рентгеновского или  $\gamma$ -излучения. Как известно, прохождение электромагнитного излучения через вещество сопровождается образованием фото- и комптоновских электронов, а также (при  $E_\gamma > 1,02$  МэВ) электронно-позитронных пар, причем кинетическая энергия образующихся частиц расходуется на ионизацию вещества. Говорят, что с квантовым излучением сопряжена корпускулярная эмиссия, вызывающая ионизацию среды. Для некоторой точки воздушной среды *экспозиционную дозу* ( $D_0$ ) определяют как часть энергии рентгеновского или  $\gamma$ -излучения, преобразованную в кинетическую энергию заряженных частиц (электронов) в единице массы воздуха:

$$D_0 = (\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e} / \Delta m)_{\text{возд}} \quad (1.3)$$

Символом  $\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e}$  обозначена та часть энергии  $\gamma$ -квантов, которая была затрачена на образование фото- и комптоновских электронов, а также пар электрон-позитрон в некотором объеме воздуха массой  $\Delta m$ .

Таким образом, в то время как поглощенная доза характеризует поглощенную в веществе энергию излучения, экспозиционная представляет собой энергию квантового излучения, преобразованную в кинетическую энергию заряженных частиц в воздухе.

Единица экспозиционной дозы в системе СИ — кулон на килограмм (Кл/кг). *Кулон на килограмм* — это такая экспозиционная доза, создаваемая рентгеновским или  $\gamma$ -излучением, при которой сопряженная корпускулярная эмиссия производит в 1 кг сухого атмосферного воздуха ионы, несущие заряд в 1 Кл электричества каждого знака. *Мощность экспозиционной дозы*

$$P_0 = D_0 / t \quad (1.4)$$

выражается в амперах на килограмм (А/кг).

На практике обычно используется внесистемная единица экспозиционной дозы — рентген. *Рентген* (Р) — это такая доза рентгеновского излучения, при которой сопряженное с ним корпускулярное излучение образует в 1 см<sup>3</sup> сухого воздуха при 0 °С и 760 мм рт. ст. (что соответствует массе воздуха 0,001293 г) ионы, несущие одну электростатическую единицу количества электричества каждого знака (1 CGSE = 3,336 · 10<sup>-10</sup> Кл).

Зная величину заряда электрона (1,60 · 10<sup>-19</sup> Кл) и учитывая, что на образование одной пары ионов в воздухе затрачивается в среднем 34 эВ (1 эВ соответствует 1,60 · 10<sup>-12</sup> эрг), можно получить следующие полезные соотношения:

$$1\text{Р} = \frac{3,336 \cdot 10^{-10} \text{ Кл/см}^3 \text{ воздуха}}{1,60 \cdot 10^{-19} \text{ Кл}} = 2,08 \cdot 10^9 \frac{\text{пар ионов}}{\text{см}^3 \text{ воздуха}};$$

$$1\text{Р} = 2,08 \cdot 10^9 \cdot 34 \cdot 1,60 \cdot 10^{-12} \text{ эрг/см}^3 \text{ воздуха} = 0,113 \text{ эрг/см}^3 \text{ воздуха};$$

$$1\text{Р} = \frac{2,08 \cdot 10^9 \cdot 34 \cdot 1,60 \cdot 10^{-12} \text{ эрг/см}^3 \text{ воздуха}}{0,001293 \text{ г/см}^3} = 88 \text{ эрг/г воздуха}.$$

Величины 0,113 эрг/см<sup>3</sup> возд. и 88 эрг/г возд. — *энергетические эквиваленты рентгена*. Заметим также, что 1 Р = 2,58 · 10<sup>-4</sup> Кл/кг.

Мощность дозы облучения, выраженной в рентгенах, имеет размерность Р/с ( $1 \text{ Р/с} = 2,58 \cdot 10^{-4} \text{ А/кг}$ ). Нередко мощность дозы облучения выражают в рентгенах в час (Р/ч).

Экспозиционную дозу измерять значительно проще, чем поглощенную; для этого используют, например, ионизационные камеры, наполненные воздухом и снабженные измерительным прибором, градуированным в рентгенах. Если выполняется условие так называемого «электронного равновесия»

$$\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e} = \Delta \mathcal{E}_{e, \pi} \quad (1.5)$$

то поглощенная доза в воздухе равна экспозиционной дозе.

Под *электронным равновесием* понимается такое состояние взаимодействия излучения со средой, при котором энергия излучения, поглощенная в некотором объеме среды, равна суммарной кинетической энергии ионизирующих частиц, образованных в том же объеме. Условию (1.5) соответствует полное поглощение средой всех электронов, образовавшихся как в результате непосредственного взаимодействия  $\gamma$ -излучения с веществом, так и при процессах вторичной ионизации (обусловленной фотоэлектронами, комптон-электронами, а также электронами и позитронами, появившимися в результате процесса образования пар). Электронное равновесие может иметь место при облучении потоком  $\gamma$ -квантов неограниченно протяженной, однородной по атомному составу и плотности среды (например, воздуха).

Принимая во внимание, что энергетический эквивалент рентгена составляет 88 эрг/г возд, а 1 рад соответствует 100 эрг/г, для случая электронного равновесия можно записать следующее соотношение между экспозиционной дозой, выраженной в рентгенах, и поглощенной дозой в воздухе, выраженной в рэдах:

$$D_{\Pi, \text{возд}} (\text{рад}) = 0,88 D_{\text{Р}} (\text{Р}). \quad (1.6)$$

Для других веществ в соотношение между поглощенной и экспозиционной дозой следует ввести коэффициент  $f'$ :

$$D_{\Pi} (\text{рад}) = f' D_{\Pi, \text{возд}} (\text{рад}) = 0,88 f' D_{\text{Р}} (\text{Р}). \quad (1.7)$$

Величину  $f'$  можно рассчитать; она зависит от энергии  $\gamma$ -излучения и природы облучаемого объекта. Для  $\gamma$ -квантов с энергиями от 0,2 до 3,0 МэВ и веществ, входящих в состав биологической ткани (вода, мышцы, кости), величина этого множителя лишь незначительно превышает единицу и остается практически постоянной, так что произведение  $0,88 f' = f$  близко к единице (точнее, оно изменяется в интервале значений 0,93 — 0,98). Поэтому приближенно можно принять, что для биологической ткани поглощенная доза, выраженная в рэдах, численно равна экспозиционной дозе в воздухе, измеренной в рентгенах:

$$D_{\Pi, \text{биол. тк}} (\text{рад}) \approx D_{\text{Р}} (\text{Р}). \quad (1.8)$$

## 2. КОЭФФИЦИЕНТ КАЧЕСТВА. БИОЛОГИЧЕСКИЙ ЭКВИВАЛЕНТ РАДА

При одном и том же количестве энергии излучения, поглощенной тканью, биологическое действие разных видов излучения оказывается неодинаковым. Так,  $\alpha$ -частицы (или нейтроны) вызывают при одной и

той же поглощенной дозе гораздо более сильное биологическое действие, чем  $\beta$ -частицы или  $\gamma$ -кванты.

Чтобы установить связь между дозами различных видов излучения, вызывающими одинаковый биологический эффект, пользуются понятием коэффициента качества излучения КК. Коэффициент качества КК — величина, определяющая зависимость биологического эффекта облучения организма данным видом ионизирующего излучения от линейной передачи энергии (ЛПЭ) этого вида излучения. При этом под ЛПЭ понимают среднюю энергию, передаваемую среде движущейся частицей или квантом на единице длины своего пути (обычно на пути в 1 микрометр, мкм). Величина КК для рентгеновского или  $\gamma$ -излучения принята равной 1. Таким образом, коэффициент качества показывает, во сколько раз излучение, характеризующееся данным значением ЛПЭ, биологически эффективнее, чем рентгеновское или  $\gamma$ -излучение (табл. 1).

Таблица 1

Зависимость коэффициента качества КК от ЛПЭ

ЛПЭ, кэВ/мкм воды	3,5 или меньше	7	23	53	175
Коэффициент качества КК . . . . .	1	2	5	10	20

Для оценки биологического действия излучения любого вида или смешанного излучения введено понятие эквивалентной дозы. Единицей эквивалентной дозы служит биологический эквивалент рада. Биологический эквивалент рада (бэр) — поглощенная доза любого ионизирующего излучения, которая обладает той же биологической эффективностью, что и 1 рад рентгеновского или  $\gamma$ -излучения.

Для излучения одного вида эквивалентная доза в бэрах связана с поглощенной дозой в радах соотношением

$$D_{\text{ЭКВ}} (\text{бэр}) = D_{\text{П}} (\text{рад}) \text{ КК}, \quad (1.9)$$

где КК — коэффициент качества данного вида излучения (табл. 2). По определению, для рентгеновского или  $\gamma$ -излучения  $D_{\gamma} (\text{рад}) = D_{\gamma} (\text{бэр})$ .

Таблица 2

Коэффициенты качества КК различных видов ионизирующих излучений

Виды излучения	КК
Рентгеновское и $\gamma$ -излучение . . . . .	1
$\beta$ -Частицы и электроны . . . . .	1
Тепловые нейтроны . . . . .	3
Быстрые нейтроны . . . . .	10
$\alpha$ -Частицы и протоны ( $E \leq 10$ МэВ) . . . . .	10

Эквивалентная доза смешанного ионизирующего излучения определяется суммой произведений поглощенных доз  $D_{п, i}$  отдельных видов излучения на соответствующие значения коэффициентов качества  $КК_i$  этих видов излучения:

$$D_{\text{экрв}} = \sum_i D_{п, i} КК_i. \quad (1.10)$$

### 3. ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМЫЕ ДОЗЫ

Организация работ с радиоактивными веществами, обеспечивающая максимально возможную безопасность, регламентируется «Нормами радиационной безопасности», введенными в действие в 1969 г. (сокращенно НРБ — 69) и «Основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений», утвержденными в 1972 г. (сокращенно ОСП — 72).

Для людей, работающих или имеющих контакт с источниками ионизирующих излучений, согласно НРБ—69 установлены предельно допустимые дозы внешнего и внутреннего облучения, выраженные в биологических эквивалентах рада. *Предельно допустимая доза ПДД ( $D_{п.л.}$ )* — это годово́й уровень облучения, не вызывающий при равномерном накоплении дозы в течение 50 лет обнаруживаемых современными методами неблагоприятных изменений в состоянии здоровья самого облучаемого и его потомства.

Уровень предельно допустимой дозы зависит от группы органов или тканей, подвергающихся облучению (в этом случае их называют *критическими* органами). Выделены 4 группы критических органов. К I группе относятся критические органы, облучение которых наиболее опасно для здоровья: все тело, гонады, красный костный мозг; к III группе — костная ткань, щитовидная железа и кожный покров всего тела (кроме кожи кистей и предплечий, лодыжек и стоп); к IV группе — кисти, предплечья, лодыжки и стопы. Ко II группе относится любой отдельный орган, кроме тех, которые отнесены к I, III или IV группам; в частности, во II группу входят легкие, желудочно-кишечный тракт, почки, хрусталик глаза. Предельно допустимые дозы годового облучения для различных групп критических органов приведены в табл. 3.

Таблица 3

Предельно допустимые дозы облучения лиц, работающих или имеющих контакт с источниками ионизирующих излучений

Группа критических органов или тканей	I	II	III	IV
Предельно допустимая доза облучения, бэр/год . . . . .	5	15	30	75

Допускается получение отдельными работниками (за исключением женщин в возрасте до 30 лет) в течение одного квартала дозы, превышающей четвертую часть годовой предельно допустимой дозы. Так,

для I группы критических органов предельно допустимая доза, которая может быть получена однократно или в течение квартала, составляет 3 бэр при условии, что годовая доза облучения не будет превышать 5 бэр.

Величина ПДД 5 бэр за год является исходной при расчетах, связанных с обеспечением защиты от ионизирующих излучений. (Заметим, что доза 5 бэр примерно в 30 раз превышает годовую дозу от фоновых излучений и в 30 раз ниже доз однократного облучения, которые способны вызвать симптомы лучевой болезни.)

Если при оценке допустимого времени пребывания вблизи источников ионизирующего излучения, допустимого расстояния от работающего до источника радиоактивности, а также необходимой толщины защитных экранов предполагается, что работа проводится с открытыми источниками и возможность внутреннего облучения исключена, то в качестве предельно допустимых используют мощности дозы, соответствующие (при хроническом облучении) ПДД 5 бэр за год. При этом условии предельно допустимая мощность дозы составляет  $D_{\text{пд}} = 100$  мбэр/неделя или (при 6-дневной 36-часовой рабочей неделе)  $D_{\text{пд}} = 17$  мбэр/день и  $D_{\text{пд}} = 2,8$  мбэр/ч.

В общем случае предельно допустимая доза складывается из доз, создаваемых различными источниками ионизирующего излучения как в результате внешнего облучения, так и при поступлении радиоактивных веществ в организм. Сюда же входят дозы, создаваемые фоновыми излучениями — естественными (космическое излучение, радиоактивность горных пород и т. п.) и искусственными. Поэтому ОСП-72 устанавливает, что при проектировании защиты от внешних источников ионизирующих излучений в помещениях постоянного пребывания персонала (36-часовая рабочая неделя) мощность дозы на поверхности защиты не должна превышать 1,4 мбэр/ч, т. е. должна быть вдвое ниже мощности дозы, включающей воздействие на работающих всех источников ионизирующего излучения. Таким образом создается резерв дозы, который может быть использован для компенсации возможного внутреннего или внешнего облучения от неучтенных источников ионизирующего излучения.

Предельно допустимая доза представляет собой верхний предел безопасного уровня облучения организма. Конечно, эта величина в известной мере относительна — она определяется состоянием современных знаний о биологических последствиях облучения. Поэтому при любых операциях с радиоактивными веществами или другими источниками ионизирующих излучений (рентгеновские установки, источники нейтронов и т. д.) следует стремиться к тому, чтобы величина дозы, получаемой работающим, была не только ниже предельно допустимой, но и по возможности минимальной. Заметим, что снижение облучения ниже ПДД не снимает с работающего льгот, связанных с характером работы (меньшая продолжительность рабочего дня, спецпитание и др.).

Для удобства контроля за состоянием внешней среды установлены *среднегодовые допустимые концентрации* СДК радиоактивных изотопов в воздухе рабочих помещений. В основе расчета значений СДК

лежит требование, чтобы при систематическом поступлении в организм какого-либо радиоактивного изотопа годовая доза облучения не превысила ПДД. Значения среднегодовых допустимых концентраций в воздухе рабочих помещений для различных изотопов лежат в интервале от  $2 \cdot 10^{-6}$  ( $^3\text{H}$ ) до  $6 \cdot 10^{-16}$  ( $^{242}\text{Cm}$ ) К/л. Подробные таблицы с указанием среднегодовых допустимых концентраций радиоактивных изотопов приведены в НРБ-69.

### § 3. Расчет доз, создаваемых источниками $\beta$ - и $\gamma$ -излучения

#### 1. Интенсивность и плотность потока излучения

Дозы, создаваемые источниками ионизирующего излучения, зависят от интенсивности потока излучения. Под *интенсивностью излучения*  $J$  понимают количество энергии, переносимое излучением данного вида в 1 с через площадку  $1 \text{ см}^2$ , ориентированную нормально к направлению падения излучения. Интенсивность можно найти, если известна энергия излучения  $E$  (МэВ) и *плотность потока излучения*  $F$ , т. е. количество частиц или квантов, пересекающих в 1 с площадку в  $1 \text{ см}^2$ , расположенную под прямым углом к направлению падения излучения. Для моноэнергетического излучения

$$J = EF \text{ (МэВ/см}^2 \cdot \text{с)}, \quad (1.11)$$

а для излучения с дискретным спектром, в котором доля частиц или квантов с энергией  $E_i$  равна  $n_i$ ,

$$J = F \sum_i n_i E_i. \quad (1.12)$$

Полный поток энергии, создаваемый точечным источником активностью  $a$  (расп/с), составляет

$$J_{\text{полн}} = a \sum_i p_i E_i,$$

где  $p_i$  — число частиц или квантов данной энергии, приходящихся в среднем на один акт распада. Этот поток переносится излучением через сферу радиуса  $r$  (см), площадь которой равна  $4 \pi r^2$ . Поэтому интенсивность потока излучения на расстоянии  $r$  от точечного источника активностью  $a$  определяется как

$$J = \frac{J_{\text{полн}}}{4\pi r^2} = \frac{a}{4\pi r^2} \sum_i p_i E_i. \quad (1.13)$$

Зная интенсивность потока излучения  $J$ , легко рассчитать полную энергию  $\mathcal{E}$ , переносимую излучением за время  $t$  (с) через поверхность площадью  $s$  ( $\text{см}^2$ ):

$$\mathcal{E} = Jst. \quad (1.14)$$

Далее можно перейти к вычислению поглощенных доз.

При условии электронного равновесия в поглощающей среде (см. § 2, 1 этой главы), используя формулы (1.5), (1.3) и (1.1), можно получить следующее соотношение:

$$D = \left( \frac{\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e}}{\Delta m} \right)_{\text{возд}} = \frac{\Delta \mathcal{E}_{e, \text{погл}}}{\Delta m}. \quad (1.15)$$

Таким образом, для расчета дозы, создаваемой потоком  $\gamma$ -излучения, необходимо определить энергию  $\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e}$ , затраченную на образование корпускулярного излучения в некоторой массе воздуха. Эту энергию можно найти, если известны потери интенсивности потока  $\gamma$ -излучения за счет поглощения в слое воздуха заданной толщины. Снижение интенсивности параллельного потока моноэнергетического  $\gamma$ -излучения, проходящего в среде расстояние  $l$  (см), подчиняется зависимости

$$\Delta J = J_0 (1 - e^{-\mu'_e l}), \quad (1.16)$$

где  $J_0$  — начальная интенсивность, а  $\mu'_e$  (см<sup>-1</sup>) — *линейный коэффициент истинного поглощения (электронного преобразования)*. Коэффициент электронного преобразования составляет лишь часть полного коэффициента ослабления  $\gamma$ -излучения, который можно представить как сумму:

$$\mu' = \mu'_e + \mu'_k.$$

Часть энергии, связанная с величиной  $\mu'_k$  (вероятностью преобразования первичного  $\gamma$ -излучения во вторичное квантовое излучение), не участвует в создании дозы и поэтому здесь не рассматривается. Численные значения  $\mu'_e$  в воздухе приведены в табл. П.6.

Из (1.14) и (1.16) следует, что энергия  $\gamma$ -излучения, вызывающая корпускулярную эмиссию в объеме воздуха протяженностью  $l$  и площадью поперечного сечения  $s$ , составляет

$$\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e} = J_0 s t (1 - e^{-\mu'_e l}). \quad (1.17)$$

Принимая во внимание, что при  $\mu'_e l < 0,1$  справедливо приближенное равенство  $1 - e^{-\mu'_e l} = \mu'_e l$ , находим:

$$\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e} = J_0 s t \mu'_e l \text{ (МэВ)}. \quad (1.18)$$

Если  $\rho$  (г/см<sup>3</sup>) — плотность облученного вещества, то его масса равна

$$\Delta m = s t \rho. \quad (1.19)$$

Подставляя выражения (1.18) и (1.19) в (1.15) и учитывая, что в соответствии с (1.11)  $J_0 = EF$ , получаем для экспозиционной дозы и поглощенной дозы в воздухе

$$D = \frac{J_0 \mu'_e t}{\rho} = EF \mu_e t \text{ (МэВ/г)}, \quad (1.20)$$

где  $\mu_e = \mu'_e / \rho$  — *массовый коэффициент истинного поглощения*, (см<sup>2</sup>/г).

Формула (1.20) позволяет рассчитывать дозу, создаваемую параллельным потоком моноэнергетических фотонов. Пользуясь ею, можно вычислить, например, плотность потока  $\gamma$ -квантов с энергией  $E$ , МэВ, создающего дозу мощностью 1 рад/с,  $F_{\gamma}$  (1 рад/с). Полагая в (1.20)  $D_p = 1$  рад,  $t = 1$  с, а также принимая во внимание, что 1 рад = 100 эрг/г и 1 МэВ =  $1,60 \cdot 10^{-6}$  эрг, имеем:

$$F_{\gamma} \text{ (1 рад/с)} = \frac{100}{1,60 \cdot 10^{-6} E_{\mu e} \cdot 1} = 6,25 \cdot 10^7 \frac{1}{E_{\mu e}} \left( \frac{\gamma\text{-квант}}{\text{см}^2 \cdot \text{с}} \right). \quad (1.21)$$

Это выражение может быть использовано для оценки мощности дозы от  $\gamma$ -излучения при измерении его радиометрическими приборами с детекторами, работающими в импульсном режиме. Если детектором с рабочей площадью  $s$ , см<sup>2</sup>\* и эффективностью к регистрации данного вида излучения  $\epsilon$  (см. гл. 3, § 2) зарегистрировано  $I$  имп/с, то, пренебрегая поглощением квантов в стенке детектора, плотность потока излучения  $F_{\gamma}$  можно рассчитать по формуле

$$F_{\gamma} = I / \epsilon s \quad (\gamma\text{-квант/см}^2 \cdot \text{с}). \quad (1.22)$$

Соответствующая мощность дозы равна

$$P_{\gamma} = \frac{F_{\gamma}}{F_{\gamma} \text{ (1 рад/с)}} \quad (\text{рад/с}). \quad (1.23)$$

**Пример 1.** Используя счетчик Гейгера — Мюллера с рабочей поверхностью 4) см<sup>2</sup>, установили, что скорость счета (за вычетом фона) на некотором расстоянии от препарата, содержащего изотоп <sup>51</sup>Cr, оказалась равной 1200 имп/мин. Рассчитаем мощность дозы, создаваемой  $\gamma$ -излучением <sup>51</sup>Cr в окрестности детектора, если эффективность используемого счетчика составляет 0,001.

По формуле (1.22) находим плотность потока регистрируемого излучения:

$$F_{\gamma} = \frac{1200 \overset{1}{\text{имп}}}{60 \cdot 1 \cdot 10^{-3} \cdot 40} \frac{\gamma\text{-квант}}{\text{см}^2 \cdot \text{с}} = 0,5 \cdot 10^9 \frac{\gamma\text{-квант}}{\text{см}^2 \cdot \text{с}}.$$

Чтобы вычислить плотность потока  $\gamma$ -излучения <sup>51</sup>Cr, создающего дозу мощностью 1 рад/с, необходимо знать величину массового коэффициента истинного поглощения  $\gamma$ -излучения. Обращаясь к табл. П. 1, находим, что энергия  $\gamma$ -излучения, испускаемого <sup>51</sup>Cr, равна 0,32 МэВ. Для  $\gamma$ -квантов с такой энергией линейный коэффициент истинного поглощения в воздухе  $\mu'_e$  (см. табл. П. 6) составляет  $3,74 \cdot 10^{-5}$  см<sup>-1</sup>. Учитывая, что плотность воздуха  $\rho = 0,001293$  г/см<sup>3</sup>, получим

$$\mu_e = \frac{3,74 \cdot 10^{-5}}{1,293 \cdot 10^{-3}} \approx 2,9 \cdot 10^{-2} \text{ см}^2/\text{г}.$$

Подставляя значения  $E_{\gamma}$  и  $\mu_e$  в формулу (1.21), найдем

$$F_{\gamma} \text{ (рад/с)} = 6,25 \cdot 10^7 \frac{1}{0,32 \cdot 2,9 \cdot 10^{-2}} = 6,74 \cdot 10^9 \frac{\gamma\text{-квант}}{\text{см}^2 \cdot \text{с}}.$$

В соответствии с (1.23) мощность поглощенной дозы в воздухе равна

$$P_{\gamma} = \frac{0,5 \cdot 10^9}{6,74 \cdot 10^9} = 0,074 \cdot 10^{-6} \text{ рад/с} = 0,074 \text{ мкрад/с}.$$

Значение дозы в биологической ткани будет близким к этому значению.

\* При регистрации  $\gamma$ -излучения ионизационным детектором за рабочую площадь детектора следует принимать всю площадь катода.

Заметим, что полученная в примере величина мощности поглощенной дозы в 10 раз ниже предельно допустимой мощности дозы, рассчитанной в предположении, что работа с радиоактивностью проводится в течение года при условии 36-часовой рабочей недели. Действительно, исходя из предельно допустимой дозы 2,8 мбэр/ч (см. § 2, 3 этой главы) и учитывая, что для  $\gamma$ -излучения коэффициент качества  $КК = 1$ , найдем:

$$P_{\text{пд}} = 2,8 \text{ мбэр}/3600\text{с} \approx 0,8 \text{ мкбэр}/\text{с} = 0,8 \text{ мкрад}/\text{с}.$$

### 3. ДОЗА ОТ ТОЧЕЧНОГО ИСТОЧНИКА СО СЛОЖНЫМ СОСТАВОМ $\gamma$ -ИЗЛУЧЕНИЯ. ИОНИЗАЦИОННАЯ ПОСТОЯННАЯ И ГАММА-ЭКВИВАЛЕНТ

Рассмотрим теперь расчет дозы от точечного источника с дискретным спектром излучения. В этом случае интенсивность потока определяется выражением (1.13). Предположим, что поглощением  $\gamma$ -квантов в среде между источником излучения и объектом облучения можно пренебречь (для воздуха это предположение справедливо, если расстояние между источником и объектом облучения не превышает 10 м). Тогда, подставляя (1.13) в (1.20) и внося массовые коэффициенты истинного поглощения  $\mu_{e,i}$  каждой  $i$ -й линии спектра под знак суммы (поскольку они зависят от энергии  $\gamma$ -излучения), получим

$$D = \frac{at}{4\pi r^2} \sum_i p_i E_i \mu_{e,i} \text{ (МэВ/г)}. \quad (1.24)$$

Из выражения (1.24) видно, что доза, создаваемая  $\gamma$ -излучением различных изотопов равной активности  $a$  (расп/с), зависит от доли  $\gamma$ -квантов  $p_i$ , приходящихся на один акт распада, и от энергии  $\gamma$ -квантов  $i$ -й линии спектра. Поэтому в формуле (1.24) целесообразно выделить некоторую величину, зависящую только от характеристик данного радиоактивного изотопа. Подставляя в (1.24)  $D$  (МэВ/г) =  $\frac{88}{1,60 \cdot 10^{-6}} D$  (P) (см. § 2, 1 этой главы),  $a = 3,7 \cdot 10^7 Q$  (где  $Q$ , мКи — активность источника излучения в милликюри) и  $t$  (с) =  $3600 \cdot t$  (ч), можно записать

$$\frac{D(P) r^2 \text{ (см}^2\text{)}}{t \text{ (ч)} Q \text{ (мКи)}} = \frac{1,60 \cdot 10^{-6} \cdot 3,7 \cdot 10^7 \cdot 3600}{88 \cdot 4\pi} \sum_i p_i E_i \mu_{e,i} = 193 \sum_i p_i E_i \mu_{e,i} \equiv K_\gamma. \quad (1.25)$$

Величина  $K_\gamma$  в правой части выражения (1.25) называется *ионизационной постоянной*, или *гамма-постоянной*. Ионизационная постоянная равна мощности экспозиционной дозы в P/ч, создаваемой  $\gamma$ -излучением данного радиоактивного изотопа на расстоянии 1 см от точечного источника активностью в 1 мКи. Ее размерность P · см<sup>2</sup>/ч · мКи.

Ионизационные постоянные для различных изотопов можно рассчитать по формуле (1.25) или определить экспериментально. Значения ионизационных постоянных приводятся в справочных таблицах. На рис. 1 показана зависимость величины  $K_\gamma$  от энергии моноэнергети-

ческих  $\gamma$ -квантов. Если  $\gamma$ -излучение имеет сложный состав, то полная гамма-постоянная может быть найдена по формуле

$$K_\gamma = \sum_i p_i K_{\gamma_i}^* = \sum_i K_{\gamma_i}, \quad (1.26)$$

где  $K_{\gamma_i}^*$  — ионизационные постоянные, соответствующие энергии  $i$ -й линии  $\gamma$ -спектра при условии выхода в 1  $\gamma$ -квант на 1 распад (рис. 1), а  $K_{\gamma_i} = p_i K_{\gamma_i}^*$  — дифференциальные гамма-постоянные, характеризующие вклад, который вносит в полную гамма-постоянную каждая  $i$ -я энергетическая компонента.

**Пример 2.** Определим ионизационную постоянную для изотопа  $^{59}\text{Fe}$ .

Как следует из данных табл. П.1,  $\gamma$ -излучение  $^{59}\text{Fe}$  (если пренебречь компонентами, суммарный выход которых не превышает 1%) имеет следующий состав:  $E_{\gamma_1} = 0,19$  Мэв (2,5%);  $E_{\gamma_2} = 1,10$  Мэв (56%);  $E_{\gamma_3} = 1,29$  Мэв (44%); таким образом  $p_1 = 0,025$ ;  $p_2 = 0,56$ ;  $p_3 = 0,44$ .

Из графика зависимости ионизационной постоянной от энергии  $\gamma$ -квантов (рис. 1) находим:

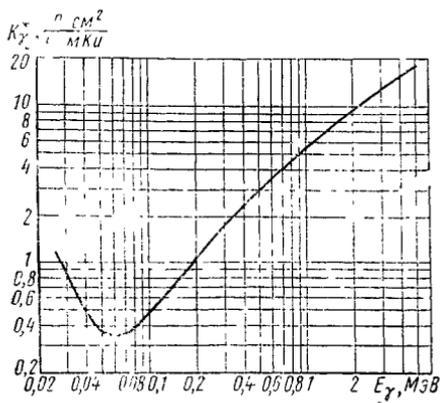


Рис. 1 Зависимость гамма-постоянной для изотопов, испускающих моноэнергетическое излучение с выходом 1  $\gamma$ -квант на распад, от энергии  $\gamma$ -квантов

$$K_{\gamma_1}^* = 1,0 \frac{\text{P} \cdot \text{см}^2}{\text{ч} \cdot \text{мКи}}; \quad K_{\gamma_2}^* = 5,9 \frac{\text{P} \cdot \text{см}^2}{\text{ч} \cdot \text{мКи}}; \quad K_{\gamma_3}^* = 6,8 \frac{\text{P} \cdot \text{см}^2}{\text{ч} \cdot \text{мКи}}.$$

Подставляя значения  $K_{\gamma_i}$  и  $p_i$  в формулу (1.26), получим

$$K_\gamma = 0,025 \cdot 1,0 + 0,56 \cdot 5,9 + 0,44 \cdot 6,8 = 6,3 \text{ P} \cdot \text{см}^2 / \text{ч} \cdot \text{мКи},$$

что близко к табличному значению  $6,25 (\text{P} \cdot \text{см}^2) / (\text{ч} \cdot \text{мКи})$ .

Значения полных гамма-постоянных для некоторых радиоактивных изотопов приведены в табл. П.7.

Зная гамма-постоянную, можно рассчитать экспозиционную дозу, создаваемую  $\gamma$ -излучением радиоактивного изотопа на расстоянии  $r$  от источника. На основании (1.25)

$$D_0 = \frac{K_\gamma Q t}{r^2} \quad (\text{P}) \quad (1.27)$$

где  $Q$  — активность препарата в мКи;  $K_\gamma$  — ионизационная постоянная [ $(\text{P} \cdot \text{см}^2) / (\text{ч} \cdot \text{мКи})$ ];  $t$  — время в ч и  $r$  — расстояние в см. Согласно (1.8) полученное выражение пригодно и для приближенной оценки дозы в радах, поглощенной биологической тканью.

**Пример 3.** Рассчитаем дозу, создаваемую за 30 мин на расстоянии 30 см от источника  $^{59}\text{Fe}$  активностью 10 мКи.

Здесь  $Q = 10$  мКи,  $t = 0,5$  ч,  $r = 30$  см,  $K_\gamma = 6,25$  (Р · см<sup>2</sup>)/(ч · мКи) (табл. П.7).

Подставляя эти значения в формулу (1.27), имеем

$$D_3 = \frac{10 \cdot 6,25 \cdot 0,5}{30^2} = 0,035 \text{ Р.}$$

Активность, выраженная в единицах кюри, не дает представлений о дозиметрической характеристике  $\gamma$ -излучающих препаратов, содержащих различные изотопы. Поэтому для выражения активности  $\gamma$ -излучателей часто пользуются понятием *гамма-эквивалента*. Два препарата 1 и 2 имеют одинаковый гамма-эквивалент, если они при тождественных условиях измерения создают одну и ту же мощность дозы облучения. В этом случае, как следует из (1.27),

$$K_{\gamma_1} Q_1 = K_{\gamma_2} Q_2. \quad (1.28)$$

За единицу гамма-эквивалента  $M$  принят миллиграмм-эквивалент радия. *Миллиграмм-эквивалент радия* определяется как гамма-эквивалент радиоактивного препарата,  $\gamma$ -излучение которого при тождественных условиях измерения создает такую же мощность дозы, что и  $\gamma$ -излучение 1 мг радия, находящегося в равновесии с короткоживущими продуктами распада и помещенного в ампулу с платиновыми стенками толщиной 0,5 мм, играющими роль фильтра.

Точечный источник в 1 мг радия, находящегося в равновесии с продуктами своего распада, после прохождения излучения через платиновый фильтр толщиной 0,5 мм создает в воздухе на расстоянии 1 см мощность дозы 8,4 Р/ч. Таким образом, если активность источника  $\gamma$ -излучения составляет  $Q$  мКи, а гамма-эквивалент этого источника равен  $M$  мг-экв радия, то

$$8,4M = K_\gamma Q. \quad (1.29)$$

Если известен гамма-эквивалент источника (выраженный в мг-экв радия), то для расчета дозы облучения, создаваемой точечным  $\gamma$ -излучателем, используют следующую формулу [полученную комбинированием (1.27) и (1.29)]:

$$D_3 = \frac{8,4 M t}{r^2} \text{ (Р)}. \quad (1.30)$$

**Пример 4.** Найдем гамма-эквивалент источника  $^{59}\text{Fe}$  активностью 10 мКи. Так как для изотопа  $^{59}\text{Fe}$   $K_\gamma = 6,25$  (Р · см<sup>2</sup>/ч · мКи) (табл. П.7), то на основании соотношения (1.29)

$$M = \frac{6,25 \cdot 10}{8,4} = 7,45 \text{ мг-экв Ra.}$$

#### 4. ДОЗА ОТ ВНЕШНЕГО ИСТОЧНИКА $\beta$ -ИЗЛУЧЕНИЯ

Расчет доз от  $\beta$ -излучения характеризуется некоторыми особенностями, связанными со свойствами  $\beta$ -частиц. Во-первых, вследствие того, что  $\beta$ -излучение имеет непрерывный спектр, в формулы для расчета доз следует вводить не максимальную энергию  $\beta$ -спектра, а среднюю энергию  $\bar{E}$ , равную  $0,4 E_{\text{max}}$ . Во-вторых, при расчете доз от точеч-

ного источника, находящегося на расстоянии  $r$  от объекта облучения, нельзя пренебрегать поглощением  $\beta$ -излучения в слое воздуха между источником и облучаемым объектом. Заметим также, что при расчете доз от внешних источников  $\beta$ -излучения приближенно можно считать, что толщина облучаемого объекта равна слою полного поглощения  $\beta$ -частиц  $R_{\max}$ .

С учетом этих особенностей из (1.14) и (1.11) можно получить выражение для энергии  $\beta$ -излучения, поглощаемой в слое, равном максимальному пробегу  $\beta$ -частиц:

$$\mathcal{E} = Jst = 0,4 E_{\max} Fst. \quad (1.31)$$

Масса слоя вещества площадью  $s$  ( $\text{см}^2$ ) и толщиной  $R_{\max}$  ( $\text{г}/\text{см}^2$ ) равна

$$\Delta m = sR_{\max} \quad (1.32)$$

и, таким образом, энергия, поглощенная в единице массы,

$$D_{\text{ц}} = \frac{Jt}{R_{\max}} = \frac{0,4 E_{\max} Ft}{R_{\max}} \quad (\text{МэВ}/\text{г}). \quad (1.33)$$

Плотность потока  $\beta$ -частиц с максимальной энергией  $E_{\max}$  ( $\text{МэВ}$ ), создающего дозу мощностью  $I$  рад/с, может быть подсчитана по формуле

$$F_{\beta} \text{ (1 рад/с)} = \frac{100 R_{\max}}{1,60 \cdot 10^{-6} \cdot 0,4 E_{\max} \cdot I} = 1,56 \cdot 10^8 \frac{R_{\max}}{E_{\max}} \left( \frac{\beta\text{-частиц}}{\text{см}^2 \cdot \text{с}} \right) \quad (1.34)$$

(сопоставьте полученное уравнение с формулой 1.21).

**Пример 5.** Сравним плотности потоков  $\gamma$ -квантов и  $\beta$ -частиц с энергиями  $E_{\gamma} = E_{\beta, \max} = 1 \text{ МэВ}$ , необходимых для создания дозы мощностью  $1 \text{ рад/с}$ .

Из таблицы П.6 находим, что линейный коэффициент истинного поглощения в воздухе  $\gamma$ -квантов с энергией  $1 \text{ МэВ}$  равен  $\mu'_e = 3,57 \cdot 10^{-5} \text{ см}^{-1}$ ; тогда массовый коэффициент истинного поглощения

$$\mu_e = \frac{\mu'_e}{\rho_{\text{возд}}} = \frac{3,57 \cdot 10^{-5} \text{ см}^{-1}}{0,001293 \text{ г}/\text{см}^3} = 2,76 \cdot 10^{-2} \text{ см}^2/\text{г}.$$

Будем полагать, что это значение  $\mu_e$  пригодно и для биологической ткани. В табл. П.4 находим величину максимального пробега в алюминии  $\beta$ -излучения с  $E_{\max} = 1 \text{ МэВ}$ :  $R_{\max} = 410 \text{ мг}/\text{см}^2 = 0,41 \text{ г}/\text{см}^2$ ; приблизительно такую же величину будет иметь максимальный пробег в биологической ткани. Подставляем найденные величины в формулы (1.21) и (1.34):

$$F_{\gamma} \text{ (1 рад/с)} = 6,25 \cdot 10^7 \frac{1}{1,2,76 \cdot 10^{-2}} = 23 \cdot 10^8 \text{ } \gamma\text{-квант}/(\text{см}^2 \cdot \text{с});$$

$$F_{\beta} \text{ (1 рад/с)} = 1,56 \cdot 10^8 \frac{0,41}{1} = 0,64 \cdot 10^8 \text{ } \beta\text{-част}/(\text{см}^2 \cdot \text{с}).$$

Из результатов, полученных в рассмотренном примере, можно сделать вывод, что на расстояниях, меньших, чем слой полного поглощения  $\beta$ -частиц, доза от  $\beta$ -излучения может в десятки раз превышать дозу от  $\gamma$ -излучения одинаковой активности.

Обратимся теперь к расчету дозы от точечного источника со сложным составом  $\beta$ -излучения. Чтобы получить соответствующую фор-

мулу, подставим в (1.33) значение  $J$  из (1.13) и внесем зависящие от энергии величины  $R_{\max}$  под знак суммы. Кроме того, под знак суммы следует внести коэффициенты, характеризующие ослабление  $\beta$ -излучения в слое воздуха между источником излучения и облучаемым объектом (в первом приближении принимаю, что интенсивность точечного источника  $\beta$ -излучения экспоненциально падает с расстоянием от источника  $r$ , см). Окончательно получаем

$$D_{\Pi} = \frac{at}{4\pi r^2} \sum_i \frac{\rho_i (0,4 E_{\max, i}) e^{-\mu'_i r}}{R_{\max, i}}, \quad (1.35)$$

где  $\mu'_i$  (см<sup>-1</sup>) — линейный коэффициент ослабления в воздухе  $\beta$ -излучения  $i$ -й максимальной энергии  $E_{\max, i}$ ;  $R_{\max, i}$  — максимальный пробег в данном веществе (или в биологической ткани)  $\beta$ -излучения с энергией  $E_{\max, i}$ ;  $\rho_i$  — число частиц, относящихся к группе с  $i$ -й максимальной энергией, которое приходится на 1 акт распада.

Значения максимальных пробегов  $R_{\max}$  для алюминия приведены в табл. П.4. При расчетах, не нуждающихся в особой точности, этими же значениями пользуются и для других веществ (в частности, для воздуха). Линейные коэффициенты ослабления можно определять исходя из массовых коэффициентов ослабления  $\mu$  (их значения также приведены в табл. П.4); учитывая плотность  $\rho$  данного вещества, получают  $\mu' = \mu\rho$ .

Выражая в (1.35) активность источника излучения в единицах милликюри, а время — в часах и переходя к поглощенной дозе в рэдах, получим

$$\begin{aligned} D_{\Pi} &= \frac{1,60 \cdot 10^{-6} \cdot 3,7 \cdot 10^7 \cdot Q \cdot 3600 t \cdot 0,4}{100 \cdot 4\pi r^2} \sum_i \frac{\rho_i E_{\max, i} e^{-\mu'_i r}}{R_{\max, i}} = \\ &= 68 \frac{Qt}{r^2} \sum_i \frac{\rho_i E_{\max, i}}{R_{\max, i}} e^{-\mu'_i r} \quad (\text{рад}). \end{aligned} \quad (1.36)$$

Здесь  $Q$  — активность источника (мКи);  $t$  — время (ч);  $E_{\max}$  — максимальная энергия  $\beta$ -излучения (МэВ);  $R_{\max}$  — максимальный пробег (г/см<sup>2</sup>);  $\mu'$  — линейный коэффициент ослабления (см<sup>-1</sup>);  $r$  — расстояние до источника (см).

**Пример 6.** Рассчитаем дозу, которую получают руки экспериментатора при работе в течение 0,5 ч на расстоянии 20 см от источника, содержащего 10 мКи <sup>90</sup>Sr (в равновесии с <sup>90</sup>Y).

Из табл. П.1 находим характеристики излучения <sup>90</sup>Sr и <sup>90</sup>Y:

$$\begin{aligned} E_{\max} (^{90}\text{Sr}) &= 0,535 \text{ МэВ}, \quad \rho (^{90}\text{Sr}) = 1; \\ E_{\max} (^{90}\text{Y}) &= 2,260 \text{ МэВ}, \quad \rho (^{90}\text{Y}) = 1. \end{aligned}$$

Обращаясь к табл. П.4, путем линейной интерполяции определим значения массовых коэффициентов ослабления  $\beta$ -излучения в алюминии:

$$\mu (^{90}\text{Sr}) = 40 + (29 - 40) \frac{0,535 - 0,50}{0,60 - 0,50} = 40 - 11 \frac{0,035}{0,10} = 40 - 3,85 \approx 36 \text{ см}^2/\text{г};$$

$$\mu (^{90}\text{Y}) = 5,0 + (4,0 - 5,0) \frac{2,260 - 2,00}{2,50 - 2,00} = 5,0 - 1,0 \frac{0,26}{0,50} = 5,0 - 0,52 \approx 4,5 \text{ см}^2/\text{г}.$$

Приближенно полагая, что указанные значения массовых коэффициентов ослабления в алюминии справедливы и для воздуха, рассчитаем линейные коэффициенты ослабления в воздухе:

$$\mu'(^{90}\text{Sr}) = \mu(^{90}\text{Sr}) \rho_{\text{возд}} = 36 \text{ см}^2/\text{г} \cdot 0,001293 \text{ г}/\text{см}^3 = 0,0465 \text{ см}^{-1};$$

$$\mu'(^{90}\text{Y}) = 4,5 \text{ см}^2/\text{г} \cdot 0,001293 \text{ г}/\text{см}^3 = 0,00582 \text{ см}^{-1}.$$

Найдем значения максимальных пробегов в алюминии  $\beta$ -излучения рассматриваемых изотопов (линейная интерполяция данных табл. П.4):

$$R_{\text{max}}(^{90}\text{Sr}) = 160 + (220 - 160) \frac{0,535 - 0,50}{0,60 - 0,50} = 181 \text{ мг}/\text{см}^2;$$

$$R_{\text{max}}(^{90}\text{Y}) = 950 + (1220 - 950) \frac{2,260 - 2,00}{2,50 - 2,00} = 1090 \text{ мг}/\text{см}^2.$$

Будем считать, что приблизительно таковы же значения максимальных пробегов  $\beta$ -излучения  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{90}\text{Y}$  в биологической ткани.

Подставляя найденные значения в формулу (1.36), получим

$$D_{\text{п}} = 68 \cdot \frac{10 \cdot 0,5}{202} \left( \frac{1 \cdot 0,535}{0,181} e^{-0,0465 \cdot 20} + \frac{1 \cdot 2,260}{1,090} e^{-0,00582 \cdot 20} \right).$$

Чтобы найти значения функций  $e^{-x}$ , воспользуемся табл. П.2:

$$e^{-0,0465 \cdot 20} = e^{-0,930} = 0,395.$$

$$e^{-0,00582 \cdot 20} = e^{-0,116} = 0,891 \text{ (интерполяция)}.$$

Таким образом,

$$D_{\text{п}} = \frac{68 \cdot 10 \cdot 0,5}{400} \left( \frac{0,535 \cdot 0,395}{0,181} + \frac{2,26 \cdot 0,891}{1,090} \right) = 0,85 (1,17 + 1,85) = 2,57 \text{ рад}.$$

## § 4. Защита от излучения

### 1. ЗАЩИТА ВРЕМЕНЕМ И РАССТОЯНИЕМ

Из (1.27) и (1.36) следует, что дозы, создаваемые источниками  $\gamma$ - и  $\beta$ -излучения, пропорциональны количеству радиоактивного изотопа и времени, в течение которого экспериментатор подвергается облучению, и обратно пропорциональны квадрату расстояния до источника излучения.

Таким образом, первые два условия, обеспечивающие безопасность работ с радиоактивными изотопами, можно сформулировать так: необходимо работать с минимально возможными количествами радиоактивных веществ и проводить все операции с радиоактивными веществами по возможности быстро. Каждая стадия предстоящей работы должна быть заранее продумана, обязательно проведен «холодный» опыт, т. е. опыт без радиоактивных веществ, воспроизводящий все детали опыта с радиоактивными веществами. Все необходимые операции нужно стремиться выполнять за такой промежуток времени, в течение которого доза, получаемая работающим, была бы минимальна или, во всяком случае, не превышала предельно допустимого уровня. Этот прием носит название «защиты временем».

Полагая в формулах (1.27) и (1.30)  $D_0 \approx D_{\text{п}} = D_{\text{пд}}$  (бэр), можно рассчитать время, в течение которого работающий может находиться вблизи открытого источника  $\gamma$ -излучения для проведения той или иной операции:

$$t = \frac{D_{\text{пд}} r^2}{K_{\gamma} Q} = \frac{D_{\text{пд}} r^2}{8,4 M} \quad (\text{ч}). \quad (1.37)$$

Здесь  $r$  — расстояние в см от источника до работающего;  $Q$  — активность источника в мКи;  $K_{\gamma}$  — гамма-постоянная радиоактивного изотопа;  $M$  — гамма-эквивалент источника в мг-экв радия;  $D_{\text{пд}}$  — предельно допустимая доза (см. § 2 этой главы).

При работах в лаборатории радиоактивных индикаторов обычно ориентируются на дневную или недельную предельно допустимую дозу, поэтому в дальнейшем при расчетах будем полагать  $D_{\text{пд}} = 0,017$  бэр/день или  $D_{\text{пд}} = 0,1$  бэр/неделя.

**Пример 7.** Вычислим время безопасного пребывания в течение рабочего дня на расстоянии 0,5 м от источника, гамма-эквивалент которого равен 1 мг-экв радия (работа с источником проводится ежедневно в продолжение года).

По формуле (1.37) находим

$$t = (0,017 \cdot 50^2) / (8,4 \cdot 1) = 5,05 \text{ ч} \approx 5 \text{ ч}.$$

Третье условие, способствующее безопасности работы с радиоактивными изотопами, — увеличение расстояния от работающего до источника радиоактивности. Используя соотношения (1.37), можно определить, на каком расстоянии от источника  $\gamma$ -излучения должен находиться работник, чтобы получаемая им доза не превышала предельно допустимого уровня  $D_{\text{пд}}$ :

$$r = \sqrt{\frac{K_{\gamma} Q t}{D_{\text{пд}}}} = \sqrt{\frac{8,4 M t}{D_{\text{пд}}}} \quad (\text{см}). \quad (1.38)$$

**Пример 8.** Найдем, на каком минимальном расстоянии от источника  $\gamma$ -излучения активностью в 1 мг-экв радия можно планировать безопасную работу в течение 6 ч ежедневно.

Используя формулу (1.38), имеем

$$r = \sqrt{\frac{8,4 \cdot 1 \cdot 6}{0,017}} = \sqrt{2960} = 54,4 \text{ см} \approx 55 \text{ см}.$$

Расстояние до источника излучения можно увеличить (и тем самым снизить дозу облучения), если проводить все операции с радиоак-

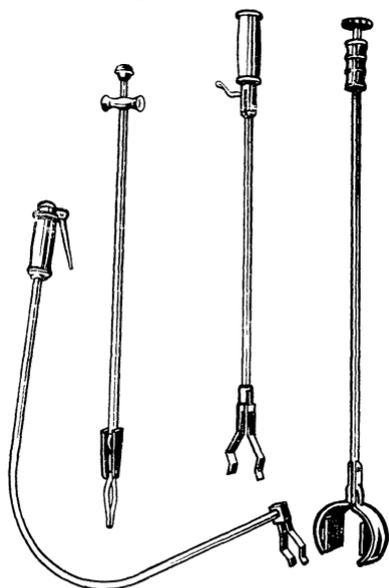


Рис. 2. Захваты и держатели для дистанционной работы с радиоактивными веществами

тивными изотопами при помощи пинцетов, специальных захватов или держателей (рис. 2). Существуют и более сложные дистанционные устройства, в той или иной мере имитирующие действия человеческих рук. Подобные приемы защиты от излучения получили название «защиты расстоянием».

## 2. ЗАЩИТНОЕ ЭКРАНИРОВАНИЕ

«Защита временем» и «защита расстоянием» не всегда позволяют снизить дозу до допустимого уровня, поскольку в реальных ситуациях нельзя безгранично уменьшать продолжительность работы или увеличивать расстояние до объекта исследования. В подобных случаях для защиты работающего используются специальные экраны, ослабляющие интенсивность излучения. Защитное экранирование — главное средство, с помощью которого можно максимально снизить дозу на рабочем месте.

Материал, конструкция и толщина защитных экранов определяются конкретными условиями работы (энергией и характером излучения данного радиоактивного изотопа, продолжительностью работы и т. п.). Описание различных типов защитных экранов, которые используются при работах с радиоактивными изотопами, приводится в § 6, 2 этой главы.

Как правило,  $\alpha$ -излучающие источники (кроме эмануирующих препаратов) не требуют применения специальных защитных экранов, так как полное поглощение потока  $\alpha$ -излучения происходит в слое воздуха толщиной 8 — 10 см. Одежда, резиновые перчатки полностью защищают от внешнего облучения  $\alpha$ -частицами.

При поглощении  $\beta$ -частиц (и электронов конверсии) в веществе возникает так называемое «тормозное» рентгеновское излучение, которое необходимо принимать во внимание при выборе материала экрана. Энергия тормозного излучения лежит в интервале от 0 до  $E_{\max}$   $\beta$ -частиц, а интенсивность пропорциональна атомному номеру вещества-поглотителя и  $E_{\max}^2$ , поэтому для защиты от  $\beta$ -излучения используют материалы с небольшим атомным номером: плексиглас, алюминий и др. В этих материалах тормозное излучение, создаваемое  $\beta$ -излучателями активностью менее 10 мКи, незначительно. Толщина защитных экранов для  $\beta$ -излучения должна быть по крайней мере не меньше максимального пробега  $\beta$ -частиц в данном материале. Величину максимального пробега можно найти из табл. П.4.

$\gamma$ -Излучение лучше всего ослабляется материалами с высоким атомным номером и высокой плотностью. Наиболее часто для экранирования от  $\gamma$ -излучения применяют свинец. Используются также менее дефицитные материалы со средней атомной массой: железо, чугун, бетон.

Сложнее защита от нейтронных источников. Нейтроны слабо поглощаются в веществе, поэтому принцип защиты заключается в предварительном замедлении нейтронов, для чего наиболее пригодны вода, парафин, графит. Замедленные нейтроны затем поглощают веществом с высоким сечением поглощения медленных нейтронов (кадмий, бор).

Поглощение нейтронов в веществе сопровождается ядерными реакциями и испусканием  $\gamma$ -квантов, поэтому чаще применяется комбинированная защита от нейтронных источников, включающая также защиту от  $\gamma$ -излучения. В качестве комбинированной защиты используют следующие сочетания материалов: вода — железо — бетон, графит — железо, вода — свинец, парафин — бор — свинец и др.

В практике работы с радиоактивными веществами наиболее важна защита от  $\gamma$ -излучения. В следующем разделе будут рассмотрены принципы расчета толщины защитных экранов при работе с источниками  $\gamma$ -излучения.

### 3. РАСЧЕТ ЗАЩИТЫ ОТ $\gamma$ -ИЗЛУЧЕНИЯ

При расчете защитных экранов необходимо учитывать различия в ослаблении  $\gamma$ -квантов в условиях узкого и широкого пучков.

Допустим, что необходимо рассчитать толщину защитного экрана, снижающего дозу облучения некоторого объекта  $\gamma$ -квантами, которые испускает точечный источник 1 (рис. 3). Сначала предположим, что между экраном 2 и объектом облучения 4 расположена диафрагма 3, отсекающая рассеянные экраном  $\gamma$ -кванты. Тогда на объект облучения будут попадать практически только  $\gamma$ -кванты, не испытавшие взаимодействия с атомами экрана-поглотителя. Этот пучок, состоящий из одной или нескольких групп моноэнергетических  $\gamma$ -квантов, называют *узким* пучком. Ослабление интенсивности моноэнергетического  $\gamma$ -излучения каждой группы, входящей в узкий пучок, следует экспоненциальному закону

$$J_{\text{узк}} = J_0 e^{-\mu' l}, \quad (1.39)$$

где  $J_0$  — интенсивность  $\gamma$ -излучения в отсутствие экрана;  $J$  — интенсивность излучения, прошедшего через защитный экран толщиной  $l$  (см);  $\mu'$  — линейный коэффициент ослабления  $\gamma$ -излучения,  $\text{см}^{-1}$ . Значения  $\mu'$  для алюминия и свинца в зависимости от энергии  $\gamma$ -излучения приведены в табл. П.5. Поскольку при прохождении через вещество узкого пучка  $\gamma$ -квантов спектральный состав  $\gamma$ -излучения не изменяется, ослабление дозы, создаваемой каждой группой моноэнергетических  $\gamma$ -квантов узкого пучка, также подчиняется экспоненциальному закону. Действительно, умножая обе части (1.39) на значение массового коэффициента истинного поглощения  $\mu_0$ , соответствующее  $\gamma$ -излучению данной энергии, и на время  $t$ , в силу (1.20) и (1.11) получим

$$D_{\text{узк}} = D_0 e^{-\mu' l}. \quad (1.40)$$

Здесь  $D_{\text{узк}}$  — доза, создаваемая узким пучком  $\gamma$ -квантов за защитным экраном толщиной  $l$ ;  $D_0$  — доза в отсутствие экрана.

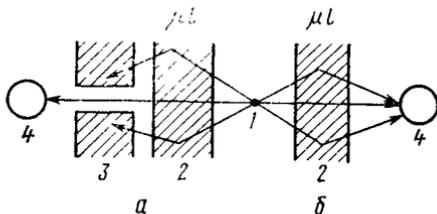


Рис. 3. Прохождение через защитный экран узкого (а) и широкого (б) пучка  $\gamma$ -излучения:

1 — источник излучения; 2 — поглощающий экран; 3 — диафрагма; 4 — объект облучения

Допустим теперь, что диафрагма 3 между экраном 2 и объектом облучения отсутствует. Падающий в таких условиях на облучаемый объект пучок  $\gamma$ -квантов называют *широким*. В состав широкого пучка входит, кроме первичных  $\gamma$ -квантов, также рассеянное  $\gamma$ -излучение интенсивностью  $J_{\text{расс}}$ . Общая интенсивность  $J_{\text{шир}}$  потока  $\gamma$ -квантов, проходящих через защитный экран и падающих на объект облучения широким пучком, равна

$$J_{\text{шир}} = J_0 e^{-\mu' l} + J_{\text{расс}}. \quad (1.41)$$

С учетом рассеянных  $\gamma$ -квантов можно записать следующее выражение для дозы, создаваемой широким пучком  $\gamma$ -излучения:

$$D_{\text{шир}} = D_0 e^{-\mu' l} + D_{\text{расс}}, \quad (1.42)$$

где  $D_0$  — доза без защитного экрана;  $D_{\text{расс}}$  — доза, создаваемая рассеянным излучением.

Отношение  $D_{\text{шир}}/D_{\text{узк}}$ , показывающее, во сколько раз увеличивается доза  $\gamma$ -излучения, создаваемая широким пучком, по сравнению с дозой, создаваемой узким пучком, при использовании защитных экранов одинаковой толщины носит название *дозового фактора накопления* ( $B_D$ ). Поделив (1.42) на (1.40), найдем, что дозовый фактор накопления равен

$$B_D = 1 + \frac{D_{\text{расс}}}{D_0 e^{-\mu' l}}. \quad (1.43)$$

Комбинируя (1.42) и (1.43), ослабление интенсивности в широком пучке  $\gamma$ -излучения можно представить в следующем виде:

$$D_{\text{шир}} = D_0 e^{-\mu' l} B_D. \quad (1.44)$$

Величина дозового фактора накопления зависит от начальной энергии  $\gamma$ -квантов  $E$ , атомного номера материала поглотителя  $Z$  и толщины поглотителя, выраженной в безразмерных единицах  $\mu' l$ . В табл. П.8 указаны значения дозовых факторов накопления для точечных источников моноэнергетического  $\gamma$ -излучения при различных толщинах  $\mu' l$  защиты из свинца и алюминия. Величины линейных коэффициентов ослабления  $\gamma$ -излучения в соответствующих материалах ( $\mu'$ ) могут быть найдены из табл. П.5.

Из данных табл. П.8. видно, что дозовый фактор накопления при больших значениях  $\mu' l$  существенно превышает 1, т. е. доза, создаваемая за защитным экраном рассеянным излучением широкого пучка, намного превышает дозу, создаваемую при тех же условиях излучением узкого пучка.

**Пример 9.** Рассчитаем дозу, создаваемую за 0,5 ч источником  $^{59}\text{Fe}$  активностью 10 мКи, если на расстоянии 30 см от источника расположен свинцовый экран толщиной 2 см.

Так как  $\gamma$ -излучение изотопа  $^{59}\text{Fe}$  имеет сложный состав (см. пример 2), при расчете необходимо учитывать ослабление и накопление дозы, создаваемой каждой энергетической компонентой.

$$D_{\text{шир}} = \sum_i D_{0i} e^{-\mu'_i l} B_{D,i}. \quad (1.45)$$

Поскольку на основании (1.27) и (1.26)

$$D_{0,i} = \frac{Qt}{r^2} \rho_i K_{\gamma_i}^* = \frac{Qt}{r^2} K_{\gamma_i}, \quad (1.46)$$

получаем следующую формулу для вычисления дозы от экранированного источника с излучением, состоящим из нескольких групп моноэнергетических  $\gamma$ -квантов.

$$D_{\text{шпр}} = \frac{Qt}{r^2} \sum_i K_{\gamma_i} e^{-\mu'_i l} B_{D,i} \quad (1.47)$$

Необходимые для расчета численные значения входящих в эту формулу величины приведены в табл. 4.

Таблица 4

Величины, необходимые для расчета дозы за защитным экраном в случае широкого пучка  $\gamma$ -квантов ( $^{59}\text{Fe}$ )

$E_{\gamma_i}$ , МэВ	$\rho_i$	$K_{\gamma_i}^*$ , $\frac{\text{Р} \cdot \text{см}^2}{\text{ч} \cdot \text{мКи}}$	$K_{\gamma_i}$	$\mu'_i$ для свинца, см $^{-1}$	$\mu'_i l$ ( $l = 2$ см)	$e^{-\mu'_i l}$	$B_{D,i}$
1	2	3	4	5	6	7	8
0,19	0,025	1,0	0,03	14,3	28,6	0,0000	—
1,10	0,56	5,9	3,30	0,72	1,44	0,237	1,52
1,29	0,44	6,8	2,99	0,64	1,28	0,278	1,47

Здесь в столбцах 1 и 2 указаны данные, характеризующие состав  $\gamma$ -излучения изотопа  $^{59}\text{Fe}$  (см. табл. П.1). Значения  $K_{\gamma_i}^*$  в столбце 3 получены из графика рис. 1 (см. пример 2). В столбце 4 приведены значения дифференциальных гамма-постоянных  $K_{\gamma_i} = \rho_i K_{\gamma_i}^*$ . Линейные коэффициенты ослабления  $\gamma$ -излучения  $\mu'_i$  (столбец 5) найдены из табл. П.5, причем первый из этих коэффициентов получен путем линейной интерполяции. Для определения значений  $e^{-\mu'_i l}$  (столбец 7) использовалась таблица функции  $e^{-x}$  (табл. П.2). В столбце 8 приведены дозовые факторы накопления для соответствующих энергий  $\gamma$ -квантов. Для  $E_{\gamma} = 0,19$  МэВ значение  $B_D$  не определялось, поскольку используемый поглотитель практически полностью поглощает  $\gamma$ -излучение такой энергии (см. столбец 7). Чтобы оценить значение  $B_D$  для других энергий, можно использовать прием двойной интерполяции данных табл. П. 8. Например, в случае  $E_{\gamma} = 1,29$  МэВ и  $\mu' l = 1,28$  поступаем следующим образом. Из табл. П.8 находим, что при  $\mu' l = 1$  дозовый фактор накопления для  $E_{\gamma} = 1,0$  МэВ равен 1,37, а для  $E_{\gamma} = 2,0$  МэВ  $B_D = 1,39$ . Поправка для энергии 0,29 МэВ в этом случае составляет  $(1,39 - 1,37) \cdot 0,29 = 0,0054 \approx 0,01$ ; следовательно, для  $E_{\gamma} = 1,29$  МэВ и  $\mu' l = 1$   $B_D = 1,37 + 0,01 = 1,38$ . При  $\mu' l = 2$   $B_D$  ( $E_{\gamma} = 1,0$  МэВ) = 1,69,  $B_D$  ( $E_{\gamma} = 2,0$  МэВ) = 1,76, отсюда поправка для энергии 0,29 МэВ равна  $(1,76 - 1,69) \cdot 0,29 = 0,0203 \approx 0,02$  и  $B_D$  ( $E_{\gamma} = 1,29$  МэВ) =  $1,69 + 0,02 = 1,71$  МэВ. Теперь остается интерполировать значение  $B_D$  к  $\mu' l = 1,28$ . Поступая, как в предыдущих случаях, находим:  $B_D$  ( $E_{\gamma} = 1,29$  МэВ;  $\mu' l = 1,28$ ) =  $1,38 + (1,71 - 1,38) \cdot 0,28 = 1,38 + 0,09 = 1,47$ .

Подставляя найденные значения в формулу (1.47), получаем

$$D_{\text{шир}} = \frac{10 \cdot 0,5}{30^2} (3,30 \cdot 0,237 \cdot 1,52 + 2,99 \cdot 0,278 \cdot 1,47) = \\ = \frac{10 \cdot 0,5}{900} (1,19 + 2,22) \approx 0,019 \text{ Р.}$$

При расчете толщины защитных экранов для широкого пучка мезон-энергетического  $\gamma$ -излучения следует пользоваться формулой (1.44). Поскольку величина дозового фактора накопления зависит от толщины защиты и не может быть заранее учтена, расчеты проводят методом последовательных приближений. Сначала вычисляют толщину защиты  $l_1$  для узкого пучка  $\gamma$ -излучения; для этого используют формулу (1.40), полагая в ней  $D_{\text{узк}} = D_{\text{пл}}$ . Затем из справочных таблиц (например, из табл. П.8) находят значение дозового фактора накопления  $B_{D(1)}$  при толщине защиты  $l_1$ . Подставляя найденное значение  $B_{D(1)}$  в формулу (1.44) и принимая  $D_{\text{шир}} = D_{\text{пл}}$ , определяют толщину защиты  $l_2$  уже для широкого пучка  $\gamma$ -излучения. Далее из таблиц находят значение дозового фактора накопления  $B_{D(2)}$  для защиты толщиной  $l_2$  и, подставляя это значение в формулу (1.44), рассчитывают толщину защиты  $l_3$ . Таким образом, на каждом  $(i + 1)$ -м этапе расчетов методом последовательных приближений используется формула

$$D_{\text{пл}} / (D_0 B_{D(i)}) = e^{-\mu' l_{i+1}}, \quad (1.48)$$

Вычисления прекращают, когда полученное на одном из этапов значение  $l_{i+1}$  будет практически совпадать со значением  $l_i$ , полученным на предыдущем этапе.

**Пример 10.** Рассчитаем толщину свинцовой защиты, обеспечивающей безопасную ежедневную работу с источником  $^{60}\text{Co}$ , если измеренная на рабочем месте мощность дозы составляет 80 мкР/с.

Напомним, что экспозиционная доза в воздухе в рентгенах численно равна поглощенной дозе в биологической ткани в радах [соотношение (1.8)], а предельно допустимая мощность дозы  $\gamma$ -излучения при условии 36-часовой рабочей недели составляет (см. пример 1) 0,8 мкбэр/с = 0,8 мкрад/с. Таким образом, в рассматриваемом случае можно принять  $D_0 = 80$  мкрад,  $D_{\text{пл}} = D_{\text{узк}} = D_{\text{шир}} = 0,8$  мкрад.

$\gamma$ -Излучение  $^{60}\text{Co}$  имеет две компоненты (табл. П.1): 1,17 МэВ (99%) и 1,33 МэВ (100%). Поскольку энергии этих компонент близки, можно для простоты считать, что энергия  $\gamma$ -квантов, испускаемых  $^{60}\text{Co}$ , составляет в среднем 1,25 МэВ. Из табл. П.5 находим, что этой энергии соответствует  $\mu' = 0,66 \text{ см}^{-1}$  (интерполяция).

На основании формулы (1.40) имеем

$$e^{-1,66 l_1} = 0,8/80 = 0,01.$$

Пользуясь таблицей функции  $e^{-x}$  (табл. П.2), находим, что значению  $e^{-x} = 0,01$  отвечает значение аргумента  $x = 4,6$ . Таким образом,  $0,66 l_1 = 4,6$ , откуда  $l_1 = 4,6/0,66 = 7,0$  см.

Из табл. П.8 путем двойной интерполяции определяем значение дозового фактора накопления для  $E_\gamma = 1,25$  МэВ и  $\mu' l = 4,6$ :  $B_{D(1)} = 2,49$ . Подставляя это значение в формулу (1.48), получим

$$0,8/(80 \cdot 2,49) = e^{-0,66 l_2} = 0,004.$$

Из табл. П.2 видно, что при той степени округления, которая принята в этой таблице, такому значению  $e^{-x}$  отвечают значения аргумента  $x = 5,4$  и  $5,5$ ; возьмем наибольшее из них, тогда  $0,66 I_2 = 5,5$  и  $I_2 = 5,5/0,66 = 8,3$  см.

Из табл. П.8 находим  $B_D$  для  $E_\gamma = 1,25$  МэВ и  $\mu'l = 5,5$ :  $B_{D(2)} = 2,75$  (интерполяция). Подставляя значение  $B_{D(2)}$  в формулу (1.48), имеем

$$0,8/(80 \cdot 2,75) = e^{-0,66 I_2} = 0,004$$

Получилось такое же значение функции  $e^{-x}$ , как на предыдущем этапе, следовательно,  $I_3 = I_2 = 8,3$  см. Процедуру последовательных приближений можно считать завершенной. Необходимая толщина защиты составляет 8,3 см.

При практических расчетах толщины защиты обычно исходят из заданной *кратности ослабления дозы*. Кратность ослабления

$$k = D_0/D_{\text{пд}}, \quad (1.49)$$

показывает, во сколько раз необходимо снизить дозу  $D_0$ , чтобы достичь безопасного уровня облучения. В табл. П.9 приведены значения толщины свинцовой защиты, обеспечивающей необходимую кратность ослабления широкого пучка  $\gamma$ -квантов в зависимости от энергии  $\gamma$ -квантов. Установив требуемую кратность ослабления, из этой таблицы можно непосредственно найти толщину защитного экрана из свинца для моноэнергетического  $\gamma$ -излучения. В руководствах и справочниках по дозиметрии приводятся подобные таблицы и для других защитных материалов (железо, бетон, вода).

Расчет защиты от  $\gamma$ -излучения сложного состава проводят следующим образом. Прежде всего рассчитывают кратности ослабления для доз, создаваемых каждой  $i$ -й компонентой излучения:

$$k_i = D_{0,i}/D_{\text{пд}}. \quad (1.50)$$

Поскольку, как следует из (1.46), величины  $D_{0,i}$  пропорциональны дифференциальным гамма-постоянным  $K_{\gamma i}$ , их можно определить из соотношения

$$D_{0,i} = \frac{K_{\gamma i}}{K_\gamma} D_0, \quad (1.51)$$

где  $D_0$  — полная доза, создаваемая источником  $\gamma$ -излучения;  $K_\gamma$  — полная гамма-постоянная. Подставляя (1.51) в (1.50) и принимая во внимание (1.49), имеем

$$k_i = (D_0/D_{\text{пд}}) (K_{\gamma i}/K_\gamma) = k (K_{\gamma i}/K_\gamma). \quad (1.52)$$

Таким образом, для расчета кратностей ослабления  $k_i$  необходимо знать дифференциальные и полную гамма-постоянные, а также общую кратность ослабления дозы, создаваемой источником немонотонного  $\gamma$ -излучения ( $k$ ).

Далее для каждой кратности ослабления  $k_i$  находят необходимую толщину защиты, пользуясь табл. П.9. Из найденных значений толщин выбирают наибольшую и добавляют слой полуслабления (толщина защиты при  $k_i = 2$ ) для компоненты излучения, которая требует наибольшей защиты. (Это необходимо для компенсации вклада, который может быть внесен в дозу за защитой излучением конкурирующей компоненты, т. е. компоненты, энергия которой близка к энергии ком-

поненты излучения, требующей наибольшей защиты.) Убеждаются в правильности расчетов, вычисляя дозу, создаваемую источником  $\gamma$ -излучения за защитой выбранной толщины.

**Пример 11.** Предполагается проведение работ с источником  $^{59}\text{Fe}$  активностью 100 мКи в течение года, причем каждую неделю работы с источником будут продолжаться 20 ч, в остальные часы рабочей недели другие работы с радиоактивными изотопами проводиться не будут. Рассчитаем толщину защиты из свинца, необходимую для обеспечения безопасной работы на расстоянии 25 см от источника.

Сначала определим дозу, создаваемую источником  $^{59}\text{Fe}$  на рабочем месте ( $r = 25$  см) в течение 20 ч. Значение полной гамма-постоянной для  $^{59}\text{Fe}$  находим в табл. П.7:  $K_\gamma = 6,25 \text{ Р} \cdot \text{см}^2/\text{ч} \cdot \text{мКи}$ . Из (1,27) следует:

$$D_0 = (6,25 \cdot 100 \cdot 20)/25^2 = 20 \text{ Р} \approx 20 \text{ рад.}$$

При хроническом облучении предельно допустимая мощность дозы за неделю составляет 0,1 бэр = 0,1 рад (см. § 2, 2 и 3 этой главы), поэтому требуется кратность ослабления полной дозы равна  $k = 20/0,1 = 200$ .

Воспользовавшись значениями дифференциальных гамма-постоянных  $K_\gamma$  для  $^{59}\text{Fe}$ , вычисленными в примере 9, найдем по формуле (1.52) кратности ослабления для доз, создаваемых каждой компонентой излучения:

$$E_{\gamma_1} = 0,19 \text{ МэВ}, k_1 = 200 (0,03/6,25) = 0,96 < 1;$$

$$E_{\gamma_2} = 1,10 \text{ МэВ}, k_2 = 200 (3,30/6,25) = 106 \approx 110;$$

$$E_{\gamma_3} = 1,29 \text{ МэВ}, k_3 = 200 (2,99/6,25) = 96 \approx 100.$$

Из табл. П.9 определяем толщину экранов для соответствующих энергий  $\gamma$ -квантов и кратностей ослабления. Так как для  $E_{\gamma_1}$   $k_1 < 1$ , защиты от этой линии  $\gamma$ -излучения не требуется. Толщины экранов, обеспечивающие ослабление  $E_{\gamma_2}$  в 110 раз и  $E_{\gamma_3}$  в 100 раз, найденные путем интерполяции соседних табличных значений, соответственно равны  $l_2 = 7,7$  см,  $l_3 = 8,6$  см.

Выбираем наибольшую из найденных толщин и добавляем к ней слой полуослабления для  $E_\gamma = 1,29$  МэВ, равный 1,5 см; таким образом, полная толщина защиты должна составлять  $8,6 + 1,5 = 10,1$  см.

При работе с защитными стенками и экранами необходимо иметь в виду, что рассеяние и отражение излучения окружающими предметами может создать на рабочем месте дозу, превышающую рассчитанную. Поэтому после того как защита требуемой толщины сооружена, необходимо провести измерение мощности дозы на рабочем месте и в процессе работы с и с т е м а т и ч е с к и осуществлять дозиметрический контроль рабочего места.

## § 5. Приборы дозиметрического контроля

В приборах, предназначенных для дозиметрического контроля используются различные способы регистрации излучений. Датчиками дозиметрических приборов могут служить ионизационные камеры, пропорциональные счетчики, счетчики Гейгера — Мюллера, сцинтилляционные счетчики. Применяются также дозиметрические приборы, основанные на химическом, фотографическом и ином действии ионизирующего излучения.

Приборы, используемые в дозиметрии, можно разделить на два типа. К первому типу относят приборы, предназначенные для коли-

чественных измерений дозы и мощности дозы излучения. Эти приборы называются *дозиметрами*, или *рентгенометрами*. Ко второму типу принадлежат приборы быстрого обнаружения радиоактивных загрязнений. Их называют *радиометрами*, или *индикаторами излучения*. По сравнению с дозиметрами радиометры отличаются более высокой чувствительностью.

В дозиметрах основными узлами являются ионизационная камера с электронным усилителем или скинцилляционный датчик с фотоэлектронным умножителем и показывающий стрелочный прибор, шкала которого градуируется непосредственно в значениях мощности дозы. В радиометрах в качестве приемника излучения используют ионизационные или скинцилляционные счетчики. Шкалы радиометров градуируют в единицах скорости счета.

Отметим, что при работе с дозиметрами необходимо систематически проверять правильность градуировки шкалы прибора. Градуировка заключается в сравнении показаний прибора с расчетной величиной дозы, создаваемой образцовым излучателем на различных расстояниях. Если показания прибора не совпадают с расчетными данными, то необходимо либо провести регулировку прибора, либо заново построить градуировочную кривую.

Один из наиболее важных методов дозиметрии — индивидуальный дозиметрический контроль. Основные требования, которые предъявляются к приборам индивидуального контроля, — простота измерений, надежность, минимальные размеры и вес.

Широкое распространение получили дозиметры индивидуального фотографического контроля (сокращенно ИФК). Комплект типа ИФК-2,3 предназначен для определения доз  $\beta$ - и  $\gamma$ -излучений, а также нейтронов по интенсивности почернения рентгеновской пленки, помещенной в пластмассовую кассету (рис. 4), состоящую из четырех секций. Одна из секций имеет сквозное окно для пропускания  $\beta$ -излучения, а другие экранированы фильтрами (из пластмассы, алюминия и свинца), позволяющими дифференцировать по энергии регистрируемое излучение. Диапазон доз, измеряемых с помощью дозиметров ИФК-2,3: 0,01 — 50 Р — при измерении рентгеновского и  $\gamma$ -излучения, 0,05 — 2,0 рад — при измерении  $\beta$ -излучения (верхний предел диапазона измерений зависит от типа используемой рентгеновской пленки). Плотность почернения экспонированных пленок измеряют с помощью денситометра ДФЭ-10 (входящего в комплект прибора) и затем по градуировочной кривой определяют величину дозы. Градуировочную кривую плотность почернения — доза строят, пользуясь образцовым  $\gamma$ -излучателем и рентгеновскими пленками того же типа, что

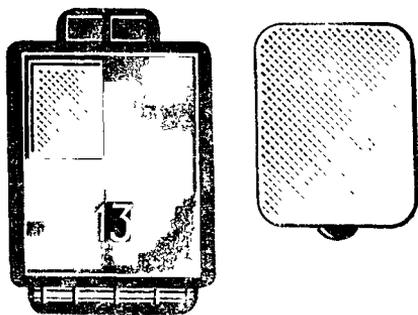


Рис 4 Комплект индивидуального фотографического контроля типа ИФК-2,3

и применяемые в дозиметрической процедуре. При количественных измерениях вводят поправку на фон, т. е. на плотность потемнения пленки в отсутствие каких-либо источников излучения (вуаль). В комплект фотопленочных дозиметров типа ИФКУ вместо денситометра входит фотометрический прибор, шкала которого отградуирована непосредственно в единицах бэр (диапазон измерений 0,05 — 2 бэр).

Преимущества фотодозиметров — в документальности доставляемой ими информации о получаемых дозах и в их неприхотливости к воздействию посторонних факторов (изменениям температуры, влажности,

освещенности, к механическим ударам и т. д.).

Для индивидуального дозиметрического контроля предназначены также дозиметры типа ИКС. Детектором излучения в них служит пластина из термолюминесцентного стекла, которая запасает и в течение длительного времени удерживает энергию  $\gamma$ -излучения. При нагревании стекла эта энергия высвобождается в виде желтого свечения термолюминесценции.

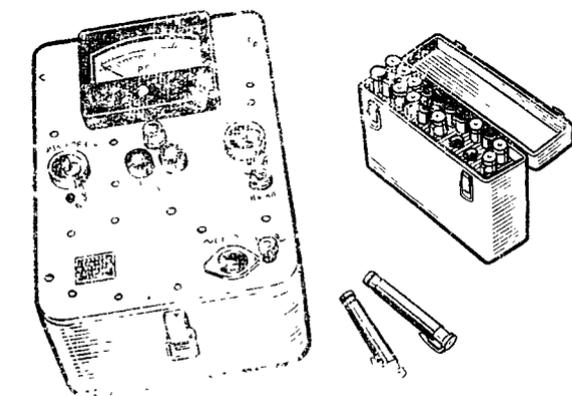


Рис 5. Комплект индивидуального дозиметрического контроля типа КИД

Количество света (светосумма), испускаемого стеклом при нагревании, пропорционально поглощенной энергии  $\gamma$ -квантов, и по нему судят о величине поглощенной дозы. Свечение термолюминесценции с помощью ФЭУ преобразуется в электрический ток, который регистрируется специальным устройством со шкалой, отградуированной в радах.

Находят широкое применение и выпускавшиеся ранее дозиметры индивидуального контроля типов КИД и ДК, работа которых основана на ионизирующем действии излучений. В комплекты индивидуального дозиметрического контроля типа КИД (рис. 5) входят: набор двойных конденсаторных камер, выполненных в форме «карандашей», и зарядно-измерительное устройство. Действие этих дозиметров основано на измерении заряда конденсаторной камеры, который уменьшается пропорционально полученной дозе. Питание зарядно-измерительного устройства осуществляется либо от сети переменного тока, либо от аккумуляторов или батарей.

Дозиметры типа ДК позволяют наиболее оперативно осуществлять индивидуальный контроль. В комплект входят: зарядное устройство и «карандаши» — электрометры. Отсчет доз производится непосредственно по шкале, расположенной внутри дозиметра и отградуированной в миллирентгенах.

Следующую группу составляют приборы типа ДРГ. Это дозиметры, предназначенные для измерения мощностей экспозиционных доз рент-

геновского и  $\gamma$ -излучений. В приборах серии ДРГ2 датчиком служит ионизационная камера, работающая в режиме насыщения. В приборах серии ДРГ3 использованы сцинтилляционные датчики.

Эти приборы регистрируют среднюю интенсивность сцинтилляций воздушноэквивалентного сцинтиллятора, которая пропорциональна мощности измеряемой дозы. Приборы, входящие в каждую серию, различаются между собой диапазонами измеряемых доз, а также деталями конструктивного оформления. На рис. 6 показан прибор ДРГ3-01.

Для контроля уровня загрязненности различных поверхностей (одежды, оборудования и др.) могут применяться сигнализаторы превышения пороговой скорости счета импульсов с блоком детектирования  $\gamma$ -излучения (приборы типа СПСС) и  $\beta$ -излучения (приборы типа СЗБ).

Для измерения уровня загрязненности в лабораторной практике часто используют выпускавшиеся ранее радиометры типов «Луч» и «Тисс». Универсальный переносной бета-гамма-радиометр «Луч» позволяет проводить качественное и количественное определение дозы  $\beta$ - и  $\gamma$ -излучения. Питание прибора осуществляется или от батарей, или от сети переменного тока. Сменные датчики, входящие в комплект

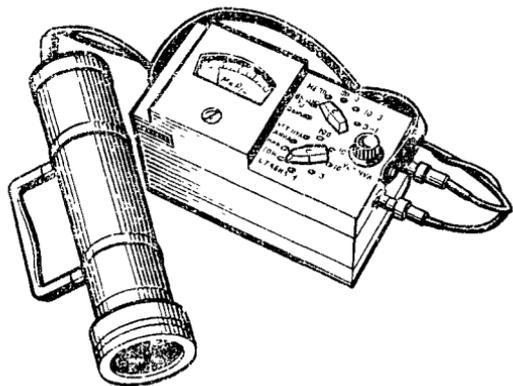


Рис. 6 Переносной дозиметр для измерения импульсного и непрерывного рентгеновского и гамма-излучения ДРГ3-01

прибора, позволяют регистрировать как различное по энергии  $\beta$ -излучение, так и  $\gamma$ -кванты. Для звукового контроля наличия радиоактивного излучения и оценки его сравнительной интенсивности в приборе имеется звуковой резонатор. Прибор «Тисс» предназначен для измерения загрязненности одежды, рук и рабочих поверхностей  $\alpha$ - или  $\beta$ -радиоактивными веществами. В нем имеется сигнальная лампочка, которая включается, как только уровень излучения превысит заданную величину. В комплект «Тисса» входят три сменных датчика, предназначенных для измерения  $\alpha$ - или  $\beta$ -радиоактивных загрязнений.

Современные универсальные радиометры (РКС2-01 и др.) имеют сменные датчики, которые служат для измерения степени загрязненности  $\alpha$ - или  $\beta$ -радиоактивными веществами, для определения мощностей доз  $\gamma$ -излучения, для определения интенсивности потоков быстрых и тепловых нейтронов.

## § 6. Оборудование для работ с радиоактивными веществами и средства защиты от облучения

### 1. КЛАССИФИКАЦИЯ РАБОТ С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Возможность поражающего действия радиоактивных излучений обуславливает специфику работ с радиоактивными веществами, заключающуюся в целом комплексе требований к организации и контролю подобных исследований, устройству и оборудованию рабочих помещений, мерам коллективной и индивидуальной санитарно-гигиенической защиты и т. п. Согласно ОСП-72 характер всех этих требований определяется *классом работ*, который зависит от радиотоксичности используемого радиоактивного изотопа (см. § 1, 2 этой главы) и уровня его активности.

По степени радиотоксичности радиоактивные изотопы подразделяются на 5 групп (табл. 5). К наиболее радиотоксичным (группы А и Б) принадлежат изотопы, характеризующиеся большим периодом полураспада,  $\alpha$ - или  $\beta$ -излучением, избирательно отлагающиеся в отдельных органах и медленно выводимые из организма. Таковы, например,  $^{210}\text{Po}$ ,  $^{223}\text{Ra}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ .

Таблица 5

Классификация изотопов по степени радиотоксичности

Группа радиотоксичности	Изотопы
А (особо высокая радиотоксичность)	$^{210}\text{Po}$ , $^{226}\text{Ra}$ , $^{232}\text{Th}$ , $^{231}\text{Pa}$ и др.
Б (высокая радиотоксичность)	$^{90}\text{Sr}$ , $^{124}\text{Sb}$ , $^{131}\text{I}$ , $^{144}\text{Ce}$ , $^{170}\text{Tm}$ , $^{234}\text{Th}$ , $^{235}\text{U}$ и др.
В (средняя радиотоксичность)	$^{22,24}\text{Na}$ , $^{32}\text{P}$ , $^{35}\text{S}$ , $^{36}\text{Cl}$ , $^{42}\text{K}$ , $^{45}\text{Ca}$ , $^{52,56}\text{Mn}$ , $^{59}\text{Fe}$ , $^{58,60}\text{Co}$ , $^{65}\text{Zn}$ , $^{74,76}\text{As}$ , $^{82}\text{Br}$ , $^{86}\text{Rb}$ , $^{89}\text{Sr}$ , $^{90,91}\text{Y}$ , $^{98}\text{Zr}$ , $^{98}\text{Nb}$ , $^{106}\text{Ru}$ , $^{110\text{m}}$ , $^{111}\text{Ag}$ , $^{134,137}\text{Cs}$ , $^{140}\text{Ba}$ , $^{140}\text{La}$ , $^{141}\text{Ce}$ , $^{155}\text{Eu}$ , $^{186}\text{W}$ , $^{192}\text{Ir}$ , $^{203}\text{Hg}$ , $^{204}\text{Tl}$ , $^{210}\text{Bi}$ , $^{231}\text{Th}$ и др.
Г (малая радиотоксичность)	$^{14}\text{C}$ , $^{51}\text{Cr}$ , $^{64}\text{Cu}$ и др.
Д (очень малая радиотоксичность)	Т

В зависимости от группы радиотоксичности используемого изотопа и уровня активности на рабочем месте работы с радиоактивными изотопами подразделяются на три класса (табл. 6).

Класс работ зависит также от характера выполняемых операций. Те уровни активности, которые приведены в табл. 6, соответствуют обычным химическим операциям с радиоактивными веществами. При простых операциях с жидкостями (без упаривания, перегонки, бар-

Классы работ с открытыми радиоактивными веществами

Группа радиотоксичности	Активность на рабочем месте, мКи		
	Класс работ		
	I	II	III
А	Более $10^4$	От 10 до $10^4$	От 0,1 до 10
Б	» $10^5$	» 100 » $10^5$	» 1 » 100
В	» $10^6$	» $10^3$ » $10^6$	» 10 » $10^3$
Г	» $10^7$	» $10^4$ » $10^7$	» $10^2$ » $10^4$
Д	» $10^8$	» $10^5$ » $10^8$	» $10^3$ » $10^5$

ботажа и т. п.) допускается увеличение активности на рабочем месте в 10 раз по сравнению с значениями, указанными в табл. 6, а при хранении радиоактивных веществ — в 100 раз. Чтобы определить, к какому классу будет относиться выполнение той или иной конкретной операции, удобно пользоваться коэффициентами сложности  $q_{сд}$  (табл. 7); умножив имеющуюся активность на  $q_{сд}$  соответствующей операции, получают величину, по которой с помощью табл. 6 легко установить класс работы.

Таблица 7

Значения коэффициентов сложности  $q_{сд}$  при работе с радиоактивными веществами

Наименование операций	$q_{сд}$
Хранение радиоактивных веществ . . . . .	0,01
Простые операции с жидкостями (без упаривания, перегонки, барботажа и т. п.) . . . . .	0,1
Обычные химические операции . . . . .	1

**Пример 12.** Определим, какому классу работ соответствует отбор необходимой для работы активности из исходного раствора, содержащего 5 мКи  $^{90}\text{Sr}$ .

Согласно табл. 5 радиоактивный изотоп  $^{90}\text{Sr}$  по своей радиотоксичности принадлежит к группе Б. Выполняемая операция относится к числу простых операций с растворами; коэффициент сложности, соответствующий этой операции, равен  $q_{сд} = 0,1$  (табл. 7). Умножая активность на рабочем месте на  $q_{сд}$ , получим

$$5 \text{ мКи} \cdot 0,1 = 0,5 \text{ мКи} = 500 \text{ мКи}.$$

В строке Б табл. 6 находим, что работа с активностью такой величины относится ко II классу.

Наименьшие требования при организации работ с радиоактивными веществами предъявляются к работам III класса. При переходе от работ низшего класса к работам более высоких классов объем этих требований соответственно возрастает. Поскольку для лаборатории радиоактивных индикаторов наиболее характерны работы II и III классов, основное внимание в дальнейшем будет уделяться организации этих работ.

**Помещения.** Особенностью организации работ с радиоактивными веществами является принцип локализации рабочих операций в ограниченном пространстве для уменьшения площади возможных радиоактивных загрязнений.

Работы III класса особых требований к планировке и оборудованию лабораторий не предъявляют. Желательно только, чтобы операции с радиоактивными веществами проводились отдельно от операций с обычными химическими веществами (в отдельном помещении или в специально отведенных для этой цели вытяжных шкафах, на отдельных столах и т. п.). Для того чтобы предотвратить возможность загрязнения поверхностей радиоактивностью, любые работы с радиоактивными веществами проводят обязательно над противнями или кюветами из нержавеющей стали или пластмассы; для той же цели можно использовать фотографические кюветы.

Работы II класса проводят в специально оборудованных помещениях, размещенных в отдельном здании (или отдельном крыле здания). При этом предусматривают отдельные помещения: а) для предварительной обработки (расфасовки) радиоактивных веществ; б) для химических операций; в) для измерения радиоактивных препаратов. Помещение для измерений (измерительная комната) должно быть обязательно отделено от химической лаборатории для того, чтобы исключить влияние возможных радиоактивных загрязнений на показания радиометрических приборов. Отдельное помещение отводится для службы дозиметрии; здесь располагается центральный пункт дозиметрического контроля и хранятся приборы. Кроме того, должна иметься душевая или санпропускник и пункт дозиметрического контроля при выходе из помещения. Специальное помещение («хранилище») предусматривается для хранения радиоактивных веществ, не используемых в текущей работе, радиоактивных отходов, приготовленных для сдачи на захоронение, источников облучения и т. д. Заметим, что и в лабораториях III класса хранилище должно быть оборудовано не ниже, чем по II классу. Большое внимание в помещениях для работ II класса уделяют системе приточно-вытяжной вентиляции (необходим не менее чем 5-кратный воздухообмен в час).

Внутренняя отделка лабораторных помещений и хранилища должна обеспечивать возможность максимально быстрой и легкой *дезактизации*, т. е. удаления возможных радиоактивных загрязнений. Иллюстрацией того, насколько различаются отдельные материалы по своей способности удерживать нанесенную активность, могут служить следующие цифры. После отмывания водой дерево и бетон сохраняют почти всю радиоактивность, свинец — около 75%, полированная нержавеющая сталь — около 40%, стекло — 25%, а некоторые пластмассы (полиэтилен и др.) — всего 1%. Для уменьшения адсорбции используют разнообразные лакокрасочные покрытия. Стены лабораторных помещений покрывают масляной краской. Мебель для лабораторий, сантехническое и другое оборудование делают предельно простой формы, без выступающих углов, украшений и т. п. Раковины

оборудуют приспособлениями, предохраняющими от разбрызгивания. Для пуска горячей или холодной воды используют педальные или локтевые краны, открывающиеся нажимом ноги или локтя. Урны для твердых остатков и контейнеры для временного хранения радиоактивных отходов также снабжают педальными устройствами.

**Вытяжные шкафы.** Все операции, относящиеся ко II классу, проводят только в вытяжных шкафах. Для работ с  $\gamma$ -источниками, требующими надежного экранирования, применяют вытяжные шкафы с цельной свинцовой облицовкой; рабочие поверхности таких шкафов выполняют из полированной нержавеющей стали, для наблюдений используют свинцовые стекла. Обычно вытяжные шкафы герметизируются; такие герметичные вытяжные шкафы называют *боксами*. Работа в боксе проводится в перчатках, которые закрепляются в специальных отверстиях. Пульт включения воды, газа и электроэнергии устанавливается на передней панели бокса.

Для работ с  $\beta$ -излучателями низких энергий ( $^{35}\text{S}$ ,  $^{14}\text{C}$ ) удобны вытяжные шкафы и защитные камеры из органического стекла, снабженные специальными фильтрами для очистки воздуха (рис. 7).

При необходимости вытяжные шкафы, боксы и защитные камеры снабжаются устройствами для дистанционной работы (захватами, манипуляторами).

**Защитные экраны и контейнеры.** Для снижения получаемой дозы в радиохимических лабораториях широко используют различные защитные экраны.

По своей конструкции защитные экраны могут быть стационарные, передвижные (рис. 8), разборные (рис. 9). Разборные защитные экраны делают из свинцовых или чугунных блоков или кирпичей; при этом нужно следить, чтобы на месте стыков не было щелей.

Для хранения и транспортировки радиоактивных веществ применяются *контейнеры*, стенки которых, по существу, служат защитными экранами (рис. 10). Тип контейнера, материал и толщина его стенок определяются характеристикой и количеством радиоактивного изотопа. Контейнеры для изотопов, испускающих  $\gamma$ -кванты и  $\beta$ -излучение высокой энергии ( $^{60}\text{Co}$ ,  $^{137}\text{Sr} + ^{137m}\text{Ba}$ ), изготовляются из свинца; для транспортировки и хранения изотопов, испускающих  $\alpha$ -излучение или  $\beta$ -излучение с низкой энергией, применяют контейнеры из пластмассы. Стенки контейнеров для нейтронных источников состоят из парафина, карбида бора и дополнительной защиты из свинца, чугуна или других тяжелых материалов.

**Средства индивидуальной защиты.** Радиохимические лаборатории для работ II и III класса снабжаются различными средствами индивидуальной защиты. К числу таких средств принадлежат: халаты (или специальные комбинезоны), перчатки (резиновые, хлорвиниловые или из просвинцованной резины), специальная обувь и головные уборы (шапочки), а также защитные очки из органического стекла, противогазы, респираторы (повязка из фильтрующего материала для защиты органов дыхания) и т. д.

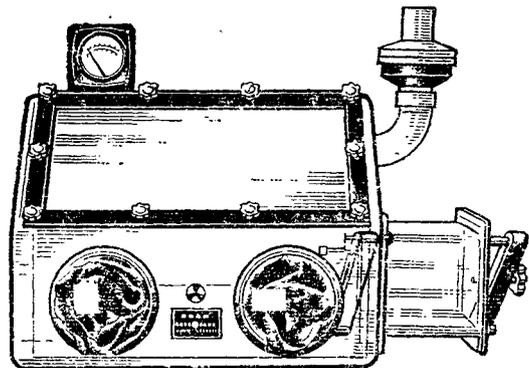


Рис. 7. Защитная камера для работ с радиоактивными веществами

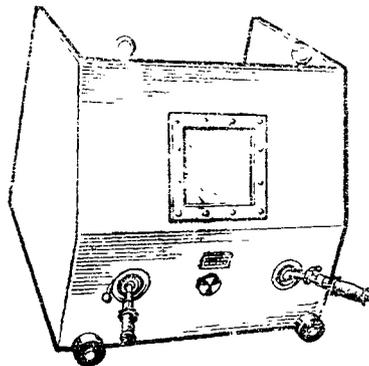


Рис. 8. Передвижной защитный экран с захватом (окно из свинцового стекла)

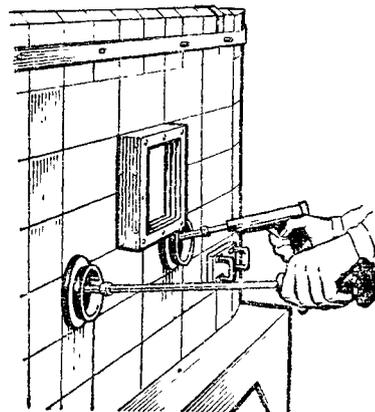


Рис. 9. Разборный защитный экран

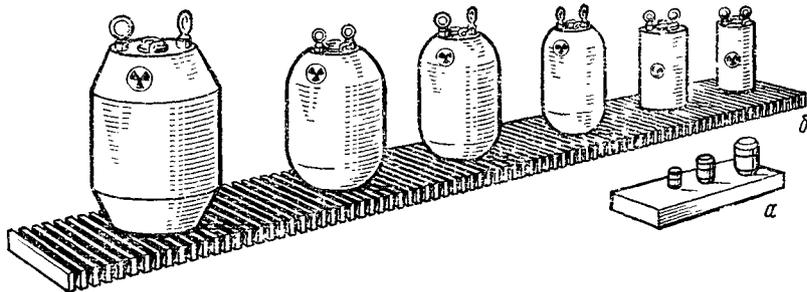


Рис. 10. Контейнеры для транспортировки и хранения радиоактивных веществ:

*а* — типа КТ; *б* — типа КЛ

## § 7. Организация работ с радиоактивными веществами в лаборатории

### 1. ПРАВИЛА РАБОТЫ С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Все разнообразные средства защиты от излучений эффективны лишь при условии строгого соблюдения самими работающими определенных правил поведения в лаборатории. Эти правила предполагают обдуманый подход буквально к каждому шагу работы и должны стать привычными для каждого работающего с радиоактивными веществами. Только тогда будет исключена всякая возможность аварий или несчастных случаев.

Правила работы в лаборатории радиоактивных индикаторов различаются в деталях в зависимости от характера производимых работ. Но есть общие правила, неукоснительное соблюдение которых совершенно обязательно независимо от характера работы и используемого радиоактивного изотопа.

1. *Все работы с открытыми радиоактивными препаратами должны проводиться над клеветами, в спецодежде (халат, шапочка и т. д.) и в перчатках.* Необходимо следить, чтобы объем клеветы был больше объема растворов, находящихся на ней.

Особое внимание следует обратить на перчатки, предохраняющие руки от радиоактивных загрязнений.

Перчатки должны хорошо прилегать к руке и не стеснять движений. Одевать и снимать бывшие в употреблении перчатки следует осторожно, чтобы не загрязнить рук. Голые пальцы не должны прикасаться к внешней, загрязненной стороне перчаток. Ногти на руках должны быть коротко подстрижены, а кольца и другие украшения сняты.

Перчатки хранятся в расправленном виде на специальном держателе 1, рис. 11. Перед надеванием перчаток руки тщательно моют, вытирают досуха, посылают тальком 2. Пальцами правой руки, касаясь только чистой внутренней поверхности левой перчатки, отворачивают у этой перчатки обшлаг и, держась пальцами за внутреннюю поверхность перчатки у изгиба обшлага, постепенно натягивают перчатку на левую руку 3, 4. Пальцами левой руки берут правую перчатку за внешнюю поверхность и постепенно натягивают ее на правую руку 5. Расправляют обе перчатки, добиваясь того, чтобы обшлага перчаток закрывали манжеты халата 6. После окончания работы проверяют загрязненность надетых на руки перчаток, моют их, не снимая с рук, теплой водой с мылом или в случае необходимости дезактивирующим раствором соответствующего состава и сушат фильтровальной бумагой или теплым воздухом. Пальцами правой руки, касаясь только внешней стороны левой перчатки, стягивают обшлаг этой перчатки с манжета халата. Аналогичным образом пальцами левой руки стягивают обшлаг правой перчатки с манжета халата 7. Постепенно стягивают перчатку с левой руки, касаясь одетой в перчатку правой рукой только внешней стороны левой перчатки 8. Пальцами левой руки, с которой перчатка уже снята, постепенно стягивают перчатку с правой руки до конца, касаясь только внутренней поверхности перчатки 9. Касаясь пальцами только внутренних поверхностей снятых перчаток, расправляют их (для этого удобно использовать сжатый воздух) и размещают на специальном держателе для сушки 10.

Чтобы при хранении перчатки не склеились, посыпают их тальком. Хранить перчатки рекомендуется в специальных шкафчиках.

2. *В лабораториях, где ведутся работы с радиоактивными изотопами, должны быть постоянно включены приборы дозиметрическо-*

го контроля. Все сотрудники обязаны иметь при себе индивидуальные дозиметры.

3. Перед проведением эксперимента с радиоактивными изотопами должны быть установлены защитные экраны, подготовлены манипуляторы и другие средства, обеспечивающие снижение дозы ниже предельно допустимой.

4. Категорически запрещается засасывать ртом любые растворы (как радиоактивные, так и нерадиоактивные). Отбор проб следует проводить с помощью медицинского шприца, соединяемого с пипет-

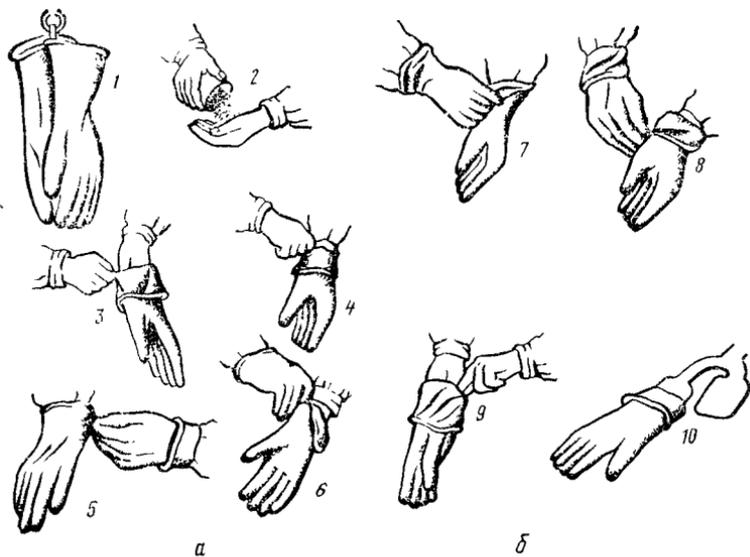


Рис. 11. Последовательность операций при надевании (а) и снятии (б) перчаток

кой гибкой каучуковой трубкой (рис. 12, а). Вместо шприца можно использовать специальную резиновую грушу (рис. 12, б). Иногда применяют микропипетки с металлическим поршнем (рис. 12, в).

5. Растирать твердые радиоактивные препараты следует только в герметичных боксах, снабженных вытяжной вентиляцией.

6. Все радиоактивные растворы и препараты, хранящиеся в лаборатории, должны быть маркированы. При этом указывают название соединения и входящего в его состав радиоактивного изотопа, общую и удельную активность препарата, дату приготовления препарата.

7. Радиоактивные отходы нельзя выбрасывать в общие мусоросборники или сливать в общую канализацию\*. Для радиоактивных от-

\* Это требование распространяется на учебные лаборатории радиоактивных индикаторов. В научных лабораториях при соблюдении определенных условий допускается слив в общую канализацию разбавленных радиоактивных растворов (подробнее об этом см. стр. 44).

ходов используют специальные сборники (бутыли, канистры, контейнеры), помещаемые под тягой (при необходимости — за защитным экраном). Жидкие радиоактивные растворы сливают в предназначенные для этой цели емкости после нейтрализации. Отходы периодически сдаются в хранилище.

8. Во всех помещениях, где ведутся работы с радиоактивными веществами, категорически запрещено курить, принимать пищу и пить воду.

К работе с радиоактивными веществами допускаются только те, кто прошел специальное медицинское обследование. Медицинский контроль сотрудников, занятых на работах с радиоактивными изотопами, периодически повторяется. Женщины освобождаются от работ с применением радиоактивных веществ на весь период беременности, а при работе с радиоактивными веществами в открытом виде — и на период кормления ребенка.

Все работы с радиоактивными изотопами должны проводиться в соответствии с инструкцией, составленной для каждого конкретного изотопа и содержащей перечень проводимых операций. Инструкция утверждается дозиметрической службой.

В лабораторных помещениях, где проводятся работы с радиоактивными веществами, должна поддерживаться образцовая чистота и порядок. В них нельзя хранить личные вещи (одежду, сумки, книги и пр.). Реактивы и радиоактивные препараты, не используемые в данной работе, должны храниться в специальных шкафах и сейфах вне рабочих помещений.

Подробнее некоторые вопросы, связанные с соблюдением норм радиационной безопасности при организации и проведении работ с радиоактивными веществами, будут рассмотрены в гл. 2.

## 2. ДЕЗАКТИВАЦИЯ И УДАЛЕНИЕ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ

**Дезактивация.** Под дезактивацией понимают работы по очистке от радиоактивных загрязнений лабораторных помещений, оборудования, посуды, а также одежды и тела работающих. Профилактическая дезактивация с последующим дозиметрическим контролем проводится ежедневно по окончании рабочего дня. В случае непредвиденной ава-

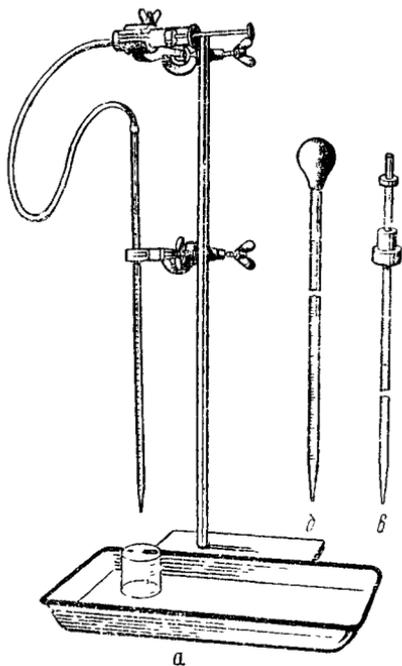


Рис. 12. Приспособления для отбора проб радиоактивной жидкости:

а — пипетка со шприцем; б — пипетка с грушей; в — микропипетка с поршневым наконечником

рии (если разлито или рассыпано радиоактивное вещество) во избежание дальнейшего неконтролируемого распространения загрязнения дезактивацию следует проводить немедленно, под руководством руководителя работы или дозиметриста. Дезактивация должна обеспечить быструю и возможно более полную\* десорбцию изотопа с загрязненной поверхности при использовании минимальных количеств (объемов) дезактивирующего агента.

Наиболее общими дезактивирующими средствами, которые должны иметься в каждой лаборатории, являются мыло, сода, разбавленная соляная кислота. Полезно также иметь универсальные средства, пригодные для очистки поверхностей от многих радиоактивных изотопов, — растворы трилона Б и лимонной кислоты (или ее солей). Кроме того, могут употребляться синтетические моющие средства, специальные дезактиваторы (чаще всего это соединения, содержащие стабильный изотоп элемента, применяемого в качестве индикатора), комплексообразующие реагенты, органические растворители, сильные окислители и кислоты.

Выбор дезактивирующих средств и способов проведения дезактивации определяют в каждом конкретном случае — в зависимости от природы изотопа-загрязнителя и характера дезактивируемых поверхностей. Так, например, поверхности из нержавеющей стали дезактивируют 10%-ной лимонной кислотой с последующим промыванием 8%-ной  $\text{HNO}_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$ . Пластмассы и линолеум хорошо отмываются разбавленными кислотами или органическими растворителями и т. д. Приводимые рекомендации ориентировочны и могут варьировать в зависимости от природы изотопа-загрязнителя. Описаны процедуры, позволяющие удовлетворительно очистить различные материалы от многих изотопов. Например, в комплексном окислительно-восстановительном методе дезактивации применяют последовательно растворы следующего состава: а) раствор, содержащий в 1 л 50 г  $\text{NaOH}$  и 1 г  $\text{KMnO}_4$  и б) раствор, содержащий в 1 л 50 г 60%-ной  $\text{HNO}_3$ , 2 г  $\text{NaF}$  и 2 г  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ .

Для дезактивации хлопчатобумажной спецодежды рекомендуется 0,5 — 1%-ные растворы ЭДТУ ( $\text{pH} \sim 3,5$ ) или 5%-ный раствор лимонной кислоты с добавкой 0,1 н.  $\text{HNO}_3$ . Для очистки пленочной спецодежды применяют 8%-ный раствор  $\text{HCl}$ . Небольшие загрязнения можно удалить с одежды при обычной стирке с хозяйственным мылом или стиральным порошком. Но следует подчеркнуть, что любая стирка спецодежды проводится только в специально оборудованных прачечных.

Ликвидацию радиоактивных загрязнений проводят всегда в спецодежде и перчатках. Начинать дезактивацию следует с менее загрязненных участков, переходя постепенно к более загрязненным.

Если пролито жидкое радиоактивное вещество, необходимо:

1) с помощью фильтровальной бумаги или опилок задержать растекание активного раствора по поверхности; 2) удалить жидкость, собирая

---

\* Нормы допустимых остаточных загрязнений приведены в табл. 8, стр. 44

ее сначала при помощи пипетки со шприцем, а затем кусками фильтровальной бумаги или ваты; 3) несколько раз обработать загрязненный участок дезактивирующим раствором (удаляя каждый раз раствор, как указано в п. 2); 4) почистить место загрязнения специальной щеточкой (или тампоном из ваты), промыть несколько раз водой и высушить.

Если в лаборатории рассыпан радиоактивный порошок, необходимо тотчас накрыть сверху загрязненный участок (например, чашкой Петри или фильтровальной бумагой), немедленно выключить вентиляционные установки, после чего надеть спецодежду и респиратор и приступить к дезактивации. Сухое радиоактивное вещество сначала собирают с помощью слегка увлажненной тряпки или ваты (эту процедуру следует проводить, используя пинцет, дистанционные щипцы или захваты), после чего загрязненную поверхность дезактивируют так же, как в предыдущем случае.

Загрязненные материалы, использованные при дезактивации, собирают в закрытую тару и сдают вместе с радиоактивными отходами.

Эффективность дезактивации контролируют дозиметрическими приборами. По окончании дезактивации обязательно приглашают дежурного дозиметриста, который должен убедиться в ликвидации загрязнений и дать разрешение продолжать работы в данном помещении.

При постоянном соблюдении всеми работающими правил, регламентирующих радиационную безопасность, случаи аварийных радиоактивных загрязнений в лаборатории весьма редки. Тем не менее практически повседневно работающему приходится иметь дело с дезактивацией: мыть посуду из-под радиоактивных веществ, перчатки и руки после работы. Загрязненную радиоактивным веществом посуду рекомендуется поместить на 1 — 1,5 ч в большой стеклянный сосуд, заполненный 3%-ной соляной кислотой и 10%-ной лимонной кислотой. Затем посуду переносят на 15 — 20 мин в сосуд с хромовой смесью, промывают горячей водой и сушат.

Загрязнения с поверхности тела следует удалять немедленно по обнаружении, так как с течением времени происходит диффузия изотопа с поверхностных участков кожи в глубинные, а отдельные радиоактивные вещества могут целиком всасываться через кожу в организм. При небольших загрязнениях радиоактивные вещества сравнительно легко удаляются с кожи мытьем в течение 3 — 5 мин проточной теплой (не горячей) водой с применением хозяйственного мыла и мягкой щетки. Более значительные загрязнения требуют применения специальных дезактивирующих составов или паст (типа НЭДЭ и др.) — с учетом изотопного состава загрязнения. Основные компоненты паст — это стандартные моющие средства (хозяйственное мыло, стиральные порошки «Эра», «Лотос», «Новость»), комплексообразующие вещества (гексаметафосфат натрия, поликомплексон), наполнители, служащие для механической очистки (обычно смесь глины и молотой пемзы) и смягчители (карбоксиметилцеллюлоза и др.), назначение которых — предотвратить раздражение кожи.

Очистка рук с использованием паст проводится следующим образом. Руки смачивают водой и наносят на них 5 — 10 г пасты. Затем пасту

с небольшим количеством воды растирают на ладонях, между пальцами и на тыльной стороне кисти до получения равномерного слоя. После 2 — 3 мин протирания пасту смывают проточной водой.

При дезактивации тела нельзя применять органические растворители, так как они способствуют проникновению радиоактивных веществ через кожу.

Дезактивацию следует проводить до тех пор, пока уровни загрязненности не станут ниже предельно допустимых. Предельно допустимые уровни загрязненности предметов  $\beta$ -радиоактивными изотопами приведены в табл. 8.

Таблица 8

Допустимые уровни загрязнения различных предметов

Объект загрязнения	Допустимая загрязненность, $\beta$ -частиц/см <sup>2</sup> ·мин
Руки, кожные покровы, полотенце	100
Спецодежда (халаты, перчатки с наружной стороны, спецобувь с наружной стороны) . . . . .	800
Рабочие поверхности и оборудование . . . . .	2000

**Удаление радиоактивных отходов.** Жидкие отходы считаются радиоактивными, если содержание в них радиоактивных веществ превышает среднегодовые допустимые концентрации СДК для воды. Значения СДК некоторых радиоактивных изотопов в воде приведены в табл. 9.

Таблица 9

Среднегодовые допустимые концентрации в воде (СДК, Ки/л) некоторых радиоактивных изотопов

Изотоп	СДК	Изотоп	СДК	Изотоп	СДК
<sup>3</sup> H	$3,2 \cdot 10^{-6}$	<sup>59</sup> Fe	$5,3 \cdot 10^{-8}$	<sup>91</sup> Y	$2,6 \cdot 10^{-8}$
<sup>14</sup> C	$8,2 \cdot 10^{-7}$	<sup>60</sup> Co	$3,5 \cdot 10^{-8}$	<sup>131</sup> I	$2,0 \cdot 10^{-9}$
<sup>32</sup> P	$1,9 \cdot 10^{-8}$	<sup>65</sup> Zn	$1,0 \cdot 10^{-7}$	<sup>134</sup> Cs	$8,6 \cdot 10^{-9}$
<sup>35</sup> S	$6,3 \cdot 10^{-8}$	<sup>76</sup> As	$1,9 \cdot 10^{-8}$	<sup>204</sup> Tl	$6,1 \cdot 10^{-8}$
<sup>45</sup> Ca	$9,1 \cdot 10^{-9}$	<sup>89</sup> Sr	$1,2 \cdot 10^{-8}$	<sup>210</sup> Po	$7,3 \cdot 10^{-10}$
<sup>51</sup> Cr	$1,5 \cdot 10^{-8}$	<sup>90</sup> Sr	$4,0 \cdot 10^{-10}$	<sup>228</sup> Ra	$1,2 \cdot 10^{-10}$

В хозяйственно-бытовую канализацию допускается слив жидких радиоактивных отходов только в том случае, если их концентрация превышает СДК для воды не более чем в 10 раз, причем в коллекторе данного учреждения обеспечивается десятикратное разбавление радиоактивных сточных вод нерадиоактивными. Для короткоживущих изотопов применимо выдерживание жидких радиоактивных отходов в

специальных отстойниках в течение времени, соответствующего 8 — 10 периодам полураспада, после чего также возможен слив отходов в бытовую канализацию.

В общем случае жидкие радиоактивные отходы концентрируют (выпариванием, осаждением и т. д.) и, если возможно, переводят в твердое состояние. Твердые радиоактивные остатки сжигают в специальных печах. Зола и сконцентрированные жидкие отходы помещают в контейнеры и захороняют в земле в бетонированных «могильниках» для радиоактивных отходов, построенных на отведенной для этой цели территории.

## Вопросы

1. Какие процессы лежат в основе биологического действия излучений? От каких факторов зависит поражающее действие облучения?
2. Какие виды излучения наиболее опасны: а) при внешнем и б) при внутреннем облучении?
3. Чем определяется степень радиотоксичности радиоактивных веществ?
4. Что такое экспозиционная доза и поглощенная доза? Какова их размерность в системе СИ?
5. Дайте определение рентгена и рада.
6. При каких условиях поглощенная доза в воздухе равна экспозиционной дозе?
7. Каким образом можно измерить поглощенную дозу для биологической ткани?
8. Определите понятия «коэффициент качества», «эквивалентная доза», «биологический эквивалент рада».
9. Определите понятие предельно допустимой дозы. В каких единицах выражают предельно допустимую дозу и какова ее величина для персонала?
10. Приведите выражения для интенсивности потока в случае моноэнергетического излучения и излучения с дискретным спектром.
11. Приведите вывод формулы для расчета дозы, создаваемой параллельным потоком  $\gamma$ -квантов.
12. Как рассчитать дозу от источника  $\gamma$ -излучения, если с помощью радиометрического прибора измерена регистрируемая активность этого источника?
13. Что такое гамма-постоянная? Как рассчитать гамма-постоянную и как определить ее величину экспериментально?
14. Как определить дифференциальные и полную ионизационные постоянные для изотопа со сложным составом  $\gamma$ -излучения, пользуясь графиком зависимости величины ионизационной постоянной от энергии  $\gamma$ -квантов?
15. Как рассчитывается доза, создаваемая точечным источником  $\gamma$ -излучения, если известна активность источника в мКи?
16. Дайте определение понятия «миллиграмм-эквивалент радия». Как найти активность источника, выраженную в мг-экв радия? Как рассчитать дозу, создаваемую точечным источником  $\gamma$ -излучения, если активность источника выражена в мг-экв радия?
17. В чем заключаются особенности расчета доз от источников  $\beta$ -излучения?
18. Как рассчитать дозу  $\beta$ -излучения, поглощаемую в слое, толщина которого равна максимальному пробегу  $\beta$ -частиц, зная регистрируемую активность источника?
19. Напишите формулу для расчета дозы от точечного источника со сложным составом  $\beta$ -излучения.
20. В чем заключается «защита временем» и «защита расстоянием»?
21. Чем определяется выбор материала защитных экранов? Какие материалы используются для защиты от  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -излучения и нейтронов?
22. При каких условиях можно не учитывать тормозное излучение при конструировании защиты от  $\beta$ -излучения?

23. В чем различие между «узким» и «широким» пучком  $\gamma$ -излучения?
24. Как определяется и от чего зависит величина дозового фактора накопления?
25. Напишите формулу для расчета дозы, создаваемой за защитным экраном широким пучком  $\gamma$ -излучения.
26. Каким образом производится расчет защиты от  $\gamma$ -излучения сложного состава?
27. Назовите важнейшие типы индивидуальных дозиметров.
28. Какие принципы положены в основу классификации работ с радиоактивными веществами?
29. Как проводится дезактивация при загрязнении рабочих поверхностей:  
а) жидкими; б) порошкообразными радиоактивными веществами?
30. Каковы основные правила работы с радиоактивными веществами в лаборатории?
31. Как перерабатывают и удаляют радиоактивные отходы?

# Техника работы с радиоактивными индикаторами

---

## § 1. Подготовка к проведению эксперимента

Прежде всего следует представить, какие практические преимущества имеет в данном конкретном случае использование радиоактивных индикаторов и нельзя ли поставленную задачу решить иными методами. (Впрочем, любому экспериментатору хорошо известно, что совпадение результатов, полученных двумя или несколькими различными методами исследования, — наилучшая гарантия правильности решения задачи.)

Подготовка химического эксперимента с использованием радиоактивного изотопа должна включать следующие стадии: 1) анализ задачи, которую предполагается решить методом радиоактивных индикаторов, и выбор радиоактивного изотопа, наиболее подходящего для данного исследования; 2) составление плана работы; 3) расчет необходимой активности (общей и удельной); 4) сдачу заказа на поставку радиоактивного изотопа; 5) составление инструкции по работе с радиоактивным изотопом.

**Выбор радиоактивного изотопа.** Если по характеру поставленной задачи нужно выяснить поведение химического соединения как единого целого, достаточно пометить любой нелабильный атом в исходной молекуле. В таком случае возможности для выбора радиоактивного индикатора часто оказываются весьма широки: в качестве метки пригоден радиоактивный изотоп практически любого элемента, входящего в молекулу исследуемого соединения. При этом желательно из всех возможных выбирать наименее радиотоксичный изотоп. Если же поставлена задача изучить поведение отдельных атомов, входящих в состав тех или иных молекул, то можно использовать радиоактивные изотопы только того элемента, атомы которого хотят пометить.

Когда для выполнения работы подходят несколько радиоактивных изотопов с близкой радиотоксичностью, то выбор изотопа определяется как соображениями удобства работы, так и его стоимостью. Наиболее удобно работать с изотопами, периоды полураспада которых не слишком малы, а излучение на имеющейся аппаратуре можно измерить с максимальным значением коэффициента регистрации ф. Во многих случаях подобрать изотоп, полностью удовлетворяющий этим требо-

ваниям, не удастся, и приходится принимать компромиссное решение.

Пусть, например, требуется выбрать радиоактивный изотоп, с помощью которого можно было бы пометить  $\text{BaSO}_4$  для определения растворимости этого соединения в воде. Воспользуемся, например, каталогом «Соединения и изделия с радиоактивными изотопами» (изд-во Всесоюзного объединения «Изотоп». М, 1972). Согласно этому каталогу наша промышленность поставляет следующие радиоактивные изотопы серы и бария:  $^{35}\text{S}$  ( $T_{1/2} = 87,2$  дня,  $\beta$ -излучатель,  $E_{\text{max}} = 0,167$  МэВ);  $^{131}\text{Ba}$  ( $T_{1/2} = 11,5$  дня,  $\gamma$ -излучатель),  $^{133}\text{Ba}$  ( $T_{1/2} = 7,5$  года,  $\gamma$ -излучатель),  $^{140}\text{Ba}$  ( $T_{1/2} = 12,8$  дня,  $\beta^-$ - и  $\gamma$ -излучатель, дающий дочерний  $\beta^-$ -радиоактивный  $^{140}\text{La}$  с  $T_{1/2} = 40,2$  ч). Из этих изотопов  $^{133}\text{Ba}$  относится по радиотоксичности к группе А, а остальные — к более низкой группе В. Среди изотопов  $^{35}\text{S}$ ,  $^{131}\text{Ba}$  и  $^{140}\text{Ba}$  (цена 1 мКи которых приблизительно одинакова) целесообразно выбрать изотоп  $^{35}\text{S}$ , так как период полураспада  $^{35}\text{S}$  достаточно велик, при распаде не образуется дочерних радиоактивных изотопов, а регистрировать  $\beta^-$ -излучение  $^{35}\text{S}$  на таком распространенном детекторе, как счетчик Гейгера—Мюллера, можно со значительно более высокой эффективностью, чем  $\gamma$ -излучение. К тому же защиту от  $\beta^-$ -излучения обеспечить значительно проще, чем от  $\gamma$ -излучения.

Следует отметить, что при выборе радиоактивного изотопа нужно учитывать также, по какой ядерной реакции получают поставляемый изотоп. Радиоактивные изотопы, синтезируемые по ( $n$ ,  $\gamma$ ) реакции, обычно содержат меньше радиоактивных примесей, чем изотопы, полученные облучением исходной мишени высокоэнергетическими частицами, так как в последнем случае вероятность протекания конкурирующих ядерных реакций значительно выше. Но в то же время по реакции ( $n$ ,  $\gamma$ ) всегда получают радиоактивные изотопы с носителем, что иногда нежелательно.

Естественные радиоактивные элементы, обладающие большим периодом полураспада и, следовательно, низкими удельными активностями, можно метить более короткоживущими изотопами. Например, для природного  $\alpha$ -радиоактивного тория удобен в качестве индикатора  $\beta^-$ -радиоактивный изотоп  $^{234}\text{Th}$  ( $T_{1/2} = 24$  дня), который можно легко выделить из солей урана.

**Составление плана работы и расчет необходимой активности.** В плане работы следует предусмотреть: распределение по времени основных этапов работы, расход радиоактивного изотопа, составление инструкции по работе с радиоактивным изотопом. По соображениям техники безопасности эксперимент должен быть спланирован таким образом, чтобы время контакта экспериментатора с радиоактивным изотопом было минимальным. Максимальная длительность работы с радиоактивным изотопом определяется кроме требований техники безопасности также величиной периода полураспада  $T_{1/2}$  изотопа. Необходимо, чтобы активность в конце эксперимента была достаточна для надежной регистрации излучения.

Особо важное значение имеет правильное распределение времени при работе с короткоживущими изотопами. К тому моменту, когда

(согласно заявке) ожидается поставка короткоживущего изотопа, должны быть завершены все подготовительные операции, так чтобы радиоактивный изотоп немедленно можно было ввести в работу. В некоторых случаях при работе с короткоживущими изотопами следует заранее предусмотреть возможность круглосуточной работы.

Очень важно правильно рассчитать необходимую величину исходной активности используемого радиоактивного вещества. Как уже отмечалось в гл. 1, § 4, 1, с точки зрения техники безопасности активность взятого радиоактивного вещества должна быть минимальна. К тому же использование высоких активностей может привести к появлению радиационных эффектов, искажающих характер наблюдаемых процессов. Если же использовать радиоактивное вещество со слишком низкой активностью, то это может привести к большим погрешностям при регистрации излучения препарата, связанным со статистическим характером радиоактивного распада (см. гл. 4), или к тому, что вообще не удастся измерить активность полученных препаратов из-за крайне низкого содержания в них радиоактивного изотопа. Поэтому, говоря о необходимой для работы активности, обычно считают, что речь идет о минимально необходимом количестве радиоактивного изотопа, которое позволит выполнить намеченное исследование, т. е. получить интересующий нас результат с заранее требуемой точностью.

Для того чтобы рассчитать необходимую для работы активность, нужно прежде всего решить, какова должна быть скорость счета препаратов, приготовляемых на заключительных этапах планируемого исследования. Если измерения проводят с помощью счетчика Гейгера — Мюллера, то задаются обычно значениями скорости счета  $I$  в интервале от 500 до 2000 имп/мин. Кроме величины  $I$ , для расчета общей активности, необходимой для исследования, нужно знать ряд характеристик изучаемой системы и регистрирующей аппаратуры, которые могут быть различными в зависимости от той или иной конкретной задачи. Например, при определении растворимости минимально необходимую общую активность вводимого в раствор вещества можно найти, если известны: 1. Величина скорости счета пробы  $I$ . 2. Коэффициент регистрации излучения  $\phi$ . 3. Объем пробы. 4. Число проб. 5. Ориентировочное содержание меченого вещества в пробе (ориентировочное значение растворимости). 6. Продолжительность исследования. 7. Количество донной фазы (масса осадка).

**Пример 13.** Найдем активность  $^{89}\text{SrSO}_4$ , необходимую для определения его растворимости в воде при  $25^\circ\text{C}$ , если желательнее, чтобы скорость счета препарата  $I$ , приготовленного из насыщенного раствора, составляла около 500 имп/мин. Предполагается, что объем каждой пробы будет равен 2 мл, общая продолжительность опыта составит 12 ч, пробы (каждый раз по 3 параллельных) будут отбираться с интервалом 1 ч. Коэффициент регистрации  $\phi = 0,06$ . Ориентировочная растворимость  $\text{SrSO}_4$   $10^{-4}$  г/мл. Допустим, что количество донной фазы должно приблизительно в 10 раз превышать содержание  $\text{SrSO}_4$  в растворе.

Период полураспада взятого изотопа  $^{89}\text{Sr}$  равен примерно 51 дню (см. табл. П.1), поэтому при общей продолжительности опыта 12 ч убылью радиоактивного изотопа за счет распада можно пренебречь.

Найдем абсолютную удельную активность  $a_{\text{уд}}$  (распад/мин·г), которую должен иметь  $^{89}\text{SrSO}_4$ , взятый для проведения опыта. Так как скорость счета 1 мл

насыщенного раствора должна составлять  $500/2 = 250$  имп/мин, то, учитывая  $\Phi = 0,06$ , находим абсолютную активность  $^{89}\text{SrSO}_4$ , содержащегося в 1 мл раствора:

$$a_{(1 \text{ мл})} = 250/0,06 = 4,2 \cdot 10^3 \text{ расп/мин.}$$

Принимая во внимание ориентировочное значение растворимости  $\text{SrSO}_4$ , получим

$$a_{\text{уд}} = (4,2 \cdot 10^3)/10^{-4} = 4,2 \cdot 10^7 \text{ расп/мин} \cdot \text{г.}$$

Общее число проб составит  $12 \cdot 3 = 36$ , а объем раствора в отобранных пробах  $36 \cdot 2 = 72$  мл. Естественно, что после отбора всех проб над осадком должно оставаться какое-то количество раствора; допустим, что оно равно 28 мл. Таким образом, всего раствора будет  $72 + 28 = 100$  мл. Максимальное содержание  $\text{SrSO}_4$  в таком объеме насыщенного раствора составит около  $1 \cdot 10^{-4} \cdot 100 = 1 \cdot 10^{-2}$  г. Следовательно, доливной фазы можно взять около  $1 \cdot 10^{-2} \cdot 10 = 1 \cdot 10^{-1}$  г. Таким образом, всего для проведения опыта достаточно использовать  $1 \cdot 10^{-1} + 1 \cdot 10^{-2} \approx 1,1 \cdot 10^{-1}$  г  $^{89}\text{SrSO}_4$ . С учетом потерь, которые неминуемы в ходе приготовления осадка меченого сульфата стронция, разумно синтезировать около 0,15 г  $^{89}\text{SrSO}_4$ ; общая активность осадка, таким образом, составит

$$a = 4,7 \cdot 10^7 \cdot 0,15 = 7 \cdot 10^6 \text{ расп/мин} \approx 3,2 \text{ мКи.}$$

**Заказ изотопа.** Поставка радиоактивных веществ осуществляется через Всесоюзное объединение «Изотоп» по заявкам, согласованным с органами санитарно-эпидемиологической службы и внутренних дел.

В табл. П.1 приведены важнейшие характеристики радиоактивных изотопов, наиболее часто используемых в качестве индикаторов. Всесоюзное объединение «Изотоп» выпускает каталоги, в которых содержатся различные сведения о поставляемых изотопах и источниках ионизирующих излучений. В них; в частности, указываются ядерные реакции, посредством которых получен изотоп, размер порций (фасовок) радиоактивных изотопов в мКи, удельные активности отдельных фасовок, химический составготавливаемых меченых соединений, стоимость заказа и т. п. В тех случаях, когда требуемый изотоп по каким-либо причинам не производится, можно подать заявку на облучение приготовленной мишени, рассчитав предварительно необходимые параметры: интенсивность потока нейтронов, продолжительность облучения, дозу на внешней стенке контейнера после облучения (она не должна превышать предельно допустимого уровня) и т. д.

Выдача радиоактивных изотопов из хранилища на рабочие места производится только по письменному разрешению руководителя учреждения (или уполномоченного им лица) при наличии инструкции по проведению данной работы и необходимых средств защиты.

**Составление инструкции по работе с радиоактивным изотопом.** Перед началом каждой новой работы с радиоактивным изотопом (синтеза меченого соединения, проведения физико-химического исследования и т. д.) должна быть составлена «Инструкция на рабочем месте», в которой следует отразить все конкретные особенности выполнения предстоящих операций. Требования этой инструкции должны строго выполняться наравне с общими правилами работы с радиоактивными изотопами (см. гл. 1, § 7, 1). На стр. 52 — 53 дан пример «Инструкции на рабочем месте».

Все проводимые в лаборатории работы с радиоактивными изотопами должны фиксироваться в специальном журнале, где следует отмечать дату получения радиоактивного вещества, его характеристики, активность (на соответствующее число), а также расход радиоактивного изотопа в опытах, количество неизрасходованного вещества и условий и условия хранения последних.

Ниже в качестве примера показана часть страницы из этого журнала.

*Требование № 01/77 от 5 01.1977. Паспорт № 2500 от 30 12 1976. Изотоп<sup>131</sup>I. Соединение KI (без носителя). Количество 3,5 мл. Активность 24,5 мКи, удельная активность 7 мКи/мл на 31.12.1976. Характеристика изотопа: период полураспада 8,08 дня, тип распада  $\beta$ - $\gamma$ ; группа радиогоксичности Б, полная гамма-постоянная  $K_{\gamma} = 2,25 \text{ Р} \cdot \text{см}^2/\text{ч} \cdot \text{мКи}$ ;  $R_{\text{max}} = 0,316 \text{ г/см}^2$ . Характеристика соединения или препарата: раствор с рН 7,8. Радиохимическая чистота: 99%. Дата выдачи 6 1.1977. Распалось до выдачи со склада: 10 мКи. Выдано: 14,5 мКи. Выдал Иванов (подпись)*

Дата	Активность, мКи	Соединение	В какое помещение и кому выдано	Цель работы	Разрешил проводить работу	Получил изотоп для работы	Распалось в ходе работы, мКи	Сдано в отходы, мКи	Возвращено на склад, мКи	Дата завершения работ с изотопом	Подпись ответственного
6. 01 1977	14,5	KI	комн. 101 Сидорову	Изучение кинетики изотопного обмена	Петров (подпись)	Сидоров (подпись)	12,8	1,8	нет	30. 01. 1977	Федоров

## § 2. Вскрытие упаковки радиоактивных веществ. Приготовление раствора требуемой активности

Многие радиоактивные вещества поставляются Всесоюзным объединением «Изотоп» в виде водных растворов, заключенных в специальные флаконы типа пенициллиновых или в запаянные стеклянные ампулы; твердые радиоактивные вещества поступают в пробирках с притертой пробкой или в специальных флаконах; радиоактивные газы поставляются в стеклянных ампулах. Стеклянные пробирки (флаконы, ампулы), в которые непосредственно помещено радиоактивное вещество, называют внутренней упаковкой. Для защиты от излучения при транспортировке и хранении ампулы, флаконы и пробирки помещают в контейнеры, стенки которых должны снижать уровень радиации до предельно допустимого (см. гл. 1, § 6, 2).

Полученный по заказу радиоактивный изотоп до начала использования хранится в контейнере в специальном хранилище (в сейфе). Перед началом работы знакомятся с паспортом радиоактивного изотопа. В паспорте, в частности, указывается: соединение, в состав которого входит радиоактивный изотоп; общая активность меченого соединения; масса радиоактивного вещества или объем раствора, содер-

«Утверждено»

Руководитель предприятия

«    » \_\_\_\_\_ 19    г.

## ИНСТРУКЦИЯ ПО СИНТЕЗУ $\text{SrSO}_4$ , МЕЧЕННОГО

### I. Основные свойства изотопа

Схема распада:



Период полураспада  $T_{1/2} = 50,5$  дней

Величина максимального пробега  $\beta$ -излучения  $R_{\text{max}} = 0,65$  г/см<sup>2</sup>

Группа радиотоксичности: В

Коэффициент регистрации излучения  $^{89}\text{Sr}$  на радиометре с датчиком площадью 150 см<sup>2</sup> с тремя цилиндрическими счетчиками Гейгера—Мюллера  $\varphi = 0,15$ .

Для получения значений загрязненности в расп/мин со 150 см<sup>2</sup> показания радиометра следует умножить на  $K = 1/\varphi = 7$ .

### II. Характер выполняемых операций и условия проведения экспериментов

Наименование операции	Группа операций по классификации «Санитарных правил» (ОСП-72)	Общая активность изотопа, находящегося в работе, микрокюри	Класс работ	Условия проведения эксперимента
1. Отбор нужного количества раствора $^{89}\text{SrCl}_2$ без носителя	Простые операции с растворами	250	III	В специально оборудованном боксе. Раствор $^{89}\text{SrCl}_2$ хранить на кювете
2. Приготовление меченого раствора $^{89}\text{SrCl}_2$ с требуемой концентрацией носителя	Обычные химические операции	3,2	—	На рабочем столе. Радиоактивный раствор $^{89}\text{SrCl}_2$ хранить на кювете
3. Осаждение $^{89}\text{SrSO}_4$	То же	3,2	—	На рабочем столе. Все сосуды с радиоактивными веществами хранить на кювете
4. Фильтрация осадка $^{89}\text{SrSO}_4$		3,2	—	То же

«Согласовано»

Начальник службы  
радиационной безопасности

«Согласовано»

Представитель  
санитарно-эпидемиологической  
службы

« — » \_\_\_\_\_ 19 — г.

« — » \_\_\_\_\_ 19 — г.

## РАДИОАКТИВНЫМ ИЗОТОПОМ $^{89}\text{Sr}$

### III. Измерения загрязненности и дезактивация

1. После выполнения каждой операции и в конце рабочего дня необходимо проверить загрязненность рабочего места, раковины и приборов, с которыми был контакт в ходе работы (весы, сушильный шкаф и т. д.).

2. Дезактивацию рабочего места следует проводить до предельно допустимого уровня 5000 расп/мин со 150 см<sup>2</sup>\*. *Помни, что показания радиометра следует увеличивать в 7 раз!*

3. В качестве дезактивирующего раствора служит 1%-ный раствор трилона Б в 1%-ном растворе соды.

4. Все радиоактивные отходы следует помещать в специальные емкости, расположенные в вытяжном шкафу. Выливать в раковину растворы, содержащие  $^{89}\text{Sr}$ , категорически запрещено.

5 После снятия перчаток необходимо проверить руки на загрязненность. Дезактивацию рук производить водой с мылом или моющими средствами.

### IV. Аварийные ситуации

Попадание больших количеств радиоактивного раствора  $^{89}\text{SrCl}_2$  или осадка  $^{89}\text{SrSO}_4$  на поверхности стола или пола.

Для устранения последствий аварии необходимо: обозначить место загрязнения, механически удалить радиоактивное вещество с зараженной поверхности (раствор — фильтровальной бумагой, осадок — влажной ватой), а затем протереть загрязненное место ватным тампоном, смоченным дезактивирующим раствором, до тех пор, пока радиоактивный изотоп не перестанет удаляться при протирке.

Обо всех авариях надлежит немедленно сообщать научному руководителю и дозиметристу. Руководителем данной работы является И. И. Иванов (комната 100), дозиметрист П. П. Петров дежурит в комнате 108.

---

\* Предельно допустимые уровни загрязненности, установленные «Инструкцией на рабочем месте», могут отличаться (но только в сторону занижения) от уровней, установленных ОСП-72.

жащего радиоактивное вещество; удельная активность (обычно мКи/г или мКи/мл) и дата (для короткоживущих изотопов — день и час) ее определения; содержание посторонних радиоактивных изотопов. Для растворов радиоактивных веществ с носителем в паспорте приводится также концентрация носителя.

Часто оказывается необходимым использовать для работы не все количество полученного радиоактивного изотопа, а только его часть. Содержание радиоактивного изотопа в стандартных фасовках обычно составляет 0,5 — 100 мКи. Разумеется, следует заказывать фасовку минимальной активности, которая достаточна для выполнения планируемой работы.

До начала работы с радиоактивным веществом рассчитывают, какую долю исходной фасовки нужно использовать для проведения опыта. Этот расчет целесообразно проводить до вскрытия упаковки, в которой содержится радиоактивный изотоп, так как вскрытие упаковки удобно сочетать с отбором требуемого для опыта количества радиоактивного вещества.

Если оказывается, что для опыта необходима лишь небольшая доля фасовки, то возникает проблема отбора этой доли. В случае растворов ее решают следующим образом. Выясняют, какой минимальный объем раствора можно отобрать с достаточной точностью имеющимися в лаборатории пипетками. Допустим, что он равен 1 мл. Рассчитывают, во сколько раз следует разбавить 1 мл исходного радиоактивного раствора\*, чтобы требуемое количество активности содержалось также в 1 мл. Предположим, что удельная активность исходного раствора составляет 20 мКи/мл, а для опыта необходимо 2 мКи. Необходимое разбавление составит  $20 \cdot 10^3 : 2 = 10^4$  раз. Такое разбавление за одну операцию осуществить трудно, да к тому же и хранение большого объема радиоактивного раствора (в данном случае объем составил бы 10 л) связано с определенными неудобствами. В таких случаях процедуру разбавления осуществляют в несколько стадий. Так, в рассматриваемом примере можно сначала развести 1 мл в колбе на 100 мл, затем 1 мл полученного раствора вновь развести в 100 раз в другой такой же колбе. Общая кратность разбавления, таким образом, составит  $10^2 \cdot 10^2 = 10^4$  раз.

Если нужно отобрать для работы малую часть твердого радиоактивного вещества, можно растворить это вещество (все или некоторую часть) в небольшом количестве растворителя, а затем рассчитать требуемую кратность разведения, как это уже было показано.

Перед вскрытием упаковки радиоактивного вещества нужно тщательно продумать все предстоящие операции. Необходимо рассчитать дозу, создаваемую радиоактивным изотопом (см. гл. 1, § 3) и толщину свинцового экрана, который снизит дозу ниже предельно допустимого уровня (см. гл. 1, § 4). Для этого исходя из паспортных данных

---

\* В случае, если объем исходного раствора меньше того объема, который позволяет отбирать имеющаяся пипетка, можно увеличить его, разбавив исходный раствор водой.

рассчитывают активность радиоактивного изотопа на день вскрытия, затем вычисляют значение дозы на рабочем месте, принимая расстояние  $r$  до источника радиоактивности равным, например, 20 см и продолжительность операции вскрытия  $t = 15$  мин. Определив дозу в отсутствие экрана, рассчитывают толщину экрана, необходимую для снижения дозы до предельно допустимой.

Прежде чем приступить к работе с радиоактивным изотопом, готовят все необходимое для вскрытия упаковки и последующего отбора нужной порции радиоактивного вещества. Следует отметить, что, как и все операции с радиоактивными изотопами, вскрытие упаковки должно проводиться на кювете, в которую рекомендуется постелить фильтровальную бумагу. Во всех случаях необходимы: 1) пинцет или специальные щипцы для извлечения радиоактивного изотопа из контейнера; 2) полоски фильтровальной бумаги; 3) посуда для сбора радиоактивных отходов; 4) дезактивирующий раствор.

Если предполагается вскрывать ампулу с радиоактивным раствором, то следует заранее приготовить:

1) штатив, на котором укреплена пипетка со шприцем или специальной грушей (см. рис. 12) (предварительно на неактивном растворе нужно проверить, хорошо ли держит пипетка засасываемый раствор); на штативе должна быть запасная лапка, в которой при необходимости можно укрепить ампулу с раствором; под пипетку ставят чашку Петри, дно которой покрыто фильтровальной бумагой;

2) мерные колбы (их количество определяется числом стадий последовательного разбавления);

3) флакон на 5 — 25 мл, в который будет помещен неиспользованный исходный раствор;

4) стаканы (в стаканы следует помещать ампулу, флакон и мерные колбы, содержащие радиоактивные растворы);

5) промывалку с дистиллированной водой;

6) инструмент для вскрытия ампулы (победитовый резец и т. п.).

Вся посуда, предназначенная для хранения радиоактивных веществ, должна быть заранее снабжена этикетками с указанием изотопа, соединения (содержащего этот радиоактивный изотоп), даты приготовления и активности.

В тех случаях, когда необходимо вскрыть ампулу с активным раствором, а исследователь впервые приступает к выполнению этой операции, ему нужно предварительно потренироваться на вскрытии запаянных ампул с неактивным раствором (или водой). Вскрытие ампулы можно проводить следующим образом. Держа ампулу над кюветой в левой руке, в правую руку берут резец и на расстоянии примерно 1 — 2 см ниже верхнего конца надрезают ампулу. Далее к месту надреза прикасаются раскаленной докрасна стеклянной палочкой. Если ампула сразу не треснет, то на надрез из промывалки наносят каплю воды. При хорошей тренировке вся процедура надреза и вскрытия ампулы занимает не больше 1 мин.

Если предполагается отбирать порцию твердого вещества, то для работы необходимы: 1) заранее взвешенный бюкс, помещенный на чашку Петри (чашка Петри играет роль подноса); 2) шпатель для отбора

вещества. Его размеры должны соответствовать отверстию пробирки (или флакона), в которой хранится исходное радиоактивное вещество.

Чашка весов, на которой собираются проводить взвешивание бюкса с радиоактивным веществом, должна быть покрыта заранее взвешенным листком кальки или фильтровальной бумаги.

При отборе твердых веществ также необходимо предварительно потренироваться с веществом того же химического состава, но не содержащим радиоактивности. Отбор порции порошкообразных радиоактивных веществ обязательно должен проводиться в специальных боксах.

После того как все подготовительные операции выполнены и получено разрешение на работу с радиоактивным изотопом, контейнер с радиоактивным веществом переносят за защитный экран и вынимают специальным захватом стеклянную ампулу (пробирку, флакон) с радиоактивным изотопом из контейнера. С помощью дозиметрического прибора убеждаются, что экран снижает дозу до предельно допустимого уровня. После вскрытия упаковки проводят с радиоактивным веществом запланированные операции. Остаток радиоактивного вещества вновь помещают в контейнер и переносят в специальное хранилище (сейф). Отходы (жидкие и твердые) собирают в тару для хранения радиоактивных отходов. Фиксируют в «Журнале движения изотопов» взятое для работы и сданное в отходы количество радиоактивного изотопа.

### **§ 3. Очистка изотопа от радиоактивных примесей и определение его радиохимической чистоты**

Многие продажные радиоактивные вещества содержат наряду с основным и ряд примесных радиоактивных изотопов. Этими примесями могут быть радиоактивные изотопы того же элемента, к которому принадлежит основной изотоп (в этом случае говорят о *ядерно-физических примесях*) или радиоактивные изотопы других элементов (так называемые *радиохимические примеси*). Примеси могут оказаться в радиоактивном веществе в результате побочных ядерных реакций при получении требуемого радиоактивного изотопа, а также из-за неполноты разделения продуктов, образовавшихся при ядерной реакции. Кроме того, примеси могут появиться за счет накопления дочерних радиоактивных изотопов при распаде атомов материнского вещества. Как уже отмечалось, в паспорте каждого радиоактивного изотопа указывается, какие примеси и в каких количествах содержатся в поставляемом веществе. При необходимости проводят дополнительную работу по выявлению радиоактивных примесей в используемом веществе. Для этой цели можно воспользоваться, например, методом сцинтилляционной  $\gamma$ -спектроскопии. Если для получения радиоактивного изотопа используют облучение какой-либо мишени, то примеси в основном изотопе могут быть предсказаны путем анализа возможных ядерных реакций в зависимости от состава и химических загрязнений

исходной мишени, вида и энергии бомбардирующих частиц и продолжительности облучения.

Как правило, для проведения исследований нужны вещества, содержащие радиоактивные изотопы только одного определенного элемента (так называемые *радиохимически чистые вещества*). Для отделения радиохимических примесей используют обычные методы разделения веществ (экстракцию, хроматографию, осаждение и т. д.). При этом в случае необходимости в раствор добавляют соответствующие носители (либо основного изотопа, либо радиохимических примесей). Отметим, что иногда очистку от примесей можно и не проводить. Так, если энергия излучения примесного изотопа значительно меньше, чем основного, то при измерении препарата примесное излучение можно полностью поглотить с помощью соответствующего экрана. Таким образом проводят, например, регистрацию  $\beta$ -излучения  $^{32}\text{P}$  в присутствии  $^{35}\text{S}$ . При работе с радиоактивными изотопами, при распаде которых образуются дочерние радиоактивные ядра, очистку исходного вещества не проводят, если период полураспада дочернего продукта достаточно мал. В этих случаях радиоактивные препараты перед регистрацией выдерживают в течение такого времени, чтобы установилось равновесие между дочерним и материнским изотопами. За этот же период неравновесные количества дочернего изотопа, присутствующие в препарате в момент его приготовления, полностью распадаются. Так, при регистрации препаратов, содержащих  $^{144}\text{Ce}$ , необходимое время выдержки составляет около 3 ч, так как период полураспада дочернего  $^{144}\text{Pr}$   $T_{1/2} = 17,3$  мин.

После очистки от радиохимических примесей проверяют радиохимическую чистоту изотопа, используя либо физические (определение периода полураспада, изучение  $\gamma$ -спектра), либо химические методы. Химические методы заключаются в проведении нескольких повторных операций выделения возможных примесей, причем после каждой операции контролируют массовую или объемную активность очищаемого вещества. Постоянство удельных активностей на последовательных стадиях работы свидетельствует о радиохимической чистоте изотопа.

**Пример 14.** Радиоактивное железо  $^{59}\text{Fe}$ , не содержащее изотопного носителя, было получено облучением нейтронами окиси кобальта особой чистоты. Время облучения 10 дней. Какие радиоактивные примеси могут образоваться при облучении и как от них освободиться?

Природный кислород состоит из изотопов  $^{16}\text{O}$ ,  $^{17}\text{O}$  и  $^{18}\text{O}$ , а природный кобальт — из одного изотопа  $^{59}\text{Co}$ . Учитывая это, составим перечень возможных ядерных реакций, приводящих к образованию радиоактивных изотопов (см. табл. 10).

Т а б л и ц а 10

**Характеристика ядерных реакций, протекающих при облучении окиси кобальта нейтронами**

Ядерная реакция	Сечение в миллибарнах (мб)	Период полураспада образующегося изотопа
$^{59}\text{Co} (n, \gamma) ^{60}\text{Co}$	$3,7 \cdot 10^4$	5,3 года
$^{59}\text{Co} (n, p) ^{59}\text{Fe}$	6	45 дней
$^{59}\text{Co} (n, \alpha) ^{56}\text{Mn}$	0,14	2,58 ч
$^{18}\text{O} (n, \gamma) ^{19}\text{O}$	0,2	27 с

Учитывая, что изотопы  $^{56}\text{Mn}$  и  $^{18}\text{O}$  обладают небольшими периодами полураспада, можно прийти к выводу, что полученный изотоп  $^{59}\text{Fe}$  будет загрязнен только одной радиохимической примесью —  $^{60}\text{Co}$ . Для очистки  $^{59}\text{Fe}$  от  $^{60}\text{Co}$  облученный  $\text{CoO}$  растворяют в 8 н.  $\text{HCl}$  и далее экстрагируют  $^{59}\text{Fe}$  изопропиловым эфиром. Для контроля радиохимической чистоты полученного  $^{59}\text{Fe}$  проводят измерения его  $\gamma$ -спектра на сцинтилляционном детекторе. Если эти измерения покажут наличие примеси  $^{60}\text{Co}$ , то экстракцию изопропиловым эфиром следует повторить.

#### **§ 4. Проведение основного эксперимента. Подготовка препаратов для измерения активности**

Эксперимент с мечеными атомами может быть начат только после проведения всей необходимой предварительной работы. Должно быть подготовлено, снабжено соответствующими экранами и манипуляторами место для проведения опыта; приготовлены все необходимые растворы (в том числе активные); собрана и проверена в работе (без активности) установка для проведения эксперимента (проверена герметичность прибора, работа кранов и т. п.). Следует обращать особое внимание и на выбор посуды для работы. Выбирать химическую посуду надо с учетом уровня используемой активности, так как даже после самой тщательной дезактивации на стекле остается адсорбированной 0,1 — 0,01 % исходной активности; простой расчет показывает, что посуда, в которой проводилась работа с активностями порядка десятков милликюри (например, при операции вскрытия ампулы и переливании исходного раствора), непригодна для работ с растворами, активность которых не превышает несколько микрокюри. Адсорбции радиоизотопа на стекле особенно следует опасаться при работе с радиоактивными индикаторами, используемыми без носителя в нейтральной или щелочной среде. В любом случае предпочтительнее пользоваться посудой из кварца или пластмассы (полиэтилен, тефлон и др.).

Как правило, перед проведением опыта с радиоактивными изотопами желательна постановка модельного («холодного») эксперимента, включающего все основные моменты предстоящего опыта, но без использования радиоактивного изотопа. «Холодный» опыт проводится для предварительного ознакомления с отдельными операциями, а также для определения трудностей, которые могут встретиться при работе с активными материалами. Постановка «холодного» эксперимента особенно необходима, когда проводится исследование с применением новых методов или сложной, недостаточно освоенной аппаратуры. Время, затрачиваемое на такой эксперимент, с лихвой окупается за счет уменьшения продолжительности облучения экспериментатора в «горячем» опыте, а также снижения вероятности непредвиденного несчастного случая.

Важным моментом является выбор метода приготовления препаратов для измерения активности. Этот выбор зависит от типа и энергии излучения изотопа, фазового состояния меченого вещества и т. д. Наиболее распространенный метод — приготовление препаратов для измерения в твердом состоянии. Такие препараты обычно вставляют в держатели на определенном расстоянии от детектора излучения. Для ре-

гистрации радиоактивности жидких проб их помещают в чашечки или пробирки; измерения проводят с помощью обычных или специально приспособленных для этой цели детекторов (сцинтиллирующие кристаллы с колодцем). Газообразные вещества (водород, меченный тритием, двуокись углерода, содержащую  $^{14}\text{C}$ , и др.) непосредственно вводят внутрь рабочего объема ионизационного детектора.

Измерение радиоактивности жидкостей имеет известные преимущества перед измерением твердых препаратов. Связано это с тем, что распределение изотопа в жидких препаратах равномерно и, кроме того, размеры жидких препаратов строго фиксированы стенками чашечки. Если проводятся измерения жидкостей, которые содержат изотопы, испускающие  $\gamma$ -кванты или  $\beta$ -частицы достаточно высокой энергии, то для того, чтобы измерения проб давали сопоставимые результаты, необходимо знать массу или объем растворов, взятых для регистрации. Следует иметь в виду, что при регистрации изотопов, испускающих  $\beta$ -частицы, вклад в регистрируемую активность дают только радиоактивные атомы, содержащиеся в верхнем слое жидкости, толщина которого равна максимальному пробегу  $\beta$ -частиц. Так как  $\beta$ -излучение низкой энергии сильно поглощается жидкостью, то измерение активности растворов, содержащих такие  $\beta$ -излучатели, возможно лишь при достаточно высокой удельной активности жидкости. В таких случаях часто предпочитают выпаривать раствор и измерять активность сухого остатка. Отметим, что измерение жидких препаратов не рекомендуется проводить и в случаях, когда растворитель легко летуч.

Твердые препараты готовят испарением, осаждением радиоактивного вещества из раствора, электролизом или электрокапиллярным напылением. Каждый из этих методов имеет свои преимущества и недостатки. При простом выпаривании активного раствора в чашке (или на другой подложке) радиоактивное вещество отлагается неравномерно. Электролитическое осаждение может дать очень тонкие осадки, но их однородность зависит от качества материала подложки, служащей электродом. Кроме того, электролитическое осаждение возможно лишь в частных случаях. При приготовлении препаратов выделением изотопа из раствора с помощью осаждения основная трудность заключается в последующем перенесении и равномерном распределении осадка на соответствующей подложке. Наконец, метод электрокапиллярного напыления довольно трудоемок. Следует учитывать, что относительные измерения будут достаточно точны лишь в тех случаях, когда измеряемые препараты удовлетворяют ряду требований (в частности, необходимо, чтобы все измеряемые препараты были одинаковы по форме и размеру и нанесены на подложки из одинаковых материалов). Если предполагается регистрировать активность твердых препаратов, меченных изотопами, которые при распаде испускают  $\beta$ -частицы низкой энергии, то предпочитают готовить препараты, толщина которых превышает максимальный пробег  $\beta$ -частиц данного изотопа. В этом случае некоторые колебания в толщине слоя практически не скажутся на результатах измерений.

Рассмотрим некоторые из существующих способов приготовления твердых препаратов.

**Приготовление препаратов накапыванием активного раствора на бумажный фильтр.** Предварительно на бумажном фильтре, используя шаблон, проводят карандашом две концентрические окружности, соответствующие внешнему и внутреннему диаметру препарата, который хотят приготовить. Пространство между этими окружностями с помощью кисточки покрывают с двух сторон раствором плексигласа в дихлорэтано. Ставят на кювету штатив с кольцом. На кольцо штатива кладут подсушенный бумажный фильтр и закрепляют его, положив сверху кольцо из стекла или плексигласа. На этом же штативе укрепляют пипетку со шприцем, причем носик пипетки устанавливают на один — полтора сантиметра выше центра фильтра. Под фильтром на штативе укрепляют второе металлическое кольцо, на него кладут асбестовую сетку и под сетку ставят газовую горелку или электроплитку. Приспособление для накапывания имеет вид, схематично изображенный на рис. 13.

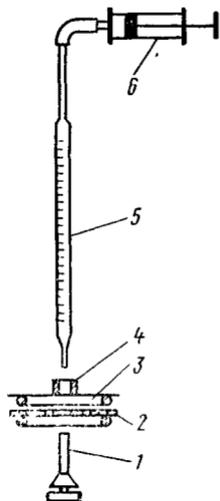


Рис. 13. Приспособление для приготовления препаратов методом накапывания

1 — газовая горелка, 2 — кольцо штатива с асбестовой сеткой, 3 — кольцо штатива с бумажным фильтром, 4 — кольцо из плексигласа, 5 — пипетка, 6 — шприц

В пипетку, предварительно промытую исследуемым раствором, шприцем набирают до определенной метки радиоактивный раствор, зажигают горелку и начинают накапывание. Раствор из пипетки спускают постепенно, по 1—2 капли; перед каждой новой порцией ждут, чтобы фильтр подсох. Особо следят за тем, чтобы активный раствор не прокапывал через фильтр. Накапывать следует не более 0,5 мл.

После подсушивания последней порции раствора поверхность фильтра покрывают лаком\*, накапывая его с помощью капельницы или специальной пипетки. Фильтр подсушивают, затем снимают с кольца, обрезают по заранее отмеченной внешней окружности (оставить «хвостик», рис. 14) и хранят до измерения активности в чашке Петри.

**Приготовление препаратов выпариванием аликвотной части раствора в измерительных чашечках.** Отбирают пипеткой со шприцем определенный объем радиоактивного раствора в измерительную чашечку, изготовленную из стекла, стали, тефлона или другого материала. Чашечку помещают в стеклянную или фарфоровую ванночку и раствор выпаривают под лампой досуха, избегая сильного нагрева.

**Приготовление препаратов осаждением из раствора.** Наиболее общей процедурой, позволяющей одновременно концентрировать активность в малом объеме твердой фазы и выделять исследуемый элемент из смеси, является осаждение радиоактивного изотопа из раствора с кристаллическим осадком. В раствор перед осаждением добавляют в качестве носителя соединение, содержащее стабильный изотоп исследуе-

\* В качестве лака обычно используют раствор плексигласа в дихлорэтано.

мого элемента. Затем проводят осаждение радиоактивного изотопа с носителем. Осадок отделяют от раствора фильтрованием или центрифугированием.

Фильтрование можно проводить на обычной воронке Бюхнера. Однако более удобны разборные воронки, простейшая из которых показана на рис. 15. Насадку 1 обычно изготавливают из стекла или плексигласа. Отшлифованным торцом она плотно прижимает фильтровальную бумагу 4 к стеклянному фильтру 5, что устраняет подсасывание воздуха и ускоряет фильтрование. Перед фильтрованием на стеклянный фильтр 5 кладут бумажный фильтр нужного диаметра; к фильтру с помощью пружин или резинок 3 плотно прижимают насадку. Собранный прибор вставляют на пробке в склянку Бунзена, соединенную с водоструйным насосом. Склянку Бунзена экранируют от работающего специальным кожухом (например, металлическим). Фильтрование ведут при небольшой скорости отсоса, давая осадку отстояться для образования слоя равномерного по толщине. Осадок на фильтре промывают сначала (для удаления маточного раствора) водой, приливаемой по стеклянной палочке небольшими порциями, а затем несколькими миллилитрами ацетона.

По окончании фильтрования дают осадку немного подсохнуть, затем отпускают пружины, крепящие насадку, снимают насадку (на нижней стороне ее не должно остаться частиц осадка), осадок на бумажном фильтре покрывают лаком (см. стр. 60), фильтр подсушивают и хранят в чашке Петри.

Центрифугирование позволяет непосредственно готовить препараты для измерений, если используются центрифужные пробирки с отвинчивающимся дном (рис. 16). Осаждение при этом проводят в той же пробирке; после осаждения пробирку вставляют в держатель центрифуги и проводят центрифугирование. По окончании центрифугирования сливают раствор с осадка. Методом центрифугирования достигается высокая однородность распределения осадка, однако осадок часто захватывает некоторое количество раствора, что может привести к загрязнению препаратов.

**Осаждение из суспензии.** Равномерное распределение твердого радиоактивного вещества по поверхности можно получить, если суспендировать сухой осадок в каком-либо легко летучем ограниченном

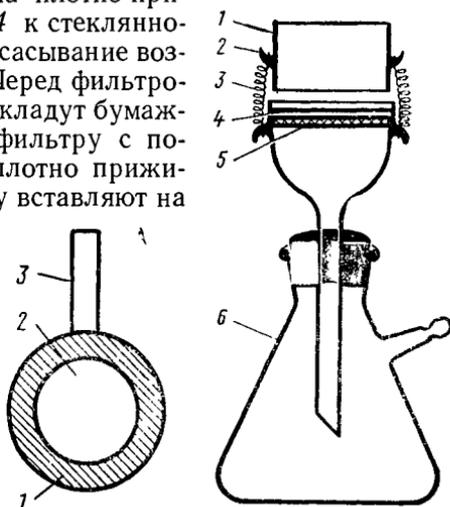


Рис. 14. Препарат на фильтровальной бумаге:

1 — пространство, покрытое раствором плексигласа в дихлорэтане; 2 — активное пятно; 3 — хвостик

Рис. 15. Разборная воронка для фильтрования:

1 — насадка с отшлифованными краями; 2 — держатели пружины; 3 — пружины; 4 — бумажный фильтр; 5 — стеклянный фильтр; 6 — склянка Бунзена

растворителе (спирте, ацетоне, эфире и др.) и затем дать возможность жидкости полностью испариться. Таким способом можно готовить препараты для измерения радиоактивности твердых веществ. В качестве сосуда для суспендирования можно использовать воронку типа приведенной на рис. 15, используя в качестве подложки диск, изготовленный, например, из стали, алюминия и т. д. Для лучшего сцепления частиц осадка с подложкой, а также между собой в органическую жидкость рекомендуют вводить связующие добавки. В спиртовой раствор вводят, например, канифоль (до 30 мг на 100 мл раствора), в эфирный — коллодий.

Электролиз. В этом методе радиоактивный изотоп выделяют на металлической подложке, служащей электродом электролитической ячейки. С помощью электролиза могут быть получены равномерные и чрезвычайно тонкие слои радиоактивного вещества. При этом нужно

поддерживать на заданном уровне определенные, часто очень жесткие условия электролиза: силу и плотность тока, состав электролита, продолжительность процесса и т. д. Большое значение имеет также предварительная подготовка поверхности, на которую осаждают изотоп.



Рис. 16. Центрифужная пробирка с отвинчивающимся дном:

1 — пробирка; 2 — подложка для сбора осадка, 3 — пробка с резьбой

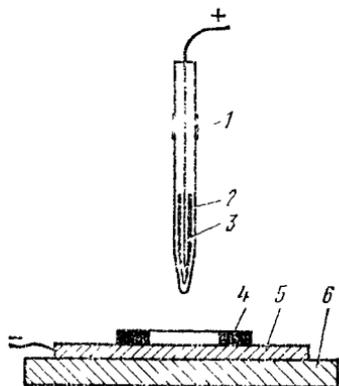


Рис. 17. Схема прибора для электрокапиллярного напыления:

1 — держатель капилляра; 2 — капилляр с напыляемым раствором; 3 — платиновая проволочка; 4 — кольцо с пленкой; 5 — металлическая пластинка; 6 — подставка-изолятор

**Электрокапиллярное напыление.** Электрокапиллярное напыление принадлежит к числу способов, дающих наиболее тонкие слои радиоактивного вещества (порядка нескольких мкг/см<sup>2</sup>) при довольно равномерном распределении его по площади препарата.

Подложкой могут служить металлические пластинки, а также органические пленки. Для напыления применяют растворы, в которых растворителем служит органическая жидкость (этиловый спирт, ацетон, реже — метанол, бензол, хлороформ).

Схема прибора для электрокапиллярного напыления приведена на рис. 17. Раствор радиоактивного вещества отбирают в стеклянный капилляр, в который опущена металлическая проволочка, доходящая почти до конца капилляра. Капилляр с проволочкой укрепляют на небольшом расстоянии от металлической пластинки, соединенной с отрицательным полюсом источника тока, и соединяют проволочку с поло-

жительным полюсом. При подаче определенной разности потенциалов жидкость распыляется и ее мельчайшие заряженные капельки равномерно осаждаются на пластинке. Для каждого случая нужно подбирать свои оптимальные условия процесса, что делает метод довольно трудоемким.

## Вопросы

1. Из каких этапов складывается подготовка к проведению эксперимента с использованием радиоактивных индикаторов?
2. Какие факторы определяют выбор радиоактивного изотопа для проведения исследований методом радиоактивных индикаторов?
3. Какой из изотопов свинца предпочтительнее использовать в качестве радиоактивного индикатора?
4. Можно ли использовать для метки стронция изотоп  $^{90}\text{Sr}$  без отделения его от дочернего  $^{90}\text{Y}$ ?
5. Исходя из каких соображений рассчитывает необходимую для работы активность?
6. Назовите важнейшие правила работы в лаборатории радиоактивных индикаторов. Какие сведения по технике безопасности должна содержать «Инструкция на рабочем месте»?
7. Перечислите основные этапы процедуры вскрытия упаковки радиоактивных веществ и приготовления раствора заданной активности.
8. Как осуществляется идентификация радиоактивного изотопа и проверка его радиохимической чистоты?
9. Что такое «холодный» опыт? Какие цели преследует его проведение?
10. Какие способы приготовления препаратов для измерения радиоактивности вам известны? Охарактеризуйте достоинства и недостатки каждого из них.

# Влияние свойств исследуемого изотопа и условий измерения на величину регистрируемой активности

---

## § 1. Связь между абсолютной и регистрируемой активностью

В исследованиях с использованием радиоактивных индикаторов о содержании изучаемого элемента судят на основании результатов измерения активности. В большинстве случаев достаточно проводить лишь относительные измерения, при которых сравниваются только значения регистрируемой активности. Однако иногда бывает нужно определить и абсолютную активность образцов, содержащих радиоактивный изотоп. Отметим, что в тех случаях, когда говорят о регистрируемой активности образца, то, если не сделано каких-либо специальных оговорок, имеют в виду истинную (т. е. исправленную на разрешающее время и фон) регистрируемую активность.

*Фоном* называют показания прибора в отсутствие исследуемых источников излучения. Фон газового счетчика обусловлен следующими факторами: космическим излучением, самопроизвольными разрядами в счетчике (ложные импульсы), наличием радиоактивных веществ в материале счетчика, радиоактивными загрязнениями рабочих помещений, присутствием в воздухе радиоактивных изотопов и др. Фон сцинтилляционного счетчика вызван действием перечисленных факторов, а также наличием в ФЭУ темного тока (тока при отсутствие световых импульсов) и существованием у сцинтилляторов явления послесвечения.

*Разрешающим временем*  $\tau$  счетчика или регистрирующей установки в целом называют минимальный промежуток времени между двумя последовательными импульсами, которые регистрируются раздельно. Разрешающее время имеет размерность с/имп или мин/имп, однако для краткости его выражают обычно в секундах или минутах. Потери при регистрации импульсов, обусловленные разрешающим временем ре-

гистрирующей установки в целом, складываются из потерь за счет разрешающего времени детектора и отдельных блоков регистрирующего устройства. Разрешающее время наиболее употребительных самогасящихся счетчиков Гейгера — Мюллера составляет примерно  $10^{-4}$  с, сцинтилляционных детекторов —  $10^{-9}$  —  $10^{-6}$  с, а усилительных блоков разных типов — от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $1 \cdot 10^{-6}$  с и ниже. Общее разрешающее время радиометрической установки определяется разрешающим временем того из блоков, для которого  $\tau$  максимально.

Если скорость счета, измеренная прибором, равна  $I_{\text{изм}}$ , то исправленная на разрешающее время суммарная скорость счета препарата с фоном  $I_c$  составит

$$I_c = \frac{I_{\text{изм}}}{1 - I_{\text{изм}} \tau} \quad (3.1)$$

Истинная скорость счета препарата будет равна величине  $I_c$  за вычетом скорости счета фона  $I_\phi$ :

$$I = I_c - I_\phi \quad (3.2)$$

Величина регистрируемой активности  $I$  связана с абсолютной радиоактивностью  $a$  измеряемого объекта соотношением

$$I = \varphi a, \quad (3.3)$$

где  $\varphi$  — коэффициент регистрации, учитывающий ряд поправочных коэффициентов.

Для определения абсолютной активности применяют различные способы в зависимости от того, каким путем — экспериментальным или расчетным — найден коэффициент регистрации  $\varphi$ .

Экспериментально  $\varphi$  можно определить только тогда, когда наряду с исследуемым препаратом имеют аналогичным образом приготовленный стандартный препарат того же радиоактивного изотопа с известной абсолютной радиоактивностью  $a_{\text{ст}}$ . Измерив регистрируемую активность стандартного препарата  $I_{\text{ст}}$  (в условиях, полностью идентичных с условиями измерения активности исследуемого препарата), по уравнению (3.3) рассчитывают коэффициент регистрации

$$\varphi = I_{\text{ст}} / a_{\text{ст}} \quad (3.4)$$

Полученное значение  $\varphi$  может быть использовано для нахождения абсолютной активности исследуемого препарата; на основании (3.3) и (3.4) имеем:

$$a = I / \varphi = (I / I_{\text{ст}}) a_{\text{ст}} \quad (3.5)$$

Это — процедура определения абсолютной активности методом относительных измерений.

Расчетный способ нахождения  $\varphi$  связан с количественным учетом всех факторов, влияющих на величину регистрируемой активности  $I$  препарата с абсолютной радиоактивностью  $a$ . При фиксированном значении  $a$  величина  $I$  зависит от:

- 1) разветвленности схемы распада измеряемого радиоактивного изотопа, учитываемой поправкой на схему распада  $p$ ;
- 2) эффективности детектора к данному виду излучения (поправочный коэффициент эффективности  $\epsilon$ );

3) степени ослабления излучения данной энергии на пути от препарата до рабочего объема детектора (поправочный коэффициент ослабления  $k$ );

4) степени ослабления излучения в материале препарата (поправочный коэффициент самоослабления  $S$ );

5) относительной толщины и материала подложки, на которую нанесен измеряемый препарат (коэффициент обратного рассеяния  $q$ );

6) конфигурации и взаимного расположения препарата и детектора. Соответствующую поправку учитывают введением геометрического коэффициента  $\eta$ .

Для изотопов с простой схемой распада величина коэффициента регистрации  $\varphi$  равна произведению всех перечисленных поправочных коэффициентов

$$\varphi = \eta p \epsilon k S q. \quad (3.6)$$

Принимая во внимание (3.3), можно записать, что

$$I = \eta p \epsilon k S q a, \quad (3.7)$$

где  $I$  и  $a$  выражены числом соответственно импульсов и актов распада, отнесенных к одной и той же единице времени.

Если измеряют активность изотопа со сложной схемой распада или равновесной смеси изотопов, то произведение коэффициентов  $p \epsilon k S q$  необходимо выписать для каждой  $i$ -й компоненты излучения в отдельности, и результаты суммировать. В этом случае формула (3.7) приобретает вид

$$I = a \eta \sum_i p_i \epsilon_i k_i S_i q_i. \quad (3.8)$$

Следует отметить, что знание поправочных коэффициентов нужно не только для расчета абсолютной активности препарата  $a$  по результатам измерения  $I$  (или, напротив, для оценки  $I$  при известном  $a$ ), но и в ряде других случаев, например, при сравнении между собой результатов измерений, проведенных на разных радиометрических установках или в разных условиях на одной и той же установке.

Далее будут рассмотрены способы нахождения коэффициента эффективности, поправочных коэффициентов ослабления, самоослабления и обратного рассеяния, поправки на схему распада и геометрического коэффициента. Заметим, что анализ влияния на величину регистрируемой активности условий измерения и свойств измеряемого радиоактивного изотопа в основных своих чертах справедлив при применении детекторов различных типов. Однако в связи с тем, что в лабораториях радиоактивных индикаторов наиболее распространенными детекторами являются газовые счетчики, рассуждения будут проводиться преимущественно к этому типу детекторов.

## § 2. Эффективность счетчиков к $\beta$ - и $\gamma$ -излучению

Эффективностью счетчика к данному виду излучения называют вероятность того, что частица или квант, проникшие в чувствительный объем счетчика, вызовут в нем процессы, позволяющие осуществить регистрацию этой частицы или кванта. Коэффициент эффективности  $\epsilon$

определяется как отношение числа частиц или квантов  $I$ , вызвавших процессы, позволяющие осуществить их регистрацию, к полному числу частиц или квантов  $I_d$ , попавших в чувствительный объем детектора за время регистрации:

$$\varepsilon = I/I_d. \quad (3.9)$$

Обычно коэффициент эффективности называют просто эффективностью.

Следует обратить внимание на то, что в определении эффективности говорится не о числе зарегистрированных прибором частиц или квантов, а об их числе, способном вызвать процессы, позволяющие осуществить регистрацию частиц или квантов используемой радиометрической

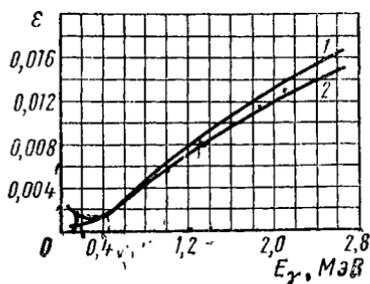


Рис. 18. Эффективность счетчиков Гейгера — Мюллера к  $\gamma$ -излучению различных энергий при оптимальной толщине катода:

1 — алюминий; 2 — латунь

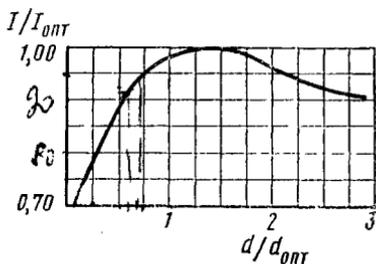


Рис. 19. Зависимость отношения скорости счета  $\gamma$ -квантов  $I$ , регистрируемой счетчиком с катодом толщиной  $d$ , к скорости счета  $I_{опт}$ , регистрируемой счетчиком при оптимальной толщине катода  $d_{опт}$ , от отношения  $d/d_{опт}$

аппаратурой. Отношение числа зарегистрированных частиц или квантов к числу частиц или квантов, попавших в чувствительный объем детектора, зависит от разрешающего времени радиометрической установки в целом; эффективность же — характеристика детектора, не связанная с разрешающим временем.

Эффективность  $\varepsilon$  счетчиков Гейгера — Мюллера к  $\beta$ -частицам близка к единице ( $\varepsilon \sim 0,995$ ). Эффективность же этих счетчиков к  $\gamma$ -квантам зависит от энергии квантов, материала и толщины катода счетчика. Для  $\gamma$ -квантов с энергией 1 МэВ при наиболее благоприятной (оптимальной) толщине катода из латуни или алюминия эффективность газового счетчика составляет всего 0,5%, а для  $\gamma$ -квантов с энергией 0,5 МэВ не превышает 0,2%. Значения коэффициентов эффективности для данных условий измерения могут быть найдены из эмпирических графиков, приведенных на рис. 18 и 19.

**Пример 15.** Определим эффективность счетчика Гейгера — Мюллера с толщиной катода  $60 \text{ мг/см}^2$  к  $\gamma$ -излучению  $^{51}\text{Cr}$ .

Изотоп  $^{51}\text{Cr}$  испускает монохроматические  $\gamma$ -кванты с энергией 0,32 МэВ (см. табл. П.1). Из графика (рис. 18) находим, что при оптимальной толщине катода эффективность  $\varepsilon_{опт}$  счетчика Гейгера — Мюллера к  $\gamma$ -излучению энергией 0,32 МэВ составляет приблизительно 0,001. Для того чтобы оценить, насколько действительная толщина катода  $d$  отличается от оптимальной, определим максимальный пробег комптоновских электронов с энергией, равной энергии  $\gamma$ -кван-

тов. Линейная интерполяция значений  $R_{\max}$ , приведенных в табл. П. 4, дает для  $E = 0,32$  МэВ:  $R_{\max} = d_{\text{опт}} = 84$  мг/см<sup>2</sup>. Таким образом,

$$d/d_{\text{опт}} = 60/84 \approx 0,7.$$

Из графика на рис. 19 следует, что такому значению отношения  $d/d_{\text{опт}}$  соответствует  $I/I_{\text{опт}} = 0,97$ . Эффективность к  $\gamma$ -излучению счетчика с реальной толщиной катода будет равна

$$\varepsilon = \varepsilon_{\text{опт}} (I/I_{\text{опт}}) = 0,97 \cdot 0,001 \approx 0,001.$$

Эффективность сцинтилляционных счетчиков к  $\gamma$ -излучению в десятки и сотни раз выше, чем эффективность счетчиков Гейгера — Мюллера к квантам такой же энергии. Например,  $\gamma$ -кванты с энергией 1 МэВ регистрируются сцинтилляционным счетчиком с эффективностью 30—40%, а  $\gamma$ -кванты с энергией 0,5 МэВ — с эффективностью 35—55%. Теоретически эффективность сцинтилляционных счетчиков к  $\beta$ -излучению может достигать 100%, но в действительности из-за рассеяния светового излучения в сцинтиллирующем кристалле часто имеет меньшую величину.

### § 3. Ослабление излучения в стенках детектора и в слое воздуха между препаратом и детектором

Поправочный коэффициент ослабления  $k$  определяют как отношение числа частиц  $I_d$ , проникающих в чувствительный объем детектора, к числу частиц  $I_q$ , испускаемых препаратом в направлении детектора. Если толщина стенки счетной трубки  $d_1$  г/см<sup>2</sup>, а толщина слоя воздуха между препаратом и счетчиком  $d_2$  г/см<sup>2\*</sup>, то для  $d = d_1 + d_2 \leq 0,3R_{\max}$  с точностью до 10—15% (достаточной для большинства расчетов) поправочный коэффициент ослабления  $\beta$ -излучения

$$k = e^{-\mu d}. \quad (3.10)$$

Оценку поправочного коэффициента ослабления  $\beta$ -излучения для  $d > 0,3R_{\max}$  следует проводить по эмпирическому графику (рис. 20), который дает значения коэффициента  $k = I_d/I_q$  как функцию от  $d/R_{\max}$ .

Рис. 20. График для определения поправки на поглощение  $\beta$ -излучения в стенке счетчика и в слое воздуха между препаратом и счетчиком:

$d$  — суммарная толщина стенки счетчика и воздушного промежутка, г/см<sup>2</sup>

\* Толщина слоя воздуха при 760 мм рт. ст. и 25° С  $0,0012 \cdot I_{\text{возд}}^*$  (г/см<sup>2</sup>), где  $I_{\text{возд}}^*$  — толщина воздушного промежутка в см. При проведении расчетов обычно пренебрегают изменениями плотности воздуха, возникающими в результате колебаний атмосферного давления и окружающей температуры.

Поправочный коэффициент ослабления  $\gamma$ -излучения при любых значениях толщины поглотителя может быть рассчитан по формуле (3.10). В большинстве случаев поглощением  $\gamma$ -излучения в стенках счетных трубок пренебрегают, принимая  $k = 1$ .

## § 4. Самоослабление излучения

Самоослабление излучения вызвано наложением эффектов поглощения и рассеяния излучения веществом препарата. *Поправочный коэффициент самоослабления  $S$*  определяется как отношение числа частиц или квантов  $I_S$ , испускаемых с поверхности препарата в направлении детектора, к полному числу частиц или квантов  $I_\eta$ , испускаемых в веществе препарата в направлении детектора:

$$S = I_S / I_\eta \quad (3.11)$$

Поправочный коэффициент самоослабления показывает, какая доля испускаемых частиц достигает поверхности препарата. При регистрации  $\gamma$ -квантов поправку на самоослабление обычно не учитывают ( $S = 1$ ). Наибольшее значение эта поправка имеет при измерении мягкого  $\beta$ -излучения.

Величина поправочного коэффициента самоослабления зависит от толщины препарата, атомного номера материала препарата и от энергии испускаемых препаратом частиц или квантов. Точная зависимость величины  $S$  от указанных факторов теоретически не установлена.

Для приближенной оценки  $S$  можно воспользоваться формулой

$$S = \frac{1 - e^{-\mu d_{\text{пр}}}}{\mu d_{\text{пр}}}, \quad (3.12)$$

где  $d_{\text{пр}}$  — толщина препарата, г/см<sup>2</sup>;  $\mu$  — массовый коэффициент ослабления исследуемого излучения. Эта формула выведена в предположении, что  $\beta$ -излучение ослабляется по экспоненциальному закону, и потому справедлива лишь для значений  $d_{\text{пр}}/R_{\text{max}} \leq 0,3$ . Для ориентировочных расчетов формулу (3.12) используют и при более высоких значениях  $d_{\text{пр}}/R_{\text{max}}$ .

**Пример 16.** Рассчитаем значение поправочного коэффициента самоослабления  $S$  для препарата  $\text{Ba}^{35}\text{SO}_4$  толщиной 10 мг/см<sup>2</sup>. Будем полагать, что величина максимального пробега  $\beta$ -частиц  $^{35}\text{S}$  в  $\text{BaSO}_4$  такая же, как и в алюминии, и равна 30 мг/см<sup>2</sup>.

Так как  $10/30 \approx 0,3$ , то для расчета  $S$  можно воспользоваться формулой (3.12). Массовый коэффициент ослабления для излучения  $^{35}\text{S}$  определим путем линейной интерполяции значений, приведенных в табл. П.4; он равен 246 см<sup>2</sup>/г. Подставляя в формулу (3.12)  $d_{\text{пр}} = 0,01$  г/см<sup>2</sup> и  $\mu = 246$  см<sup>2</sup>/г, находим:

$$S = \frac{1 - e^{-246 \cdot 0,01}}{246 \cdot 0,01} \approx 0,37.$$

В работах, требующих более высокой точности, поправку на самоослабление находят экспериментально для каждого изучаемого изотопа и именно в веществе того соединения, в котором изотоп поступает

на измерение. Кривые, характеризующие зависимость самоослабления от толщины препарата, имеют различный вид в зависимости от условий постановки эксперимента. Рассмотрим два метода экспериментального определения поправки на самоославление.

В первом методе используется серия препаратов с постоянной массовой удельной активностью и различной толщиной, например, серия  $\beta$ -излучающих образцов, полученных путем осаждения из кратных объемов радиоактивного раствора. (Предполагается, что все образцы имеют одинаковую площадь и что радиоактивные атомы равномерно распределены в веществе каждого препарата.) Очевидно, что при нулевой толщине препарата (т. е. в отсутствие радиоактивного вещества) скорость счета также должна быть равной нулю ( $I = 0$ ), а при некоторой предельной толщине препарата, отвечающей полному поглощению  $\beta$ -частиц с нижних слоев, скорость счета должна достигать насыщения ( $I = I_\infty$ ). Этому случаю соответствует кривая, приведенная на рис. 21. Если из начала координат провести касательную к этой кривой, то полученная прямая будет характеризовать скорость счета импульсов в зависимости от толщины «непоглощающего» препарата. На начальном участке

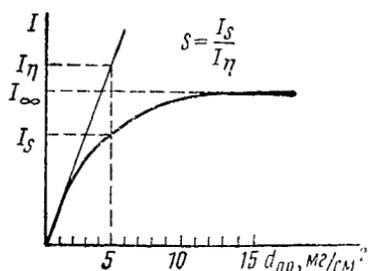


Рис. 21. Кривая самоослабления при постоянной величине удельной активности (для образцов, содержащих  $^{14}C$ )

кривая самоослабления сливается с касательной, следовательно, для достаточно тонких препаратов потери излучения в слое радиоактивного вещества практически отсутствуют. Для препарата данной толщины поправка на самоославление определяется как отношение ординат калибровочной кривой и касательной (рис. 21). Предельное значение скорости счета  $I_\infty$  при данных условиях измерения пропорционально удельной активности образца.

Последнее обстоятельство используют при проведении относительных измерений препаратов, которые содержат  $\beta$ -радиоактивные изотопы, испускающие частицы с низкой максимальной энергией. В этом случае не нужно вводить поправок на самоославление, но измеряемые образцы должны быть достаточно толстыми, обладать однородной поверхностью и одинаковым химическим составом. Минимальная толщина образцов, необходимая для таких измерений, не превышает максимального пробега  $\beta$ -излучения  $R_{max}$  в материале образцов, а для большинства практических целей в результате незначительного влияния нижних слоев и ослабления излучения в окошке счетчика достаточна толщина  $0,75 R_{ax}$ .

Во втором методе применяют серию препаратов различной толщины с одинаковой общей активностью (и, стало быть, с различной удельной активностью). Например, используют серию  $\beta$ -радиоактивных препаратов, которые изготовлены осаждением из растворов с одинаковым количеством радиоактивного изотопа, но с различными количествами

носителя. Зависимость скорости счета таких препаратов от их толщины показана на рис. 22. Начальный участок кривой самоослабления экстраполируют к нулевой толщине препарата; поправочный коэффициент самоослабления определяют как отношение скорости счета препарата данной толщины к скорости счета бесконечно тонкого препарата (рис. 22).

На начальных участках кривых самоослабления, построенных для препаратов с одинаковой общей активностью, имеется максимум (рис. 22). Этот максимум наблюдается при толщине препаратов, равной  $0,03—0,1R_{\max}$ , и объясняется рассеянием  $\beta$ -частиц в материале самого препарата. В результате рассеяния нарушается изотропность углового распределения  $\beta$ -частиц и увеличивается число частиц, вылетающих под большими углами к плоскости препарата. При небольшой толщине препаратов этот эффект превосходит эффект самопоглощения и приводит к возрастанию скорости счета. По достижении максимума скорость счета убывает с увеличением количества носителя по экспоненциальному закону.

В заключение следует отметить, что форма кривых самоослабления в значительной степени зависит от конкретных условий измерения (взаимного расположения препарата и детектора, материала подложки и т.п.).

## § 5. Обратное рассеяние излучения

Подложки, на которые наносят предназначенные для измерения радиоактивные препараты, могут быть выполнены из различных веществ и иметь разную толщину. В качестве подложек используют органические пленки, бумагу, плексиглас, стекло, металлы. В результате процессов рассеяния некоторая часть излучения, испускаемого в направлении подложки, может отклониться более чем на  $90^\circ$  от своего первоначального пути, т. е. отражаться атомами подложки.

Коэффициентом обратного рассеяния  $q$  называется отношение числа частиц  $I_q$ , испускаемых в направлении детектора с поверхности препарата, нанесенного на подложку определенной толщины, к числу частиц  $I_s$ , испускаемых в направлении детектора с поверхности препарата при бесконечно малой толщине подложки:

$$q = I_q / I_s. \quad (3.13)$$

Так как за счет обратного рассеяния скорость счета только увеличивается, то  $q \geq 1$ .

Обратное рассеяние относительно велико при регистрации  $\beta$ -частиц и, как правило, очень мало (около 1—2% и менее) в случаях измерения препаратов, содержащих  $\alpha$ - и  $\gamma$ -радиоактивные изотопы. При

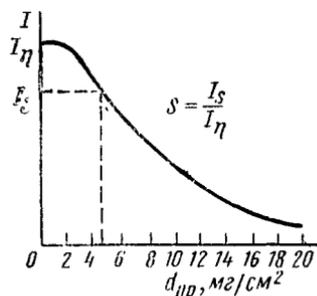


Рис. 22. Кривая самоослабления при постоянной величине общей активности (для образцов, содержащих  $^{14}\text{C}$ )

измерениях изотопов, испускающих  $\alpha$ -частицы и (или)  $\gamma$ -кванты, величину  $q$  обычно принимают равной 1. Большая степень обратного рассеяния в случае  $\beta$ -излучения объясняется тем, что  $\beta$ -частицы при движении через вещество испытывают сильное отталкивающее действие со стороны электронов. Ясно, что чем больше электронов в веществе, тем выше и вероятность встречи  $\beta$ -частиц с электронами атомов и тем больше доля обратно рассеянного излучения. Поэтому коэффициент обратного рассеяния  $\beta$ -излучения увеличивается с толщиной подложки и достигает насыщения при толщинах, равных  $0,2-0,4R_{\max}$  (рис. 23). При толщинах подложек, равных слою насыщения, обратное рассеяние возрастает с увеличением атомного номера вещества подложки, также обнаруживая тенденцию к насыщению при больших  $Z$  (рис. 24).

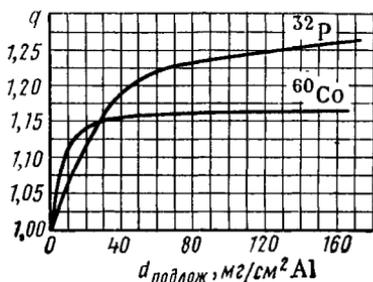


Рис. 23. Зависимость коэффициента обратного рассеяния  $\beta$ -излучения  $q$  от толщины подложки  $d_{\text{подлож}}$  из алюминия, на которую нанесен препарат

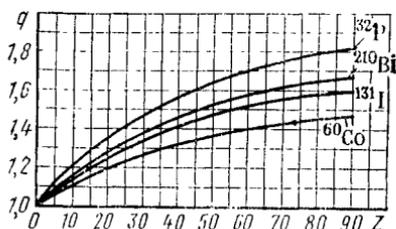


Рис. 24. Зависимость коэффициентов обратного рассеяния  $q$  при насыщении для различных  $\beta$ -излучателей от атомного номера подложки

Зависимость обратного рассеяния от максимальной энергии первичного излучения изображена на рис. 25. Как видно из рисунка, коэффициент  $q$  возрастает с увеличением энергии излучения приблизительно до  $E_{\max} = 0,6$  МэВ, после чего величина коэффициента обратного рассеяния остается практически постоянной. Такой вид зависимости объясняют поглощением обратно рассеянного излучения в слое воздуха между препаратом и счетчиком и в стенке счетчика. Если учесть эти эффекты, то оказывается, что истинные коэффициенты обратного рассеяния не зависят от энергии  $\beta$ -частиц (рис. 26).

Из рис. 23, 24, 25 и 26 следует, что величина  $q$  всегда лежит в границах  $1 \leq q < 2$ , т. е. количество излучения, попадающего в счетчик вследствие отражения от плоской подложки, никогда не превышает количество излучения, исходящего от препарата непосредственно в направлении детектора. Эффект обратного рассеяния уменьшается, если толщина препарата возрастает. Для достаточно толстых препаратов (практически начиная с  $d_{\text{пр}} > 0,2 R_{\max}$ ) коэффициент  $q$  становится равным единице.

Экспериментальное определение коэффициента обратного рассеяния проводится сравнением скорости счета препарата на данной подложке со скоростью счета препарата равной активности, нанесенного

на очень тонкую пленку. Такие пленки изготовляют из веществ с малой величиной эффективного атомного номера (например, из плексигласа); толщина подобных пленок может быть доведена до 10—20 мкг/см<sup>2</sup> при достаточной их прочности.

Здесь уместно заметить, что при измерении  $\beta$ -радиоактивного препарата, находящегося в защитном домике, в счетчик могут попасть  $\beta$ -частицы, отраженные от внутренних стенок домика. Для уменьшения

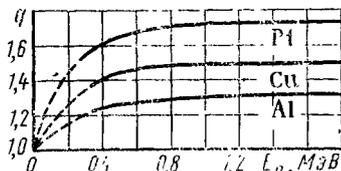


Рис. 25. Зависимость коэффициентов обратного рассеяния  $q$  от энергии  $\beta$ -частиц без учета поправки на поглощение обратно рассеянного излучения

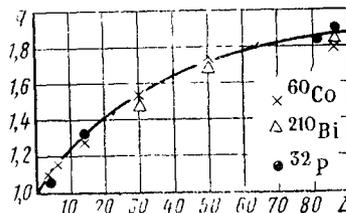


Рис. 26. Зависимость истинных коэффициентов обратного рассеяния (с учетом поправки на поглощение обратно рассеянного излучения) от атомного номера подложки  $Z$

отражения  $\beta$ -частиц от стенок домика последние покрывают плексигласом. Толщину плексигласа подбирают такой, чтобы все  $\beta$ -частицы, прошедшие через него и достигшие свинцовых стенок, при отражении от них поглотились бы на обратном пути в плексигласе.

## § 6. Поправка на схему распада изотопа

Если регистрируемое излучение обладает сложным составом, т. е. состоит из нескольких компонент, из которых могут регистрироваться не обязательно все, то необходимо учитывать вероятности  $p$  таких способов распада, при которых испускаются частицы или кванты излучения данного вида или данной энергии. Эта вероятность, численно равная доле излучения данного вида (или данной энергии) по отношению к общему числу актов распада, в рассматриваемом случае называется *поправкой на схему распада*.

Величины поправок  $p$  можно найти в таблицах изотопов (см. например, табл. П.1) либо непосредственно из схем распада. Так, например, из схемы распада  $^{131}\text{I}$  (рис. 27) находим:  $p_{\beta_1} = 0,028$ ;  $p_{\beta_2} = 0,093$ ;  $p_{\beta_3} = 0,872$ ;

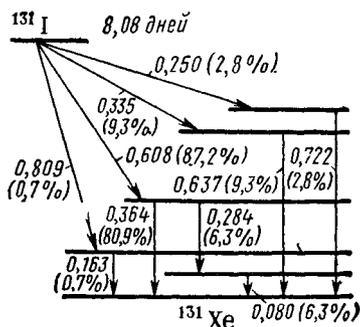


Рис. 27. Схема распада  $^{131}\text{I}$

$p_{\beta_1} = 0,007^*$ . Из табл. П.1 следует, например, что для  $^{60}\text{Co}$  можно принять  $p_{\gamma_1} = 1$  и  $p_{\gamma_2} = 1$  (практически каждый акт распада изотопа сопровождается испусканием двух  $\gamma$ -квантов).

В большинстве случаев поправка на схему распада  $p \leq 1$ . При наличии большого числа электронов внутренней конверсии величина поправки может превышать единицу, так как в этом случае один акт распада может, в принципе, обусловить появление в регистрирующей аппаратуре нескольких электрических импульсов.

## § 7. Учет геометрических условий измерения

Потери излучения, обусловленные взаимным расположением препарата и счетчика, учитываются поправкой, называемой геометрическим коэффициентом. Геометрический коэффициент  $\eta$  равен отношению телесного угла  $\omega$ , под которым детектор облучается источником излучения, к полному телесному углу  $4\pi$ . Геометрический коэффициент определяет, какая доля от общего числа  $a$  частиц или квантов испускается препаратом в направлении чувствительного объема детектора. Таким образом,

$$\eta = \omega/4\pi \quad (3.14)$$

или

$$\eta = I_{\eta}/a, \quad (3.15)$$

где  $I_{\eta}$  — число частиц или квантов, испускаемых в направлении чувствительного объема детектора.

Геометрический коэффициент в ряде случаев можно рассчитать. Рассмотрим один из методов расчета.

Пусть, например, точечный препарат расположен на продолжении оси торцового счетчика. Обозначим радиус окна счетчика через  $r$ , а расстояние от препарата до начала нити счетчика через  $h$  (рис. 28).

Телесные углы измеряются отношением площади, вырезаемой телесным углом на поверхности шара произвольного радиуса, к квадрату радиуса этого шара. В рассматриваемом случае телесный угол  $\omega$  будет равен

$$\omega = \sigma/R^2,$$

где  $\sigma$  — поверхность шарового сегмента;  $R = \sqrt{h^2 + r^2}$ . Принимая во внимание, что

$$\sigma = 2\pi R(R-h)$$

\* Отметим, что в разных таблицах часто приводятся несколько различные значения энергий излучения и поправок на схему распада того или иного изотопа, что связано с экспериментальными погрешностями определения соответствующих величин. Эти различия, как правило, невелики, и при рассматриваемых расчетах ими можно пренебречь.

и заменяя  $R$  на  $\sqrt{h^2 + r^2}$ , имеем

$$\omega = 2\pi \left( 1 - \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}} \right).$$

Подставив найденное значение  $\omega$  в формулу (3.14), окончательно получим:

$$\eta = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}} \right). \quad (3.16)$$

Следует отметить, что при  $h > 2r$  для препаратов, радиус которых не превышает  $0,5r$ , можно с точностью до 2% рассчитывать величину  $\eta$  по формуле (3.16), т. е. такие препараты можно рассматривать как точечные.

Кроме расчетного существует и экспериментальный метод нахождения величины  $\eta$ . Последний метод оказывается единственно применимым, когда вследствие сложной конфигурации препарата рассчитать  $\eta$  невозможно.

При экспериментальном определении геометрического коэффициента используют выражение (3.8), из которого следует, что

$$\eta = \frac{I}{a(p_1 \epsilon_1 k_1 S_1 q_1 + p_2 \epsilon_2 k_2 S_2 q_2 + \dots + p_n \epsilon_n k_n S_n q_n)}. \quad (3.17)$$

Задача сводится к нахождению скорости счета  $I$  стандартного препарата, абсолютная активность  $a$  которого известна, а форма и размеры соответствуют форме и размерам измеряемых препаратов. Кроме того, необходимо определить значения поправочных коэффициентов, которые входят в знаменатель формулы (3.17). Точность величины  $\eta$  будет тем выше, чем точнее определены поправочные коэффициенты  $\epsilon$ ,  $k$ ,  $S$ ,  $q$ . Поэтому стремятся проводить измерения в таких условиях, когда возможно большим числом поправок можно пренебречь. Рекомендуется использовать стандартные препараты, в которых радиоактивное вещество распределено в виде равномерного тонкого слоя на тонкой подложке из материала с малым атомным номером. В этом случае значения поправочных коэффициентов самоослабления  $S$  и обратного рассеяния  $q$  близки к единице, и формула (3.17) запишется в виде

$$\eta = \frac{I}{a(p_1 \epsilon_1 k_1 + p_2 \epsilon_2 k_2 + \dots + p_n \epsilon_n k_n)}, \quad (3.18)$$

где  $I$  — скорость счета стандартного препарата после внесения поправки на разрешающее время счетной установки  $\tau$  (согласно формуле 3.1) и после вычитания фона (формула 3.2), а коэффициенты  $\epsilon$ ,  $k$  и  $p$  определяются так, как было показано в § 2, 3 и 6 этой главы.

**Пример 17.** Рассчитаем величину геометрического коэффициента  $\eta$ , если при измерении препарата, содержащего радиоактивные изотопы  $^{90}\text{Sr}$  и дочерний  $^{90}\text{Y}$ , регистрируемая скорость счета (без фона) 2880 имп/мин. Для приготовления препарата было использовано 0,025 мкКи  $^{90}\text{Sr}$  без носителя. В качестве подложки использовалась тонкая органическая пленка. Со времени приготовления до момента измерения прошел 1 месяц. Измерение проводили с помощью цилиндри-

ческого счетчика Гейгера — Мюллера со стальным катодом толщиной 40 мг/см<sup>2</sup>. (При расчетах можно пренебречь поглощением излучения в воздухе.)

Из табл. П.1 находим, что период полураспада материнского <sup>90</sup>Sr  $T_{1/2(1)} = 28,4$  года, период полураспада дочернего <sup>90</sup>Y  $T_{1/2(2)} = 64,8$  ч. Каждый изотоп испускает  $\beta$ -частицы только одного вида.  $E_{\max}$  для <sup>90</sup>Sr равна 0,54 МэВ, для <sup>90</sup>Y — 2,26 МэВ.

Условия приготовления препарата (изотоп без носителя, тонкая подложка из органической пленки) дают возможность считать коэффициенты самоослабления и обратного рассеяния для излучения обоих изотопов равными 1. Поэтому для расчета геометрического коэффициента воспользуемся формулой (3.18). В рассматриваемом случае в знаменателе (3.18) будет только 2 слагаемых (будем считать, что величины с индексом 1 относятся к <sup>90</sup>Sr, а с индексом 2 — к <sup>90</sup>Y).

Принимая во внимание, что эффективность счетчика Гейгера — Мюллера к  $\beta$ -излучению равна 1, т. е.  $\epsilon_1 = \epsilon_2 = 1$ , а также, что  $\rho_1 = \rho_2 = 1$ , формулу (3.18) можно переписать в виде

$$\eta = \frac{I}{a(k_1 + k_2)}, \quad (3.19)$$

Вследствие того, что  $T_{1/2(1)} \gg T_{1/2(2)}$  и с момента приготовления препарата прошел период, больший, чем  $10 T_{1/2(2)}$ , можно считать, что изотопы <sup>90</sup>Sr и <sup>90</sup>Y в измеряемом образце находятся в состоянии векового равновесия, т. е. что  $a_1 = a_2 = a$ . Равновесная активность  $a$  составляет

$$a = 0,025 \text{ мкКи} = 0,025 \cdot 2,22 \cdot 10^6 = 5,6 \cdot 10^4 \text{ расп/мин.}$$

Учитывая, что величина скорости счета не слишком велика (менее 6000 имп/мин), поправку на разрешающее время можно не вводить.

С помощью табл. П.4 определяем, что в алюминии максимальные пробеги  $R_{\max}$   $\beta$ -частиц с  $E_{\max} = 0,54$  и  $E_{\max} = 2,26$  МэВ равны соответственно 184 мг/см<sup>2</sup> и 1090 мг/см<sup>2</sup> (значения найдены линейной интерполяцией). Приближенно можно принять, что в материале стенок счетчика  $R_{\max}$   $\beta$ -излучения <sup>90</sup>Sr и <sup>90</sup>Y также равны 184 и 1090 мг/см<sup>2</sup>.

Отношение  $d_{\text{сч}}/R_{\max}$  в обоих случаях меньше 0,3, поэтому для нахождения  $k_1$  и  $k_2$  можно использовать формулу (3.10). Из табл. П.4 путем линейной интерполяции находим, что массовые коэффициенты ослабления  $\mu_1$  и  $\mu_2$  равны соответственно 36 и 4,5 см<sup>2</sup>/г. Таким образом,

$$k_1 = e^{-36 \cdot 0,040} = e^{-1,44} = 0,237; \quad k_2 = e^{-4,5 \cdot 0,040} = e^{-0,18} = 0,835.$$

Подставив в формулу (3.19) найденные значения  $k_1$  и  $k_2$ , находим

$$\eta = \frac{2880}{5,6 \cdot 10^4 (0,237 + 0,835)} = 0,048.$$

## § 8. Расчеты с использованием зависимости между абсолютной и регистрируемой активностью

В общем виде зависимость между активностью препарата и его регистрируемой активностью (скоростью счета)  $I$  выражается формулой (3.8). Если учесть, что 1 мкКи =  $2,22 \cdot 10^6$  расп/мин, то формулу (3.8) можно переписать в виде

$$I = 2,22 \cdot 10^6 a \eta \sum_i \rho_i \epsilon_i k_i S_i q_i, \quad (3.20)$$

где  $I$  выражено в имп/мин, а  $a$  — в микрокюри.

Из (3.20) следует, что

$$a = \frac{I}{2,22 \cdot 10^6 \eta (p_1 \varepsilon_1 k_1 S_1 q_1 + p_2 \varepsilon_2 k_2 S_2 q_2 + \dots + p_n \varepsilon_n k_n S_n q_n)}. \quad (3.21)$$

Необходимо подчеркнуть, что в этих формулах речь идет о так называемой истинной скорости счета  $I$ , т. е. о скорости счета, исправленной на разрешающее время  $\tau$  и фон  $I_\phi$  регистрирующей установки. Поправки на  $\tau$  и  $I_\phi$  предварительно вносят в результаты измерений.

С помощью формул (3.20) и (3.21) можно, во-первых, найти абсолютную активность препарата  $a$  по результатам определения его скорости счета  $I$  и, во-вторых, оценить истинную скорость счета  $I$ , которую следует ожидать при измерении препарата с известной абсолютной активностью  $a$  на данной измерительной аппаратуре.

**Пример 18.** Определим абсолютную активность препарата  $^{60}\text{Co}$  без носителя, если скорость счета, измеренная на установке с торцовым счетчиком Гейгера — Мюллера (радиус окна которого 19 мм, а толщина окна 3 мг/см<sup>2</sup>), оказалась равна  $I_{\text{изм}} = 20\,000$  имп/мин. Радиус препарата 3 мм. Препарат приготовлен на подложке из тантала толщиной 300 мг/см<sup>2</sup>. Центр препарата лежит на продолжении оси торцового счетчика. Расстояние от препарата до слюдяного окошка 40 мм. Разрешающее время регистрирующей установки в целом  $\tau = 3 \cdot 10^{-4}$  с, фон — 22 имп/мин. Согласно схеме распада (рис. 29)  $^{60}\text{Co}$  при радиоактивном распаде испускает  $\beta$ -частицы с  $E_{\text{max}} = 0,31$  МэВ и  $\gamma$ -кванты с  $E_\gamma = 1,17$  и 1,33 МэВ. Во всех случаях  $p = 1$ .

Учитывая схему распада  $^{60}\text{Co}$ , запишем формулу (3.21) в виде

$$a = \frac{I}{2,22 \cdot 10^6 \eta (p_1 \varepsilon_1 k_1 S_1 q_1 + p_2 \varepsilon_2 k_2 S_2 q_2 + p_3 \varepsilon_3 k_3 S_3 q_3)}, \quad (3.22)$$

где коэффициенты с индексом 1 относятся к  $\beta$ -излучению, с индексом 2 — к  $\gamma$ -излучению с  $E_\gamma = 1,17$  МэВ, с индексом 3 — к  $\gamma$ -излучению с  $E_\gamma = 1,33$  МэВ.

Сначала введем поправки на разрешающее время. Скорость счета с фоном, исправленная по формуле (3.1) на значение разрешающего времени  $\tau = 3 \times 10^{-4}$  с ( $5 \cdot 10^{-6}$  мин), составляет

$$I_c = \frac{I_{\text{изм}}}{1 - I_{\text{изм}} \tau} = \frac{20\,000}{1 - 20\,000 \cdot 5 \cdot 10^{-6}} = 22\,222 \text{ имп/мин.}$$

Скорость счета  $I$ , исправленная на фон [см. формулу (3.2)], равна

$$I = I_c - I_\phi = 22\,222 - 22 = 22\,200 \text{ имп/мин}$$

(в принципе, фон при столь большом значении  $I_c$  можно было и не принимать во внимание). Далее перейдем к нахождению поправочных коэффициентов. Так как препарат не содержит носителя, самоослабление  $\beta$ -частиц и, конечно,  $\gamma$ -квантов в материале препарата отсутствует, поэтому  $S_1 = S_2 = S_3 = 1$ .

Значение геометрического коэффициента  $\eta$  определим расчетным методом. Примем, что расстояние от препарата до нити счетчика равно расстоянию от препарата до слюдяного окна, т. е.  $h = 40$  мм. Так как в нашем случае  $h > 2r$  (радиус окна счетчика  $r = 19$  мм) и радиус препарата (3 мм) меньше, чем  $0,5r$ , то пре-

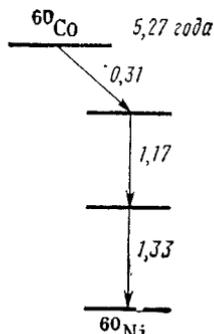


Рис. 29. Схема распада  $^{60}\text{Co}$

парат можно считать точечным (см. стр. 75) и для расчета  $\eta$  использовать формулу (3.16):

$$\eta = 0,5 \left( 1 - \frac{40}{\sqrt{1600 + 381}} \right) \approx 0,056.$$

Значения коэффициентов обратного рассеяния  $q_1$ ,  $q_2$  и  $q_3$  находим из следующих соображений. Согласно табл. П.4  $R_{\max}$  для  $\beta$ -излучения с  $E_{\max} = 0,31$  МэВ равно 80 мг/см<sup>2</sup>. Подложка имеет толщину  $d_{\text{подлож}} = 300$  мг/см<sup>2</sup>. Следовательно, отношение  $d_{\text{подлож}}/R_{\max} > 0,4$ , и толщина подложки достаточно для того, чтобы обеспечить насыщение отраженного излучения. С помощью графика, данного на рис. 24, находим, что при использовании танталовой подложки ( $Z = 73$ ) величина  $q_1 = 1,4$ . Для  $\gamma$ -излучения принимаем  $q_2 = q_3 = 1$ .

Эффективность торцового счетчика к  $\beta$ -частицам равна 1, т. е.  $\epsilon_1 = 1$ . Эффективности  $\epsilon_2$  и  $\epsilon_3$  к регистрации  $\gamma$ -квантов определяем следующим образом. Из графика, приведенного на рис. 18, находим, что при оптимальной толщине алюминиевого или латунного катода  $d_{\text{опт}}$  эффективность счетчика Гейгера — Мюллера к  $\gamma$ -квантам  $^{60}\text{Co}$  равна  $\epsilon_{2,\text{опт}} \approx 0,005$  и  $\epsilon_{3,\text{опт}} \approx 0,007$ . Можно допустить, что эффективность останется такой же, когда  $\gamma$ -кванты попадают в счетчик не через слой алюминия или латуни, а через слой слюды.

Учитывая, что согласно табл. П.4 для комптоновских электронов с энергиями, равными энергии  $\gamma$ -квантов  $^{60}\text{Co}$  ( $E_{\max} = 1,17$  МэВ и  $E_{\max} = 1,33$  МэВ) величина  $R_{\max} \approx 500$  мг/см<sup>2</sup>, найдем отношение действительной толщины слюды (3 мг/см<sup>2</sup>) к оптимальной толщине катода  $d_{\text{опт}} = R_{\max}$ :

$$d/d_{\text{опт}} = 3/500 = 0,006.$$

Из графика, данного на рис. 19, следует, что такому значению отношения  $d/d_{\text{опт}}$  соответствует  $I/I_{\text{опт}} \approx 0,7$ . Таким образом, величина  $\epsilon_2 = \epsilon_{2,\text{опт}} \times 0,7 = 0,0035$ , а  $\epsilon_3 = 0,7 \cdot \epsilon_{3,\text{опт}} = 0,0049$ .

Осталось определить еще значение поправочных коэффициентов ослабления излучения в слюдяном окошке и в воздухе. Препарат находится на расстоянии 40 мм от счетчика, следовательно, общая толщина слоя, ослабляющего излучение, равна

$$d = 3 + 1,12 \cdot 4 = 7,48 \approx 7,5 \text{ мг/см}^2.$$

Значение  $k_1$  найдем с помощью графика, изображенного на рис. 20. Для  $E_{\max} = 0,31$  МэВ отношение  $d/R_{\max} = 7,5/84 \approx 0,1$  и  $k_1 \approx 0,8$ . Ослабление  $\gamma$ -квантов  $^{60}\text{Co}$  можно не учитывать, положив  $k_2 = k_3 = 1$ .

Подставив в (3.22) найденные значения  $\eta = 0,056$ ,  $k_1 = 0,8$ ,  $q_1 = 1,4$ ,  $\epsilon_2 = 0,0035$  и  $\epsilon_3 = 0,0049$  (все остальные коэффициенты равны единице), получим

$$a = \frac{22\,200}{2,22 \cdot 10^6 \cdot 0,056 (0,8 \cdot 1,4 + 0,0035 + 0,0049)} = 0,152 \text{ мкКи.}$$

Следует отметить, что если бы при расчетах не учитывалось  $\gamma$ -излучение (из-за низкой эффективности его регистрации на торцовом счетчике), то для величины  $a$  было бы найдено значение

$$a = \frac{22\,200}{2,22 \cdot 10^6 \cdot 0,056 \cdot 1,4 \cdot 0,8} \approx 0,159 \text{ мкКи,}$$

что в пределах погрешности измерения  $I$  (обычно не менее 1 -- 3%) не отличается от значения  $a$ , найденного с учетом всех компонент излучения.

В общем случае целесообразно проводить предварительную оценку вклада каждой компоненты излучения в скорость счета препарата. Если оказывается, что величина вклада не превышает 1% (из-за низкой эффективности к данному виду излучения, из-за малой вероятности его выхода при распаде или по другим причинам), то соответствующую

компоненту можно не принимать во внимание при дальнейших расчетах.

**Пример 19.** Рассчитаем скорость счета в имп/мин, которую будет фиксировать регистрирующая установка при измерении препарата  $\text{NaH}_2^{32}\text{PO}_4$ , имеющего абсолютную активность 0,30 мкКи. Препарат приготовлен на мягкой органической пленке, толщина препарата 2,5 мг/см<sup>2</sup>. Детектором излучения служит цилиндрический газовый счетчик с толщиной стенок  $d_{\text{сч}} = 0,04$  г/см<sup>2</sup>. Размеры препарата и геометрические условия измерения соответствуют приведенным в примере 17. Разрешающее время установки  $\tau = 1,8 \cdot 10^{-4}$  с, а фон составляет 50 имп/мин.

Согласно табл. П. I  $^{32}\text{P}$  при радиоактивном распаде испускает только  $\beta$ -частицы с  $E_{\text{max}} = 1,711$  МэВ ( $p = 1$ ), поэтому расчет скорости счета будем вести по формуле

$$I = 2,22 \cdot 10^6 \text{ апек}Sq, \quad (3.23)$$

которая является частным случаем формулы (3.20).

Поскольку известно, что геометрические условия измерения не отличаются от условий, описанных в примере 17, можно воспользоваться найденным в этом примере значением геометрического коэффициента  $\eta = 0,048$ . Эффективность газового счетчика к  $\beta$ -излучению  $\epsilon = 1$ . Излучение  $^{32}\text{P}$  обладает сравнительно высокой проникающей способностью (для  $^{32}\text{P}$   $R_{\text{max}} = 785$  мг/см<sup>2</sup>), а так как толщина препарата по сравнению с  $R_{\text{max}}$  очень мала (2,5 мг/см<sup>2</sup>), то самоослаблением излучения в материале препарата можно пренебречь, положив  $S = 1$ . Отношение  $d/R_{\text{max}} < 0,3$ , поэтому для нахождения поправочного коэффициента ослабления  $k$  используем формулу (3.10). Из табл. П.4 находим, что массовый коэффициент ослабления  $\beta$ -излучения в алюминии  $\mu = 6,0$  см<sup>2</sup>/г. Можно считать, что и в материале стенок счетчика (нержавеющая сталь) величина  $\mu$  практически такая же. Следовательно,

$$k = e^{-6,0 \cdot 0,04} = e^{-0,240} \approx 0,79.$$

Обратное рассеяние от подложки из тонкой органической пленки практически отсутствует, поэтому  $q = 1$ .

Подставляя величину абсолютной активности препарата и значения найденных коэффициентов в формулу (3.23), находим

$$I = 2,22 \cdot 10^6 \cdot 0,30 \cdot 0,048 \cdot 0,79 = 25\ 250 \text{ имп/мин.}$$

Суммарная скорость счета препарата вместе с фоном  $I_{\text{с}}$  равна

$$I_{\text{с}} = 25\ 250 + 50 = 25\ 300 \text{ имп/мин.}$$

При разрешающем времени установки  $\tau = 1,8 \cdot 10^{-4}$  с =  $3 \cdot 10^{-6}$  мин доля незарегистрированных импульсов составит

$$I_{\text{с}} \tau = 25\ 300 \cdot 3 \cdot 10^{-6} \approx 0,076.$$

Ожидаемая регистрируемая скорость счета, которую будет фиксировать прибор, окажется равной [см. формулу (3.1)]

$$I_{\text{изм}} = \frac{I_{\text{с}}}{1 + I_{\text{с}} \tau} = \frac{25\ 300}{1 + 0,076} = 23\ 500 \text{ имп/мин.}$$

Из примеров 18 и 19 видно, что расчеты по формулам (3.20), (3.21) существенно облегчаются, когда условия измерения позволяют часть поправочных коэффициентов считать равными единице. Поскольку сами значения поправочных коэффициентов определяются с некоторыми ошибками, то выбор таких условий способствует повышению точности измерения абсолютной активности. С этой целью желательно применять «бесконечно тонкие» препараты, нанесенные на тонкую подложку из органической пленки или бумаги, располагая их на расстоянии 40—50 мм от дна домика. Для регистрации активности рекомендуется ис-

пользовать торцовые счетчики; диафрагмирование окна счетчика позволяет повысить точность расчета геометрического коэффициента и улучшить эффективность счетчика к  $\beta$ -частицам. Тем не менее даже в этом случае из-за погрешностей, связанных с определением поправочного коэффициента ослабления, средняя точность метода составляет 10—15%. Точность определений абсолютной радиоактивности с помощью цилиндрических счетчиков, работающих в гейгеровском режиме, не превышает 25—30%. Калибровка аппаратуры с помощью 4л-счетчиков, заключающаяся в экспериментальном определении коэффициента регистрации для данного образца, позволяет довести точность измерений до 1—3%. Такая погрешность лежит в пределах аппаратурных ошибок.

## § 9. Условия проведения относительных измерений

Относительные измерения радиоактивности заключаются в сравнении скорости счета измеряемого препарата со скоростью счета стандартного препарата, содержащего известное количество такого же изотопа, или в сравнении между собой значений активности двух препаратов, содержащих одинаковые изотопы.

При проведении относительных измерений коэффициент  $\phi$  должен оставаться постоянным, т. е. для различных препаратов

$$I_1/a_1 = I_2/a_2 = \dots = I_n/a_n = \phi. \quad (3.24)$$

Для правильного проведения относительных измерений радиоактивности исследуемых препаратов необходимо соблюдать ряд условий. Форма препаратов и их размеры (площадь, толщина) должны быть идентичны. Препараты нужно одинаково располагать относительно счетчика. Необходимо, чтобы радиоактивное вещество было равномерно распределено во всем объеме препарата.

В случае регистрации излучения газообразных радиоактивных препаратов, которую обычно проводят на счетчиках внутреннего наполнения, рекомендуется смешивать регистрируемый газ и рабочий газ (обычно метан) в неизменном соотношении и наполнять счетчик газовой смесью до одного и того же давления. Наиболее просто проводить относительные измерения радиоактивности жидких препаратов. При этом следует использовать одинаковые по размерам кюветы, изготовленные из одного и того же материала. В кюветы с помощью пипетки помещают равные объемы радиоактивной жидкости; желательно, чтобы толщина слоя жидкости в кювете была больше слоя, соответствующего максимальному пробегу  $\beta$ -частиц, испускаемых регистрируемым изотопом. При регистрации радиоактивности твердых препаратов добиться равномерного распределения вещества по поверхности подложки довольно трудно. Если твердые препараты готовят выпариванием раствора, то перед измерением препараты высушивают до исчезновения признаков влаги или до постоянной массы. Подложки, на которые нанесены измеряемые препараты, следует изготавливать из однородного материала и одинаковой толщины.

Все измерения желательно проводить на одной и той же установке с одним и тем же счетчиком и с одной и той же подставкой (кассетой) для крепления образцов. Нужно стремиться обеспечивать одинаковую точность всех измерений. В процессе работы необходимо систематически контролировать стабильность работы прибора.

Следует иметь в виду, что погрешности, обусловленные некоторым различием во взаимном расположении препаратов и счетчика, резко возрастают по мере приближения препарата к счетчику; одновременно сильно сказывается и неравномерность распределения активности в препаратах. Поэтому при относительных измерениях рекомендуется помещать образцы на расстояние не ближе 20—30 мм от счетчика.

Для устранения погрешности, связанной с самоослаблением  $\beta$ -излучения, стараются сравнивать либо бесконечно тонкие препараты, либо препараты, толщина которых превосходит толщину слоя насыщения, так как изготовление препаратов строго одинаковой толщины — весьма трудоемкая операция. По этой же причине в качестве подложек используют либо достаточно тонкую органическую пленку или бумагу, либо, если это невозможно, толстые подложки, толщина которых превышает слой насыщения.

При измерении  $\gamma$ -излучения такие ограничения несущественны, так как небольшое различие в толщине препаратов или толщине подложек не оказывает заметного влияния на коэффициент регистрации.

Чтобы при проведении серии измерений избежать систематической погрешности, связанной с неточной фиксацией препарата, а также неравномерным распределением радиоактивного вещества в объеме препарата, проводят ряд измерений, каждый раз поворачивая препарат вокруг оси на некоторый случайный угол. Полученные результаты усредняют.

При сравнительных измерениях учитываются лишь поправки на разрешающее время счетной установки и фон, а при длительной работе — также и поправки на нестабильность работы прибора. Существенное достоинство относительных измерений заключается в их чрезвычайной простоте и высокой точности, если сравнение активности препаратов производится в строго тождественных условиях.

## Вопросы

1. Перечислите факторы, обуславливающие фон: а) газового счетчика; б) сцинтилляционного счетчика. Укажите возможные пути снижения фона.

2. Дайте определение разрешающего времени. Какова размерность разрешающего времени?

3. У каких детекторов излучения — газовых или сцинтилляционных — величина разрешающего времени обычно больше?

4. Электронный блок регистрации излучения радиометрической установки имеет разрешающее время  $10^{-4}$  с. Каково разрешающее время установки в целом, если в качестве детектора использован сцинтилляционный счетчик (разрешающее время  $10^{-6}$  с), а разрешающее время остальных узлов установки составляет  $10^{-7}$  с?

5. Приведите формулу, с помощью которой можно ввести поправку на разрешающее время в скорость счета, измеренную прибором.

6. Какие методы определения коэффициента регистрации вам известны?

7. Перечислите факторы, от которых зависит регистрируемая активность препарата  $I$ , абсолютная активность которого равна  $a$ .

8. Регистрируемый жидкий препарат содержит смесь радиоактивных изотопов. Будет ли значение геометрического коэффициента для этих изотопов в данном случае одинаково или различно?

9. Зависит ли величина коэффициента эффективности от разрешающего времени детектора?

10. Может ли величина коэффициента эффективности быть больше единицы? Почему?

11. К какому излучению эффективность счетчиков Гейгера — Мюллера выше — к  $\beta$ -частицам или  $\gamma$ -квантам? Чем это можно объяснить?

12. Укажите условия, при которых оценку поправочного коэффициента ослабления  $\beta$ -излучения можно проводить по формуле (3.10).

13. Какими факторами вызвано самоослабление излучения веществом препарата?

14. Дайте определение поправочного коэффициента самоослабления. Укажите формулу, по которой можно провести приближенную оценку этого коэффициента.

15. Укажите пределы, в которых могут изменяться значения поправочного коэффициента самоослабления.

16. В чем заключаются экспериментальные методы определения поправочного коэффициента самоослабления? Как следует готовить препараты для измерения активности, чтобы коэффициентом самоослабления можно было пренебречь?

17. Дайте определение коэффициента обратного рассеяния.

18. Чем объясняется то, что обратное рассеяние относительно велико при регистрации  $\beta$ -частиц и, как правило, ничтожно мало при измерении  $\alpha$ - и  $\gamma$ -излучения?

19. Как зависит коэффициент обратного рассеяния от: а) толщины подложки; б) порядкового номера материала подложки?

20. В каких пределах может изменяться коэффициент обратного рассеяния?

21. Объясните, с какой целью стенки защитного свинцового домка, в котором находятся счетчик и регистрируемый препарат, изнутри покрывают плексигласом.

22. В каких случаях нужно вводить поправку на схему распада?

23. Дайте определение геометрического коэффициента. Какие методы его определения вам известны?

24. Как можно рассчитать величину геометрического коэффициента при измерении точечного препарата? Какой препарат можно назвать точечным?

25. Укажите условия измерения радиоактивных препаратов, при которых величина коэффициента регистрации  $\phi$  практически равна единице.

26. Какие измерения радиоактивных препаратов называют относительными? Укажите условия, при которых можно проводить такие измерения.

# Обработка результатов измерения радиоактивности

---

Мало получить тот или иной результат — важно правильно оценить точность и надежность экспериментальных данных. Неоправданное завышение точности может привести к «открытию» каких-то эффектов там, где имеются лишь случайные колебания результатов; при занижении точности может оказаться, что не будут обнаружены действительно существующие закономерности. Некоторые приемы статистического анализа рассматриваются в этой главе.

## § 1. Погрешности измерений

### 1. ВИДЫ ПОГРЕШНОСТЕЙ

При измерениях радиоактивности, так же как и при измерении любых физических величин, приходится считаться с тем, что результаты измерений отягощены погрешностями того или иного происхождения.

Различают систематические, случайные и грубые погрешности.

*Систематические погрешности* вызываются факторами, действующими одинаковым образом при выполнении измерений одним и тем же методом с помощью одного и того же измерительного прибора. Во всех таких измерениях систематические погрешности принимают одинаковые значения. В некоторых случаях они настолько велики, что могут совершенно исказить результат измерений. Однако всегда существует принципиальная возможность изучить систематические погрешности и полностью исключить их влияние путем изменения условий эксперимента либо введения соответствующих поправок.

В зависимости от наличия априорных сведений об их природе и размере систематические погрешности можно разделить на следующие группы.

1. Погрешности известного происхождения, которые могут быть точно определены. Такова, например, погрешность при измерении абсолютной активности, связанная с геометрическими условиями измерения, которую компенсируют путем введения геометрического коэф-

фициента  $\eta$ . Если конфигурация препарата и рабочей поверхности детектора достаточно проста, то геометрический коэффициент можно рассчитать с любой степенью точности. Погрешность, обусловленную разветвленностью схемы распада (ей соответствует поправка на схему распада  $p$ ), также можно считать известной, по крайней мере для тех изотопов, схемы распада которых детально изучены.

2. Погрешности, природа которых известна, а точное значение не установлено. К этой группе можно отнести погрешности, связанные с вероятностью регистрации излучения в рабочем объеме детектора, ослаблением излучения в воздухе и стенке детектора, самоослаблением его в веществе препарата и обратным рассеянием от подложки. Их учитывают путем введения соответствующих коэффициентов — эффективности  $\epsilon$ , ослабления  $k$ , самоослабления  $S$ , обратного рассеяния  $q$ . Эти поправочные коэффициенты определяются с помощью формул и эмпирических графиков (см. гл. 3), точность которых не превышает 10%. Дело в том, что коэффициенты  $\epsilon$ ,  $k$ ,  $S$ ,  $q$  изменяются в зависимости от геометрических условий измерения. Используемые же в работе формулы и графики справедливы лишь для какого-то определенного (к тому же обычно не указываемого) значения геометрического коэффициента. Таким образом, точные значения коэффициентов  $\epsilon$ ,  $k$ ,  $S$ ,  $q$  остаются неизвестными, можно лишь утверждать, что они отличаются от найденных с помощью формул и графиков на 10—15%. К этому же типу поправок будет относиться и геометрический коэффициент, если его определяли с помощью стандартного излучателя. Конечно, во всех рассмотренных случаях можно определить соответствующие поправки совершенно точно, однако работа такого рода зачастую требует постановки самостоятельного исследования. Поэтому, если не требуется высокая точность результата, довольствуются поправками, точное значение которых неизвестно.

3. Неизвестные исследователю погрешности. Чтобы обнаружить такие погрешности, необходимо проводить измерения различными методами. При регистрации радиоактивности источником неучитываемых погрешностей может быть рассеяние излучения от внутренних стенок защитного домика. В некоторых случаях такое отражение излучения может приводить к завышению скорости счета в два раза. Чтобы обнаружить такую погрешность, необходимо выполнить ряд измерений, помещая препарат в защитные домики разных размеров и сохраняя постоянным геометрический коэффициент. В дальнейшем следует либо вводить поправку на эту погрешность, либо работать в таких условиях, чтобы погрешность за счет рассеяния излучения от стенок была пренебрежимо мала.

К этой же группе примыкают погрешности, обусловленные неоднородностью измеряемого объекта. Источником такой неоднородности может быть, например, неравномерность распределения радиоактивного вещества по поверхности препарата, а также отличие истинной формы препарата от ожидаемой (пятно с неровными краями вместо круга). Для выявления подобных погрешностей следует поместить между препаратом и детектором щелевую диафрагму и провести несколько измерений, каждый раз поворачивая препарат на некоторый

случайный угол вокруг оси. Если результаты этих измерений обнаружат значительный разброс, необходимо пересмотреть методику приготовления препаратов либо обратиться к таким условиям измерений, при которых погрешность за счет неоднородности препарата была бы незначительна (например, располагать препарат на таком расстоянии от детектора, чтобы его можно было считать практически точечным).

*Случайные погрешности* обусловлены влиянием ряда причин, действие которых не одинаково в каждом опыте и не может быть учтено. В измерениях, выполненных одинаковым образом, случайные погрешности принимают различные значения. Чтобы проверить, оказывают ли случайные погрешности заметное влияние на результаты измерений, нужно несколько раз повторить измерения при одинаковых условиях опыта. Если каждый раз будут получаться несколько отличающиеся результаты, можно сделать вывод, что данные отягощены случайными погрешностями.

Вернемся к примеру с неоднородным распределением радиоактивного вещества по поверхности препарата. Если препарат измеряют однократно, то погрешность за счет его неоднородности следует рассматривать как систематическую. Но если проводят несколько измерений одного и того же препарата, каждый раз поворачивая его на некоторый угол вокруг оси и используя в качестве детектора цилиндрический счетчик или торцовый счетчик со щелевой диафрагмой, то погрешность, обусловленная неоднородностью измеряемого объекта, становится случайной. (Заметим, что так обычно и выявляют систематические погрешности. А именно, ставят эксперимент таким образом, чтобы подозреваемая систематическая погрешность могла принимать различные значения в разных опытах, т. е. стала случайной погрешностью. Если при этом рассеяние результатов существенно возрастает, то можно заключить, что в каждый результат вносится систематическая погрешность. Одновременно можно оценить предельное значение этой погрешности.)

Появление случайных погрешностей может быть связано не только со случайными колебаниями большого числа факторов, влияющих на измерения, но и с вероятностным характером самого изучаемого процесса. Так, в случае радиометрических определений наряду с другими погрешностями в результат вносится дополнительная неопределенность, обусловленная вероятностным характером радиоактивного распада. С этой неопределенностью связан минимальный уровень рассеяния, ниже которого при данных условиях измерения радиоактивности погрешность быть не может.

Нельзя заранее предсказать, чему будет равна случайная погрешность в отдельном измерении, поэтому невозможно предсказать и точную величину результата, который будет получен в данном опыте. Однако, если известен закон распределения экспериментальных результатов, содержащих случайные погрешности, то можно подсчитать вероятность того, что результат измерений окажется в пределах заданного интервала значений.

В результаты наблюдений могут вкрасться и такие погрешности, которые обусловлены лишь невнимательностью экспериментатора

(неверная запись показаний прибора, неправильное считывание отсчета со шкалы, отступления от общепринятой методики проведения работы и т. п.). Это так называемые *грѣбы погрешности*. Для устранения их необходимо соблюдать аккуратность и тщательность в работе и записях результатов. Во избежание таких погрешностей следует повторять измерения в несколько отличных условиях.

## 2. СЛУЧАЙНЫЕ ПОГРЕШНОСТИ. НОРМАЛЬНЫЙ ЗАКОН РАСПРЕДЕЛЕНИЯ

Допустим, что истинное значение измеряемой величины есть  $\mu$ , а  $x = \mu + v$  — результат измерения, отягощенный случайной погрешностью  $v$ , т. е. некоторая случайная величина. Обычно принимают, что результаты измерений подчиняются *нормальному закону распределения*, или *распределению Гаусса*. Этот закон можно вывести на основании следующих предположений.

1. Случайные погрешности  $v$  вызываются действием большого числа причин, каждая из которых приводит к малому по абсолютной величине элементарному отклонению  $+\varepsilon$  или  $-\varepsilon$ .

2. Одинаковые по абсолютной величине элементарные отклонения равновероятны.

3. Причины, вызывающие элементарные отклонения, действуют независимо, т. е. вероятность того, что какая-нибудь причина дает отклонение  $|\varepsilon|$ , не зависит от размера элементарных отклонений, вызываемых другими причинами.

Вероятность того, что случайная величина (например, результат измерения, отягощенный случайной погрешностью) примет значение в пределах бесконечно малого интервала между  $x$  и  $x + dx$ , определяется как  $\varphi(x)dx$ , где  $\varphi(x)$  — некоторая функция, называемая *плотностью вероятности*, вид которой связан с законом распределения случайной величины. Плотность вероятности нормального распределения выражается следующим образом:

$$\varphi(x) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}, \quad -\infty < x < \infty. \quad (4.1)$$

В выражении (4.1)  $\mu$  и  $\sigma^2$  — постоянные, характеризующие кривую распределения (*параметры распределения*). Параметр  $\mu$  определяет расположение центра распределения на числовой оси, это, как уже говорилось, истинное значение измеряемой величины. Параметр  $\sigma^2$  служит мерой рассеяния случайной величины: кривая, описываемая уравнением (4.1), имеет две точки перегиба с абсциссами  $\mu - \sigma$ ,  $\mu + \sigma$ . Величину  $\sigma^2$  называют *дисперсией*, а положительное значение квадратного корня из дисперсии  $\sigma$  — *средним квадратическим отклонением*.

Графики плотности вероятности нормального распределения при различных значениях среднего квадратического отклонения приведены на рис. 30. Из рисунка видно, что плотность вероятности нормального распределения достигает максимума в точке  $\mu$ . Наиболее вероятны значения  $x$ , близкие к  $\mu$ ; по мере удаления от  $\mu$  значения  $x$  становятся все менее вероятными, иначе говоря, вероятность появления случайных

погрешностей  $x - \mu$  есть убывающая функция их величины. Одинаковые по абсолютному значению, но противоположные по знаку отклонения  $x$  от  $\mu$  равновероятны. С уменьшением среднего квадратического отклонения кривые нормального распределения становятся более крутыми, т. е. чем меньше величина  $\sigma$ , тем меньше вероятность появления больших по абсолютной величине случайных погрешностей (выше точность измерений).

Так как функция  $\varphi(x)$  [уравнение (4.1)] зависит от двух параметров ( $\mu$  и  $\sigma^2$ ), то каждой комбинации  $\mu$  и  $\sigma^2$  соответствует своя кривая. Чтобы можно было строить функции нормального распределения для

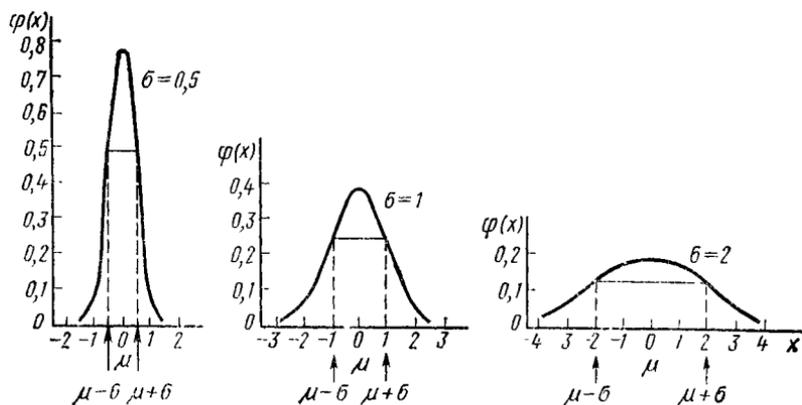


Рис. 30. Кривые нормального распределения при различных значениях  $\sigma$  (за начало координат принята точка  $\mu$ )

любых значений  $\mu$  и  $\sigma^2$ , вместо случайной величины  $x$  вводят нормированную случайную величину  $z$ :

$$z = \frac{x - \mu}{\sigma}. \quad (4.2)$$

Такое преобразование эквивалентно переносу начала координат в точку  $\mu$  и переходу к масштабу, выраженному в долях  $\sigma$ , поэтому нормированная случайная величина  $z$  имеет  $\mu_z = 0$  и  $\sigma_z = 1$ . Плотность вероятности нормированной случайной величины, распределенной по нормальному закону, равна

$$\varphi(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{z^2}{2}}. \quad (4.3)$$

Вероятность  $P$  того, что случайная величина  $z$  окажется больше некоторого числа  $u_1$ , но меньше  $u_2$ , т. е. попадет в интервал  $(u_1, u_2)$ , определяется как

$$P(u_1 < z < u_2) = \int_{u_1}^{u_2} \varphi(z) dz = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{u_1}^{u_2} e^{-\frac{z^2}{2}} dz. \quad (4.4)$$

Эта вероятность численно равна площади, которая ограничена кривой распределения и прямыми, проходящими через точки  $u_1, u_2$  параллель-

но оси ординат (рис. 31). Вся площадь между гауссовой кривой и осью абсцисс равна единице, ибо появление какого угодно значения случайной величины в интервале от  $-\infty$  до  $+\infty$  есть достоверное событие, вероятность которого  $P = 1$ .

Существуют таблицы, в которых приводятся рассчитанные по (4.4) вероятности  $\gamma$  того, что случайная величина  $z$ , определяемая выражением (4.2), не выйдет за пределы интервала  $(-u_\gamma, +u_\gamma)$ :

$$P\left(-u_\gamma < \frac{x-\mu}{\sigma} < +u_\gamma\right) = P(\mu - u_\gamma \sigma < x < \mu + u_\gamma \sigma) = \gamma. \quad (4.5)$$

Вероятность того, что значение  $z$  окажется за пределами указанного интервала, равна  $1 - \gamma$ . В табл. 11 приведены вероятности  $\gamma$  и  $1 - \gamma$  для некоторых значений  $u_\gamma$ .

Таблица 11

Вероятности того, что нормированная случайная величина примет значения внутри интервала  $(-u_\gamma, +u_\gamma)$  или выйдет за указанные пределы

$u_\gamma$	$\gamma$	$1-\gamma$	$u_\gamma$	$\gamma$	$1-\gamma$
0,500	0,383	0,617	1,96	0,950	0,050
0,675	0,500	0,500	2,58	0,990	0,010
1,000	0,683	0,317	3,00	0,997	0,003
1,640	0,900	0,100	4,00	0,9999	0,0001

Как видно из табл. 11, вероятность того, что случайная величина  $x$  попадет в интервал  $(\mu - \sigma, \mu + \sigma)$ , составляет 68,3%; это означает, что при достаточно большом числе измерений почти две трети результатов будут лежать в этом интервале.

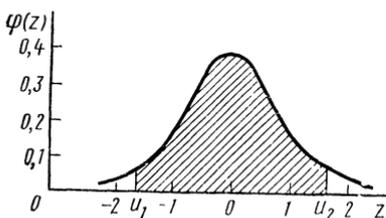


Рис. 31. Вероятность того, что нормированная случайная величина ( $\mu_z=0, \sigma_z=1$ ), распределенная по нормальному закону, попадет в интервал  $(u_1, u_2)$

Вероятность попадания случайной величины в интервал  $(\mu - 1,96\sigma, \mu + 1,96\sigma)$  равна 95%, иными словами, примерно 5% результатов измерений выходят за пределы  $\mu \pm 2\sigma$ . Вероятность того, что значение случайной величины окажется в интервале  $(\mu - 3\sigma, \mu + 3\sigma)$ , составляет 99,7%, т. е. лишь 0,3% результатов будут отличаться от истинного значения измеряемой величины более чем на  $\pm 3\sigma$ .

Если известны параметры нормального распределения  $\mu$  и  $\sigma^2$ , то с помощью табл. 11 можно найти границы некоторого интервала, соответствующего заданной вероятности попадания результата измерения в этот интервал.

**Пример 20.** Пусть истинное значение регистрируемой скорости счета  $\mu = 2200$  имп/мин, а среднее квадратическое отклонение  $\sigma = 47$ . Определим границы такого симметричного интервала, чтобы при указанных значениях  $\mu$  и  $\sigma$

вероятность попадания результата измерения в этот интервал равнялась  $\gamma = 0,95$ .

Воспользуемся соотношением (4.5). Из табл. 11 находим, что  $u_{0,95} = 1,96$ . Подставляя в (4.5) значения  $\mu$ ,  $\sigma$ ,  $u_\gamma$  и  $\gamma$ , получим

$$P(2200 - 1,96 \cdot 47 < x < 2200 + 1,96 \cdot 47) = 0,95;$$

$$P(2200 - 92 < x < 2200 + 92) = 0,95;$$

$$P(2108 < x < 2292) = 0,95.$$

Итак, хотя мы и не в состоянии предсказать заранее значение отдельного результата, отягощенного случайной погрешностью, но в данном случае можем утверждать, что с вероятностью 95% результат отдельного измерения должен оказаться больше, чем 2108, и меньше, чем 2292, т. е. попасть в интервал  $2200 \pm 92$ . Если число измерений велико, 95% результатов будут лежать в указанных пределах.

### 3. ГЕНЕРАЛЬНАЯ И ВЫБОРОЧНАЯ СОВОКУПНОСТЬ. РАСЧЕТ СРЕДНЕГО И ДИСПЕРСИИ ПО ВЫБОРОЧНЫМ ДАННЫМ

В примере 20 параметры  $\mu$  и  $\sigma^2$  предполагались известными, однако обычно исследователь не знает их истинных значений. Его задача как раз и состоит в том, чтобы по результатам выполненных измерений оценить величины  $\mu$  и (или)  $\sigma^2$ .

Поясним сказанное. Представим себе, что при данных условиях выполнено бесконечно большое число измерений одной и той же величины. Полученную бесконечную гипотетическую совокупность результатов называют *генеральной совокупностью*. Величины  $\mu$  и  $\sigma^2$  — параметры генеральной совокупности; их точные значения можно было бы найти, зная лишь все элементы генеральной совокупности. Истинное значение измеряемой величины  $\mu$ , называемое *генеральным средним*, равно

$$\mu = \sum_{i=-\infty}^{\infty} x_i P(x_i), \quad (4.6)$$

где  $P(x_i)$  — вероятность появления результата  $x_i$ . (Отрицательные значения  $i$  характеризуют те результаты измерений, которые были получены ранее некоторого условного момента, принятого за начало отсчета.) Параметр  $\sigma^2$  представляет собой *генеральную дисперсию*. Генеральная дисперсия определяется равенством

$$\sigma^2 = \sum_{i=-\infty}^{\infty} (x_i - \mu)^2 P(x_i). \quad (4.7)$$

Любую совокупность результатов измерений, выполненных при данных условиях опыта, принято рассматривать как случайную выборку из генеральной совокупности, т. е. как *выборочную совокупность*. (В экспериментаторской практике опыты, результаты которых составляют выборочную совокупность, называют обычно *параллельными*.) Выборочная совокупность характеризуется значениями выборочных параметров, которые являются функциями величин, составляющих выборочную совокупность. Чтобы четко разграничивать генеральные и выборочные параметры, для обозначения генеральных параметров

используют греческие буквы, а выборочных — латинские. *Выборочное среднее* определяют как *среднее арифметическое*  $\bar{x}$  из  $n$  результатов измерений:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (4.8)$$

*Выборочную дисперсию* обозначают через  $s_x^2$  и вычисляют по формуле

$$s_x^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \quad (4.9)$$

или по эквивалентной ей формуле

$$s_x^2 = \frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n x_i\right)^2}{n}}{n-1}. \quad (4.10)$$

Знаменатель в выражениях (4.9) и (4.10) характеризует *число степеней свободы* для выборочной дисперсии. Число степеней свободы  $f$  равно числу независимых измерений минус число дополнительных связей, налагаемых на экспериментальный материал в процессе его обработки. Так, на  $n$  независимых результатов измерений при расчете среднего арифметического накладывается одна связь вида (4.8), поэтому число степеней свободы при определении выборочной дисперсии  $f = n - 1$ .

Нередко для характеристики разброса (рассеяния) данных указывают *относительную погрешность*, которая определяется как отношение соответствующей абсолютной погрешности к среднему значению измеряемой величины. Относительное выборочное квадратическое отклонение равно

$$\omega_x = s_x / \bar{x}. \quad (4.11)$$

**Пример 21.** В результате девяти измерений регистрируемой активности (каждое продолжительностью по 1 мин) получены следующие значения: 340, 308, 357, 319, 332, 308, 341, 361, 344 имп/мин. На основании этих данных рассчитаем среднее арифметическое  $\bar{x}$ , выборочную дисперсию  $s_x^2$  и относительное квадратическое отклонение  $\omega_x$ .

Чтобы упростить процедуру вычислений, представим результаты измерений в виде

$$x_i = \alpha + \omega_i, \quad (4.12)$$

где  $\alpha$  — постоянное число, близкое к середине интервала, охватывающего выборочную совокупность. Подставляя (4.12) в (4.8) и (4.9), находим

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n (\alpha + \omega_i)}{n} = \frac{n\alpha + \sum_{i=1}^n \omega_i}{n} = \alpha + \bar{\omega}; \quad (4.13)$$

$$s_x^2 = \frac{\sum_{i=1}^n [(\alpha + \omega_i) - (\alpha + \bar{\omega})]^2}{n-1} = \frac{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{\omega})^2}{n-1} = s_{\omega}^2. \quad (4.14)$$

Принимая во внимание (4.10), можно записать

$$s_x^2 = s_\omega^2 = \frac{\sum_{i=1}^n \omega_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n \omega_i\right)^2}{n}}{n-1}. \quad (4.15)$$

Будем рассчитывать  $\bar{x}$  и  $s_x^2$  по формулам (4.13) и (4.15), положив  $\alpha = 335$ . Промежуточные выкладки удобно располагать так, как это показано в табл. 12. Для проверки правильности вычислений можно воспользоваться очевидным соотношением:

$$\sum_{i=1}^n (\omega_i + 1)^2 = \sum_{i=1}^n \omega_i^2 + 2 \sum_{i=1}^n \omega_i + n. \quad (4.16)$$

Поэтому в табл. 12 введены дополнительные столбцы  $(\omega_i + 1)$  и  $(\omega_i + 1)^2$ . Значения квадратов двузначных чисел взяты из табл. П.14.

Таблица 12

Вспомогательные выкладки при расчете  $x$  и  $s_x^2$

№ измерения	$x_i$	$\omega_i = x_i - 335$	$\omega_i^2$	$\omega_i + 1$	$(\omega_i + 1)^2$
1	340	5	25	6	36
2	308	-27	729	-26	676
3	357	22	484	23	529
4	319	-16	256	-15	225
5	332	-3	9	-2	4
6	308	-27	729	-26	676
7	341	6	36	7	49
8	361	26	676	27	729
9	344	9	81	10	100
Сумма	—	-5	3025	—	3 024

Проверка:  $3025 + 2(-5) + 9 = 3024$ .

Подставляя в (4.13)  $\alpha = 335$  и  $\bar{\omega} = \frac{-5}{9} \approx -0,6$ , а в (4.14)  $\sum_{i=1}^n \omega_i^2 = 3025$

и  $\frac{\left(\sum_{i=1}^n \omega_i\right)^2}{n} = \frac{25}{9} \approx 2,8$ , находим

$$\bar{x} = 335 - 0,6 = 334,4 \approx 334;$$

$$s_x^2 = \frac{3025 - 2,8}{8} = 377,8;$$

$$s_x = 19,4; \quad w_x = \frac{19,4}{334} = 0,058.$$

При обработке результатов эксперимента необходимо всегда помнить о различии между генеральными и выборочными параметрами. Генеральные параметры являются постоянными, характеризующими закон распределения случайных величин (результатов изме-

рений, отягощенных случайными погрешностями), в то время как выборочные параметры сами суть случайные величины. Поэтому имеют место лишь приближенные равенства:

$$\mu \approx \bar{x}, \quad \sigma^2 \approx s^2, \quad (4.17)$$

которые выполняются тем точнее, чем больше число проведенных измерений.

Величины  $\bar{x}$  и  $s^2$  представляют собой *точечные оценки* генеральных параметров, однако приближенные равенства (4.17) не дают представления о точности, с которой установлены значения  $\mu$  и  $\sigma^2$ . Поэтому при обработке экспериментальных данных используются методы *интервального оценивания*, позволяющие рассчитывать границы интервала, внутри которого с заданной вероятностью может находиться значение генерального параметра. Ширина такого интервала (или половина его ширины) определяет *точность* результата измерений, а вероятность того, что оцениваемый параметр будет лежать в пределах этого интервала, характеризует *надежность* оценки. Методы интервального оценивания будут рассмотрены ниже.

## § 2. Статистический характер радиоактивного распада и распределение Пуассона

В зависимости от организации эксперимента и процедуры измерений появление случайных погрешностей можно связать с теми или иными конкретными причинами. Так, например, если производят несколько измерений одного и того же препарата, не изменяя его положения, то источником случайных погрешностей могут быть колебания стабилизированного напряжения и (или) величины фона. Если при измерениях поворачивают препарат на некоторый случайный угол, используя цилиндрический счетчик или торцовый счетчик со щелевой диафрагмой, то кроме названных причин на возникновение случайных погрешностей может влиять неравномерность распределения радиоактивного вещества по поверхности препарата и (или) недостаточная четкая фиксация препарата в кассете для измеряемых образцов. Если измеряют серию препаратов, приготовленных из одинаковых объемов радиоактивного раствора, то помимо колебаний стабилизированного напряжения и фона, неоднородности препаратов и смещения их относительно счетчика на рассеяние результатов, возможно, будут оказывать влияние и факторы, связанные с методикой приготовления препаратов (точность определения объемов, неполнота осаждения и т. п.). Этот перечень можно продолжить и дальше — случайные погрешности возникают на любой стадии проведения эксперимента. Но каковы бы ни были случайные погрешности, искажающие результат отдельного измерения, в каждый результат вносится погрешность, обусловленная статистическим характером радиоактивного распада.

Радиоактивные превращения — это процесс, которому присущ вероятностный характер. Законы радиоактивного распада и накопления — статистические законы, проявляющиеся лишь для достаточно

большого числа радиоактивных ядер. Основные предположения, на основании которых можно найти закономерности, характеризующие вероятностную природу радиоактивного распада, заключаются в следующем.

1. Вероятность  $p_{\Delta t}$  распада отдельного ядра за время  $\Delta t$  не зависит от условий, в которых ядро находилось ранее или находится в данное время, а зависит только от размера интервала  $\Delta t$  и для достаточно малых отрезков времени пропорциональна  $\Delta t$ :  $p_{\Delta t} = \lambda \Delta t$  (здесь  $\lambda$  — коэффициент пропорциональности).

2. Вероятность  $p'_{\Delta t}$  того, что одно из  $N$  ядер распадется в течение бесконечно малого интервала времени  $\Delta t$ , пропорциональна  $\Delta t$  и наличному количеству ядер:  $p'_{\Delta t} = \lambda N \Delta t$ , или, принимая во внимание, что ожидаемое среднее число распадов в единицу времени  $\bar{a} = \lambda N$ ,  $p'_{\Delta t} = \bar{a} \Delta t$ .

3. Вероятность того, что за промежуток времени  $t$ , малый по сравнению с периодом полураспада, распадется  $m$  ядер, не зависит от того, какое количество ядер распалось в предшествующие промежутки времени равного размера.

Первое условие приводит к основному закону радиоактивного распада. Действительно, если вероятность распада отдельного ядра за время  $\Delta t$  определяется условием 1, то вероятность противоположного события (того, что ядро не распадется за это время) равна

$$q_{\Delta t} = 1 - p_{\Delta t} = 1 - \lambda \Delta t.$$

Но если ядро не распалось в течение времени  $\Delta t$ , то вероятность того, что оно не распадется в течение второго такого же интервала времени, снова равна  $(1 - \lambda \Delta t)$ . Вероятность же того, что ядро не распадется ни в первый, ни во второй интервалы времени, равна произведению этих вероятностей; рассуждая и далее подобным образом, получим

$$\begin{aligned} q_{2\Delta t} &= (1 - \lambda \Delta t)^2; \\ q_{3\Delta t} &= (1 - \lambda \Delta t)^3; \\ &\dots \dots \dots \\ q_{n\Delta t} &= (1 - \lambda \Delta t)^n. \end{aligned}$$

Интервал  $\Delta t$  можно представить как  $\Delta t = (t/n)$  (промежуток времени  $t$  делится на  $n$  неперекрывающихся интервалов размером  $\Delta t$ ). Переходя к пределу при  $n \rightarrow \infty$ , найдем вероятность того, что отдельное ядро не претерпит распада в течение времени  $t$ :

$$q_t = \lim_{n \rightarrow \infty} \left( 1 - \lambda \frac{t}{n} \right)^n = e^{-\lambda t}.$$

Из определения вероятности следует, что при многократном повторении испытаний отношение числа ядер  $N_t$ , не распавшихся за время  $t$ , к числу ядер в начальный момент времени  $N_0$  должно колебаться около величины  $q_t$ ; так что можно записать

$$N_t / N_0 \approx e^{-\lambda t}. \quad (4.18)$$

Мы пришли к интегральной форме закона радиоактивного распада  $N_t = N_0 e^{-\lambda t}$ , но теперь ясно видно, что в силу статистического харак-

тера этого закона он должен выполняться лишь приближенно. Экспоненциальный характер закона распада проявляется в результате усреднения случайных отклонений числа распадающихся ядер от теоретически ожидаемого. Это можно проиллюстрировать рис. 32, на котором в полулогарифмическом масштабе нанесены результаты измерения скорости счета при определении периода полураспада  $^{56}\text{Mn}$  (продолжительность каждого измерения 1 мин, интервал между измерениями 2 мин).

Исходя из условий 2 и 3, можно вывести закон, определяющий вероятности  $P(m)$  того, что в течение промежутка времени  $t$  произойдет  $m$  актов распада, если среднее число актов распада за время  $t$  равно  $\bar{at} = \mu$ :

$$P(m) = \frac{\mu^m e^{-\mu}}{m!}. \quad (4.19)$$

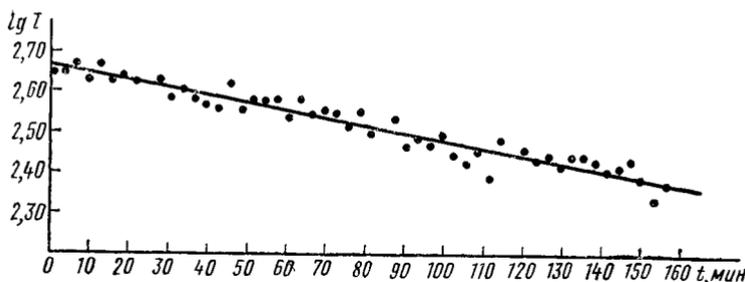


Рис. 32. Статистический характер закона радиоактивного распада

Такое распределение вероятностей называется *распределением Пуассона*. В выражение (4.19) входит только один параметр ( $\mu$ ), от которого зависит вид кривой пуассоновского распределения. Как уже было сказано,  $\mu$  — это среднее значение случайной величины (в данном случае величины, распределенной по закону Пуассона); замечательно, что дисперсия распределения Пуассона также равна  $\mu$ :

$$\sigma_{\text{пуасс}}^2 = \mu. \quad (4.20)$$

На рис. 33 показаны кривые распределения Пуассона для  $\mu = 1, 5$  и 10. (Заметим, что в отличие от нормального распределения распределение Пуассона дискретно: величины  $m$  могут принимать лишь положительные целочисленные значения. Поэтому было бы правильнее изображать вероятности появления каждого значения  $m$  вертикальными отрезками. Однако для наглядности на рис. 33 через точки, соответствующие вероятностям  $P(m)$ , проведены плавные кривые.) Из рисунка видно, что при малых значениях  $\mu$  распределение Пуассона асимметрично (максимум смещен влево), но по мере роста  $\mu$  кривые становятся все более симметричными, приближаясь к виду кривой нормального распределения. Практически уже при  $\mu = 10$  распределение Пуассона достаточно хорошо аппроксимируется нормальным распределением, оба параметра которого равны  $\mu$ .

Если рассеяние результатов вызвано лишь статистическим характером распада, то распределение числа импульсов  $N$ , регистрируемых детектором за время  $t$ , также подчиняется закону Пуассона. А именно, вероятность  $P(N)$  того, что за выбранный промежуток времени будет зарегистрировано  $N$  имп, если среднее число регистрируемых импульсов составляет  $\bar{N}$ , определяется выражением

$$P(N) = \frac{\bar{N}^N e^{-\bar{N}}}{N!} . \quad (4.21)$$

По аналогии с (4.20) дисперсия пуассоновского распределения числа регистрируемых прибором импульсов равна

$$\sigma_{\text{пуасс}}^2(N) = \bar{N} . \quad (4.22)$$

Соответствующее среднее квадратическое отклонение называют иногда *абсолютной квадратической флуктуацией*, чтобы подчеркнуть

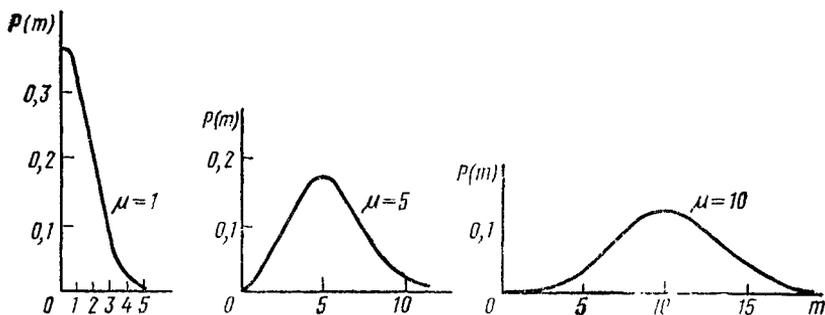


Рис. 33. Распределение Пуассона при различных значениях  $\mu$

его природу. Если в единичном опыте зарегистрировано достаточно большое число импульсов  $N_i$ , то для определения среднего квадратического отклонения вместо  $\bar{N}$  можно использовать  $N_i$ ; таким образом

$$\sigma_{\text{пуасс}}(N) = \sqrt{\bar{N}} \approx \sqrt{N_i} . \quad (4.23)$$

Как уже говорилось, величина  $N_i$  в формуле (4.23) представляет собой число импульсов, зарегистрированных прибором за  $t$  мин. В таком случае скорость счета равна

$$I_i = N_i / t . \quad (4.24)$$

Среднее квадратическое отклонение скорости счета, обусловленное статистическим характером распада (абсолютная квадратическая флуктуация), составляет

$$\sigma_{\text{пуасс}}(I) = \frac{\sigma_{\text{пуасс}}(N)}{t} = \frac{\sqrt{\bar{N}}}{t} = \sqrt{\frac{\bar{I}}{t}} \approx \sqrt{\frac{I_i}{t}} , \quad (4.25)$$

а относительная квадратическая флуктуация (обозначим ее греческой буквой ипсилон,  $\upsilon$ ) равна

$$\upsilon_{\text{пуасс}}(I) = \frac{\sigma_{\text{пуасс}}(I)}{I} = \frac{1}{\sqrt{It}} \approx \frac{1}{\sqrt{I_i t}}. \quad (4.26)$$

Из формулы (4.26) следует, что величина относительных погрешностей, связанных со статистическим характером распада, уменьшается с увеличением регистрируемой скорости счета  $I$  и продолжительности отдельного измерения  $t$ .

**Пример 22.** При измерении препарата с фоном за 3 мин было зарегистрировано 3927 имп, а при измерении фона—225 имп за 5 мин. Определим скорости счета препарата с фоном  $I_c$  и фона  $I_\phi$  и соответствующие им значения  $\sigma_{\text{пуасс}}(I)$

и  $\upsilon_{\text{пуасс}}(I)$ .

Исходя из условий задачи имеем

$$I_c = \frac{3927}{3} = 1309 \text{ имп/мин}, \quad I_\phi = \frac{225}{5} = 45 \text{ имп/мин}.$$

По формуле (4.25) находим

$$\sigma_{\text{пуасс}}(I_c) = \sqrt{\frac{1309}{3}} \approx 21 \text{ и } \sigma_{\text{пуасс}}(I_\phi) = \sqrt{\frac{45}{5}} = 3.$$

Аналогично по формуле (4.26) рассчитываем

$$\upsilon_{\text{пуасс}}(I_c) = \frac{21}{1309} \approx 0,016 \text{ (или } 1,6 \text{ \%)};$$

$$\upsilon_{\text{пуасс}}(I_\phi) = \frac{3}{45} \approx 0,067 \text{ (или } 6,7 \text{ \%)}.$$

Погрешность, связанная с флуктуациями радиоактивного распада, входит в выборочное среднее квадратическое отклонение  $s_x$ , которое можно рассчитать исходя из выражений (4.9) или (4.10) по следующим формулам:

$$s_I = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n I_i^2 - \frac{\left(\sum_{i=1}^n I_i\right)^2}{n}}{n-1}}. \quad (4.27)$$

Величина  $\sigma_{\text{пуасс}}$  определяет минимально возможное среднее квадратическое отклонение при заданных значениях  $I$  и  $t$ . Таким образом, в отсутствие иных источников рассеяния, кроме статистического характера радиоактивного распада,

$$s_I \approx \sigma_{\text{пуасс}}(I). \quad (4.28)$$

Заметим, что хотя в формулу (4.27) и не входит время отдельного измерения, но в силу (4.25) с увеличением  $t$  величина  $s_I$  должна уменьшаться (в среднем пропорционально  $\sqrt{t}$ ), если, конечно, отсутствуют погрешности, не связанные со статистическим характером распада.

Вследствие того, что выборочное среднее квадратическое отклонение  $s_l$  — случайная величина, его значение в некоторых опытах может оказаться меньше, чем  $\sigma_{\text{пуасс}(l)}$ . Однако всегда следует иметь в виду, что  $\sigma_{\text{пуасс}(l)}$  характеризует минимально возможное рассеяние значений скорости счета в генеральной совокупности, отвечающей выбранным условиям эксперимента.

### § 3. Некоторые методы статистического анализа

При обработке результатов эксперимента перед исследователем возникают различные задачи, для решения которых используют методы математической статистики. Наиболее типичны следующие две задачи.

1. Оценка параметров генеральной совокупности на основании выборочных данных. Эта задача была сформулирована в § 1, 3 этой главы, причем отмечалось, что вполне определенной оценкой неизвестного параметра (особенно в случае малых выборок) является интервальная оценка.

2. Проверка каких-либо предположений относительно свойств генеральных совокупностей, из которых производятся выборки (такие предположения называют *статистическими гипотезами*). Так, например, для выявления погрешностей, не связанных со статистическим характером радиоактивного распада, важно знать, подчиняются ли результаты измерения радиоактивности распределению Пуассона. Иными словами, подлежит проверке статистическая гипотеза о том, что эмпирическое распределение результатов совпадает с теоретически ожидаемым распределением Пуассона.

В этом разделе будут описаны методы интервального оценивания генерального среднего, а также процедура проверки гипотезы о пуассоновском распределении результатов.

#### 1. ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ ТЕОРИИ ИНТЕРВАЛЬНОГО ОЦЕНИВАНИЯ. ОЦЕНКА ГЕНЕРАЛЬНОГО СРЕДНЕГО НА ОСНОВАНИИ ВЫБОРОЧНЫХ ДАННЫХ

*Доверительным интервалом* неизвестного параметра  $\theta$  называют такой числовой интервал  $(\underline{T}_n, \bar{T}_n)$ , внутри которого с заранее установленной вероятностью  $\gamma$  может находиться значение  $\theta$ , так что

$$P(\underline{T}_n < \theta < \bar{T}_n) = \gamma. \quad (4.29)$$

Нижнюю  $\underline{T}_n$  и верхнюю  $\bar{T}_n$  границы доверительного интервала называют *доверительными границами*. Доверительные границы определяются как функции от результатов  $n$  измерений, составляющих выборочную совокупность, и, вследствие случайного характера выборки, сами — случайные величины. Поэтому при многократном повторении серии измерений и положение, и ширина доверительных интервалов будут изменяться, однако в  $100\gamma\%$  случаев доверительные интервалы будут покрывать истинное значение оцениваемого параметра. (Если ранее, в § 1, 2 этой главы, речь шла о вероятности попадания случайной

величины в заданный неслучайный интервал, то теперь рассматривается вероятность того, что постоянная величина  $\theta$  окажется внутри случайного интервала.)

Вероятность  $\gamma$  того, что интервал  $(T_n, \bar{T}_n)$  содержит в себе истинное значение параметра, называется *доверительной вероятностью*, а величина

$$1 - \gamma = p \quad (4.30)$$

— *уровнем значимости*. Уровень значимости показывает, насколько часто при повторении выборки наше суждение (например, что значение генерального параметра лежит в пределах доверительного интервала) будет оказываться ошибочным. Доверительные интервалы строят обычно для 95%-ной доверительной вероятности ( $\gamma = 0,95$ ;  $p = 0,05$ ) или для 99%-ной доверительной вероятности ( $\gamma = 0,99$ ;  $p = 0,01$ ).

При оценивании генеральных параметров берутся симметрично построенные доверительные интервалы, для которых выполняются соотношения

$$P(\theta < T_n) = P(\theta > \bar{T}_n) = \frac{1 - \gamma}{2}. \quad (4.31)$$

Таким образом, задача построения доверительного интервала (4.29) сводится к нахождению нижней и верхней доверительных границ, удовлетворяющих требованию (4.31). Похожая задача рассматривалась в примере 20 с той, правда, разницей, что там рассчитывали симметричный интервал, в который с вероятностью  $\gamma$  может попасть результат отдельного измерения  $x$ , если известны значения  $\mu$  и  $\sigma$ , а теперь речь будет идти, например, о построении интервала, который может накрыть значение  $\mu$ , если в результате измерения получена величина  $x$  и известно значение  $\sigma$ .

**Пример 23.** В результате однократного измерения скорости счета в течение 1 мин была получена величина 340 имп/мин (взяв первый результат из примера 21). Полагая, что погрешность измерений обусловлена только статистическим характером радиоактивного распада, найдем доверительные интервалы для истинного значения скорости счета, соответствующие 95%-ной и 99%-ной доверительной вероятности.

Если погрешность измерений связана только с флуктуациями числа распадающихся ядер, то результаты измерения общего числа отсчетов должны подчиняться распределению Пуассона (4.21), а при  $\bar{N} \geq 10$  — нормальному распределению со средним квадратическим отклонением (4.23)  $\sigma \approx \sqrt{\bar{N}_i}$ . Поэтому для построения искомого доверительного интервала можно воспользоваться соотношением (4.5). Решая неравенства в (4.5) относительно  $\mu$ , получим

$$P(x - u_\gamma \sigma_x < \mu < x + u_\gamma \sigma_x) = \gamma. \quad (4.32)$$

В данном случае нижняя и верхняя границы доверительного интервала определяются формулами:

$$T_n = x - u_\gamma \sigma_x; \quad \bar{T}_n = x + u_\gamma \sigma_x.$$

Подставляя сюда значение  $u_{0,95} = 1,96$ , взятое из табл. 11 (стр. 88) и  $\sigma_x = \sqrt{340} = 18,4$ , имеем:

$$\begin{aligned} T_n &= 340 - 1,96 \cdot 18,4 = 340 - 36 = 304; \\ \bar{T}_n &= 340 + 36 = 376. \end{aligned}$$

Следовательно,

$$304 < \mu < 376 \quad (\gamma = 0,95).$$

Рассчитывая интервалы при 99%-ной доверительной вероятности ( $u_{0,99} = 2,58$ ), находим:

$$\underline{T}_n = 340 - 2,58 \cdot 18,4 = 340 - 47 = 293;$$

$$\overline{T}_n = 340 + 47 = 387;$$

$$293 < \mu < 387 \quad (\gamma = 0,99).$$

Итак, чем больше значение  $\gamma$ , тем выше надежность оценки, но тем больше и ширина доверительного интервала, характеризующая погрешность оценивания. Таким образом, для того чтобы охарактеризовать случайную погрешность измерений, необходимо указать ширину доверительного интервала и доверительную вероятность. Указание одного только доверительного интервала лишено смысла, поскольку его размер зависит от принятого уровня доверительной вероятности.

Строя доверительный интервал для  $\mu$  на основании отдельного измерения, мы исходили из того, что результат этого измерения взят из генеральной совокупности с нормальным законом распределения. Вообще, чтобы найти доверительный интервал для генерального параметра на основании какой-либо выборочной характеристики, нужно знать закон распределения этой характеристики.

Рассмотрим методы нахождения доверительных интервалов для генерального среднего на основании выборочного среднего. Чтобы построить доверительный интервал для  $\mu$  исходя из  $\bar{x}$ , необходимо знать закон распределения средних арифметических. В зависимости от того, располагает ли исследователь знанием генеральной дисперсии  $\sigma^2$ , или ему известна лишь ее выборочная оценка  $s^2$ , распределение величин  $\bar{x}$  подчиняется различным законам. Эти законы изучены для выборок из нормальных совокупностей, с которыми чаще всего приходится иметь дело на практике. Средние арифметические  $\bar{x}$  для выборок, которые содержат  $n$  элементов, взятых из нормальной совокупности с параметрами  $\mu$  и  $\sigma^2$ , также подчиняются нормальному распределению с тем же самым значением генерального среднего  $\mu$  и генеральной дисперсией  $\sigma_x^2$ , равной

$$\sigma_x^2 = \sigma^2/n. \quad (4.33)$$

Введем вместо случайной величины  $\bar{x}$  нормированную случайную величину

$$z = \frac{\bar{x} - \mu}{\sigma_x} = \frac{\bar{x} - \mu}{\sigma/\sqrt{n}}, \quad (4.34)$$

аналогичную нормированной случайной величине (4.2). Величина  $z$  распределена по нормальному закону с параметрами  $\mu_z = 0$  и  $\sigma_z^2 = 1$ . Пользуясь таблицами нормального распределения (например, табл. 11,

стр. 88), можно найти два таких числа  $-u_\gamma$ ,  $+u_\gamma$ , для которых выполняется условие

$$P = \left( -u_\gamma < \frac{\bar{x} - \mu}{\sigma/\sqrt{n}} < +u_\gamma \right) = \gamma. \quad (4.35)$$

Решая неравенство (4.35) относительно  $\mu$ , находим

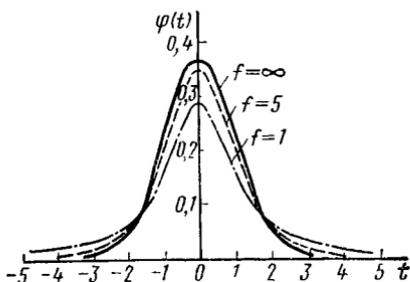
$$P \left( \bar{x} - u_\gamma \frac{\sigma}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + u_\gamma \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right) = \gamma. \quad (4.36)$$

Соотношением (4.36), можно пользоваться для интервального оценивания генерального среднего в тех случаях, когда известно значение генеральной дисперсии  $\sigma^2$ .

Если значение  $\sigma^2$  не известно, то распределение среднего арифметического отличается от нормального, особенно сильно в тех случаях, когда число измерений  $n$  мало. Это обусловлено появлением дополнительного источника неопределенности, связанного с тем, что вместо величины  $\sigma^2$  приходится пользоваться ее выборочной оценкой  $s^2$ , вычисляемой по формулам (4.9) или (4.10), и вместо  $\sigma_x^2$  — выборочной дисперсией среднего арифметического  $s_x^2$ , которая, по аналогии с (4.33), определяется выражением

$$s_x^2 = s^2/n. \quad (4.37)$$

Рис. 34. Кривые t-распределения при различных значениях числа степеней свободы  $f$



с (4.33), определяется выражением

В этом случае при построении доверительных интервалов исходят из так называемого *распределения Стьюдента*, или t-распределения. Это распределение имеет случайная величина

$$t = \frac{\bar{x} - \mu}{\frac{s_x}{x}} = \frac{\bar{x} - \mu}{s/\sqrt{n}}. \quad (4.38)$$

Распределение Стьюдента зависит только от числа степеней свободы  $f = n - 1$ , связанного с выборочной дисперсией  $s^2$  (рис. 34). Кривые распределения Стьюдента напоминают по форме кривые нормального распределения, но для малых значений  $f$  они значительно медленнее сближаются с осью абсцисс при  $|t| \rightarrow \infty$ . При  $f = \infty$  t-распределение совпадает с нормальным.

Вероятность того, что при доверительной вероятности  $\gamma$  случайная величина (4.38) попадет в симметричный интервал с доверительными границами  $(-t_\gamma, +t_\gamma)$ , определяется выражением

$$P \left( -t_\gamma < \frac{\bar{x} - \mu}{s/\sqrt{n}} < +t_\gamma \right) = \gamma. \quad (4.39)$$

В табл. П.10 для различных  $\gamma$  приведены значения  $t_\gamma$ , которые при данном числе степеней свободы  $f$  удовлетворяют соотношению (4.39).

Решая неравенства (4.39) относительно  $\mu$ , получим

$$P\left(\bar{x} - t_\gamma \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + t_\gamma \frac{s}{\sqrt{n}}\right) = \gamma. \quad (4.40)$$

Этим соотношением следует пользоваться для интервального оценивания генерального среднего в тех случаях, когда неизвестно значение генеральной дисперсии  $\sigma^2$ .

Величины  $u_\gamma \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$  и  $t_\gamma \frac{s}{\sqrt{n}}$  называют *доверительными погрешностями* или *погрешностями среднего арифметического при доверительной вероятности  $\gamma$*  и обозначают символом  $\Delta_\gamma$ . Таким образом, результат измерений следует записывать в виде

$$\bar{x} \pm \Delta_\gamma, \quad (4.41)$$

указывая при этом принятый уровень доверительной вероятности  $\gamma$ . Относительные погрешности среднего арифметического при доверительной вероятности  $\gamma$  будем обозначать символом  $\delta_\gamma$ .

**Пример 24.** Три последовательных определения методом радиометрического титрования содержания фосфат-ионов в исследуемом растворе дали следующие результаты: 865, 882 и 818 мг. Определим погрешность среднего арифметического при 95%-ной доверительной вероятности.

Сначала найдем среднее арифметическое [формула (4.8)] и выборочную дисперсию [формула (4.9)]:

$$\bar{x} = \frac{865 + 882 + 818}{3} = 855;$$

$$s^2 = \frac{(865 - 855)^2 + (882 - 855)^2 + (818 - 855)^2}{3 - 1} = 1099; \quad s = 33,1.$$

Из табл. П.10 для доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  и  $f = 2$  находим  $t_{0,95} = 4,30$ . Погрешность среднего арифметического при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  равна

$$\Delta_{0,95} = t_{0,95} \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{4,30 \cdot 33,1}{\sqrt{3}} = 82.$$

Если бы для расчета значения  $\Delta_{0,95}$  мы воспользовались нормальным распределением, то учитывая, что  $u_{0,95} = 1,96$ , получили бы существенно заниженный результат:

$$\Delta_{0,95} = \frac{1,96 \cdot 33,1}{\sqrt{3}} = 37.$$

## 2. ПРОВЕРКА ГИПОТЕЗЫ О ПУАССОНОВСКОМ ХАРАКТЕРЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ РАДИОАКТИВНОСТИ

Доверительный интервал можно рассматривать как интервал значений исследуемого параметра, совместимых с опытными данными и не противоречащих им. Иными словами, событие с вероятностью  $\gamma$  (за-

ключающиеся, например, в том, что значение генерального параметра находится внутри доверительного интервала) считают практически достоверным, а событие с вероятностью  $1 - \gamma = p$  — практически невозможным. Эти положения лежат в основе проверки статистических гипотез.

Правила, устанавливающие условия, при которых проверяемую гипотезу следует отвергнуть либо отвергать не следует, называют *статистическим критерием*. Статистические критерии базируются на определенных функциях от выборочных параметров, для которых известны точные законы распределения. Процедура статистической проверки гипотез предусматривает выбор соответствующей функции и построение доверительного интервала для значений этой функции в предположении, что верна проверяемая гипотеза. Границы доверительного интервала являются критическими точками для принятого уровня значимости: если найдено из опыта значение функции  $E$  от элементов выборки окажется больше критического значения  $E_{кр}$ , то проверяемую гипотезу отвергают. Обычно ориентируются на 5%-ный уровень значимости ( $p = 0,05$ ).

Для проверки гипотезы о том, что результаты измерения активности подчиняются распределению Пуассона, используется так называемое  $\chi^2$ -распределение. Это распределение имеет случайная величина

$$\chi^2 = (n-1) \frac{s^2}{\sigma^2}, \quad (4.42)$$

которую можно получить на основании выборки из  $n$  элементов, взятых из нормальной совокупности. Как и распределение Стюдента, распределение величины (4.42) зависит только от числа степеней свободы  $f = n - 1$ .

Вероятность того, что случайная величина (4.42) превысит некоторое предельное значение  $\chi_p^2$ , определяется установленным уровнем значимости

$$P(\chi^2 > \chi_p^2) = p. \quad (4.43)$$

В табл. П.11 приведены значения  $\chi_{0,05}^2$  для 5%-ного уровня значимости в зависимости от числа степеней свободы  $f$ .

Чтобы оценить степень близости наблюдаемого распределения результатов измерения активности к распределению Пуассона, подсчитывают величину  $\chi^2$ , подставляя в (4.42) выборочную дисперсию  $s_f^2$ , найденную из формулы (4.27),  $\sigma_{acc(t)}^2 = (\bar{I}/t)$  [см. формулу (4.25)] и  $f = n - 1$ :

$$\chi^2 = (n-1) \frac{s_f^2}{\bar{I}/t}. \quad (4.44)$$

Если найденное таким образом экспериментальное значение  $\chi^2$  ( $\chi_{эксп}^2$ ) превышает критическое значение для 5%-ного уровня значимости при числе степеней свободы  $f$ ,

$$\chi_{эксп}^2 > \chi_{0,05}^2(f),$$

то расхождение между эмпирическим и теоретическим (пуассоновским) распределением признают существенным.

Отклонение распределения числа регистрируемых импульсов от закона Пуассона свидетельствует о наличии случайных погрешностей, не связанных со статистическим характером распада. В этом случае оценку генерального среднего скорости счета необходимо проводить с помощью  $t$ -распределения на основании выборочного среднего квадратического отклонения  $s_f$ , вычисляемого по формуле (4.27), т. е. строить доверительный интервал вида (4.40).

Если  $\chi^2_{\text{эксп}} \leq \chi^2_{0,05}(f)$ , то считают, что нет оснований отвергнуть предположение о том, что число импульсов, регистрируемых детектором за время отдельного измерения, распределено в соответствии с законом Пуассона. Стало быть, рассеяние результатов обусловлено только статистическим характером радиоактивного распада, а другие случайные погрешности, которые в зависимости от постановки эксперимента могут быть связаны с аппаратурными факторами, процедурой измерений, методикой приготовления препаратов и т. п., отсутствуют. В этом случае для оценки генерального среднего следует использовать нормальное распределение и строить доверительный интервал вида (4.36), подставляя в указанную формулу значения  $\sigma_{\text{пуасс}}(t)$  из (4.25).

**Пример 25.** Проверим, следуют ли распределению Пуассона результаты измерения активности, приведенные в примере 21.

В примере 21 на основании данных 9 измерений продолжительностью по 1 мин было найдено:  $\bar{I} = 334$  имп/мин и  $s_I^2 = 378$ . Здесь  $f = 9 - 1 = 8$ . Подставляя эти величины в (4.44), получаем

$$\chi^2_{\text{эксп}} = 8 \frac{378}{334} = 9,06.$$

Из табл. П.11 находим:  $\chi^2_{0,05}(8) = 15,51$ . Таким образом,

$$\chi^2_{\text{эксп}} = 9,06 < 15,51 = \chi^2_{0,05}(8).$$

Отсюда следует, что при 5%-ном уровне значимости данные примера 21 не противоречат предположению о пуассоновском характере распределения результатов измерений.

## § 4. Оценка точности результатов косвенных измерений

### 1. ЗАКОН НАКОПЛЕНИЯ ПОГРЕШНОСТЕЙ

До сих пор речь шла о результатах *непосредственных*, или *прямых*, измерений, т. е. таких измерений, при которых непосредственно определяется интересующая нас величина.

В экспериментальной работе редко удается ограничиться выполнением прямых измерений, чаще проводятся *косвенные* измерения, при которых подлежащая определению величина представляет собой некоторую функцию от непосредственно измеряемых величин, отягощенных случайными погрешностями. При измерении скорости счета образца непосредственно определяют суммарную скорость счета препарата с фоном и скорость счета фона. При экспериментальном определении

коэффициента регистрации  $\Phi$  (стр. 65) находят отношение скоростей счета образцов, измеренных на данной установке, к их абсолютной активности, определяемой с помощью 4л-счетчика. В подобных случаях возникает задача оценки погрешностей косвенных измерений.

Среднее арифметическое и погрешность результата косвенных измерений можно вычислять двояко. Во-первых, можно воспользоваться методами, применяемыми для оценки погрешностей непосредственных измерений. Предположим, что нас интересует некоторая величина  $Y$ , связанная функциональной зависимостью с величинами  $X_1$  и  $X_2$ , которые определяются в результате прямых измерений:

$$Y = g(X_1, X_2). \quad (4.45)$$

Пусть процедура измерений организована так, что каждому измерению величины  $X_1$  соответствует измерение величины  $X_2$  (например, при определении регистрируемой активности препарата чередуют измерения препарата с фоном и фона по схеме: препарат — фон, препарат — фон и т. д.). Тогда по данным каждой пары измерений —  $x_{1i}$  и  $x_{2i}$  — можно рассчитать величину  $y_i = g(x_{1i}, x_{2i})$  и обычными методами найти среднее арифметическое и погрешность результата косвенных измерений [см. формулы (4.8) и (4.9—4.10)], а также рассчитать доверительные интервалы (4.36) или (4.40).

Нередко требуется оценить среднее значение и погрешность функции случайных величин, зная лишь средние значения и погрешности независимых переменных. Тогда необходим другой путь расчета среднего арифметического и погрешности результата косвенных измерений, основанный на использовании *закона накопления погрешностей*. В соответствии с этим законом среднее значение и выборочную дисперсию величины  $Y$ , которая представляет собой функцию «к» независимых случайных величин  $X_j$ ,

$$Y = g(X_1, X_2, \dots, X_k), \quad (4.46)$$

можно аппроксимировать выражениями:

$$Y = g(\overline{X_1}, \overline{X_2}, \dots, \overline{X_k}) \approx g(\bar{X}_1, \bar{X}_2, \dots, \bar{X}_k); \quad (4.47)$$

$$s_Y^2 = s_g^2(x_1, x_2, \dots, x_k) = \left(\frac{\partial Y}{\partial X_1}\right)^2 s_{X_1}^2 + \left(\frac{\partial Y}{\partial X_2}\right)^2 s_{X_2}^2 + \dots + \left(\frac{\partial Y}{\partial X_k}\right)^2 s_{X_k}^2. \quad (4.48)$$

В последнем выражении  $s_{X_1}^2, s_{X_2}^2, \dots, s_{X_k}^2$  — выборочные дисперсии случайных величин  $X_1, X_2, \dots, X_k$ . Заметим, что соотношение (4.48) сохраняет силу и в тех случаях, когда вместо выборочных дисперсий в него подставляют генеральные дисперсии  $\sigma_{X_j}^2$  или квадраты погрешностей, вычисленных при выбранном уровне доверительной вероятности,  $\Delta_{Y(X_j)}^2$ .

**Пример 26.** Найдем скорость счета препарата за вычетом фона  $I = I_c - I_\Phi$  и оценим погрешность значения  $I$ , если суммарная скорость счета препарата с фоном  $I_c$  составляла 1309 имп/мин при продолжительности измерения  $t_c = 3$  мин, а скорость счета фона  $I_\Phi$  равнялась 45 имп/мин при  $t_\Phi = 5$  мин (см. пример 22).

Мы можем определить лишь погрешность, обусловленную статистическим характером радиоактивного распада и колебаний фона. Ограничимся пока рас-

четом абсолютной и относительной квадратической флуктуации скорости счета препарата за вычетом фона. Дифференцируя выражение  $I = I_c - I_\Phi$  по  $I_c$  и  $I_\Phi$ , находим

$$\frac{\partial I}{\partial I_c} = 1 \quad \text{и} \quad \frac{\partial I}{\partial I_\Phi} = -1.$$

Подставляя значения производных в формулу (4.48) и заменяя выборочные дисперсии  $s_j^2$  дисперсиями  $\sigma_{\text{пуасс}}^2(I) = I/t_j$  [см. формулу (4.25)], имеем

$$\sigma_{\text{пуасс}}(I) = \sqrt{\sigma_{\text{пуасс}}^2(I_c) + \sigma_{\text{пуасс}}^2(I_\Phi)} = \sqrt{\frac{I_c}{t_c} + \frac{I_\Phi}{t_\Phi}}. \quad (4.49)$$

Таким образом, в нашем примере

$$I = 1309 - 45 = 1264 \quad (\text{имп./мин});$$

$$\sigma_{\text{пуасс}}(I) = \sqrt{\frac{1309}{3} + \frac{45}{5}} = \sqrt{436,3 + 9} = \sqrt{445} \approx 21;$$

$$v_{\text{пуасс}}(I) = \frac{21}{1264} = 0,017 = 1,7\%.$$

В данном случае рассеяние, связанное со статистическим характером колебаний фона, вносит незначительный вклад в погрешность измерения препарата, которая определяется в основном погрешностью измерения суммарной скорости счета препарата с фоном. Изменив соотношение времени измерения препарата с фоном и времени измерения фона при той же общей продолжительности измерений  $t = t_c + t_\Phi = 8$  мин, можно уменьшить значение  $\sigma_{\text{пуасс}}(I)$ . Например, при  $t_c = 7$  мин и  $t_\Phi = 1$  мин получим

$$\sigma_{\text{пуасс}}(I) = \sqrt{\frac{1309}{7} + \frac{45}{1}} = \sqrt{187 + 45} = \sqrt{232} \approx 15.$$

Вопрос о выборе оптимальной длительности измерений препарата с фоном и фона будет обсужден в следующем разделе.

Относительную погрешность результата косвенных измерений можно вычислить по обычной формуле, подобной (4.11). Бывают случаи, когда легче сразу определить относительную погрешность функции ряда случайных величин. Почленно разделив уравнение (4.48) на  $Y^2$  и замечая, что  $\frac{1}{Y} \frac{\partial Y}{\partial X} = \frac{\partial}{\partial X} (\ln Y)$ , получим выражение для относительного выборочного квадратического отклонения результата косвенных измерений:

$$\omega_Y^2 = \omega_g^2(x_1, x_2, \dots, x_n) = \left[ \frac{\partial}{\partial x_1} (\ln Y) \right]^2 s_{x_1}^2 + \left[ \frac{\partial}{\partial x_2} (\ln Y) \right]^2 s_{x_2}^2 + \dots + \left[ \frac{\partial}{\partial x_n} (\ln Y) \right]^2 s_{x_n}^2. \quad (4.50)$$

В это соотношение вместо выборочных дисперсий можно подставить генеральные дисперсии  $\sigma_{x_j}^2$  (тогда получится выражение для относительного генерального квадратического отклонения  $v$ ) или квадраты доверительных погрешностей  $\Delta_{Y(x_j)}^2$  (тогда получится выражение для относительной погрешности значения  $Y$ , соответствующей выбранному уровню доверительной вероятности,  $\delta_Y$ ).

Если относительная погрешность вычислена по формуле (4.50), то не имеет смысла прибегать к прямому расчету абсолютной погрешности по формуле (4.48) — ее удобнее определять из очевидного соотношения

$$s_Y = \bar{y} w_Y. \quad (4.51)$$

Нетрудно убедиться, что для функций вида

$$Y = \frac{X_1 X_2}{X_3} \quad (4.52)$$

относительное выборочное квадратическое отклонение равно

$$w_Y = \sqrt{w_{X_1}^2 + w_{X_2}^2 + w_{X_3}^2}. \quad (4.53)$$

Соотношение (4.53) сохраняет вид и в тех случаях, если вместо величин  $w^2$  подставить  $v^2$  или  $\delta^2$ .

**Пример 27.** При измерении препарата, приготовленного из  $v = 0,5$  мл раствора, скорость счета  $I$ , исправленная на фон, составила 1264 имп/мин, причём относительная квадратическая флуктуация была равна 1,7% (использованы данные примеров 22 и 26). Найдем значение скорости счета, отнесенное к 1 мл радиоактивного раствора (объемную удельную активность  $I_{уд} = I/v$ ), и оценим погрешность результата при 95%-ной доверительной вероятности, если известно, что относительная погрешность отбора проб\* при  $\gamma = 0,95$  не превышает 2%. Имеем

$$I_{уд} = \frac{I}{v} = \frac{1264}{0,5} = 2528 \text{ (имп/мин} \cdot \text{мл)}.$$

Поскольку указанная в условиях погрешность отбора проб соответствует 95%-ной доверительной вероятности, то и относительную флуктуацию скорости счета следует пересчитать для  $\gamma = 0,95$ . Для этого достаточно умножить величину  $v_{пуасс}(I) = 0,017$  на  $u_{0,95} = 1,96$ . Заменяя в выражении (4.53) относительные квадратические отклонения  $w$  величинами относительных погрешностей при 95%-ной доверительной вероятности  $\delta_{0,95}$ , находим

$$\delta_{0,95}(I_{уд}) = \sqrt{(1,96 \cdot 0,017)^2 + 0,02^2} = \sqrt{0,0015} = 0,039.$$

По аналогии с (4.51)

$$\Delta_{0,95}(I_{уд}) = I_{уд} \delta_{0,95}(I_{уд}) = 99.$$

Следовательно, при 95%-ной доверительной вероятности

$$I_{уд} = (2528 \pm 99) \text{ имп/мин} \cdot \text{мл}.$$

## 2. ВЫБОР ОПТИМАЛЬНОЙ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ПРЕПАРАТА С ФОНОМ И ФОНА

В примере 26 было показано, что точность определения скорости счета препарата за вычетом фона зависит от того, каким образом общее время измерения  $t = t_c + t_\phi$  распределено между измерением препа-

\* При работе с приборами, на которых показания считываются с градуированной шкалы (в частности, при отборе проб раствора с помощью пипеток), нередко в грубом приближении принимают, что половина цены деления шкалы равна погрешности, соответствующей 95%-ной доверительной вероятности. Таким образом, при отборе 0,25 мл раствора пипеткой на 1 мл с ценой деления 0,01 мл относительная погрешность при  $\gamma = 0,95$  будет составлять приблизительно  $0,005/0,25 = 0,02$ .

рата с фоном и измерением фона. Поэтому возникает задача выбора оптимального соотношения между временем измерения препарата с фоном и временем измерения фона, которое обеспечивало бы минимальную величину погрешности в определении скорости счета препарата при фиксированном  $t$ .

Рассмотрим выражение (4.49) для абсолютной квадратической флуктуации скорости счета препарата за вычетом фона (в предположении, что рассеяние результатов обусловлено только статистическим характером распада и колебаний фона). Продифференцируем (4.49):

$$d\sigma_{\text{пyac}}(t) = \frac{1}{2\sigma_{\text{пyac}}(t)} \left( -\frac{I_c}{t_c^2} dt_c - \frac{I_\Phi}{t_\Phi^2} dt_\Phi \right).$$

Используя условие минимума погрешности  $d\sigma_{\text{пyac}}(t) = 0$ , имеем

$$-\frac{I_c}{t_c^2} dt_c - \frac{I_\Phi}{t_\Phi^2} dt_\Phi = 0. \quad (4.54)$$

Так как общая продолжительность измерений постоянна ( $t = t_c + t_\Phi = \text{const}$ ), то

$$dt_c + dt_\Phi = 0.$$

Подставляя  $dt_c = -dt_\Phi$  в (4.54), находим

$$t_c/t_\Phi = \sqrt{I_c/I_\Phi}. \quad (4.55)$$

Используя полученное соотношение, можно рассчитать продолжительность измерений препарата с фоном и фона, необходимую для того, чтобы погрешность скорости счета препарата не превышала заданной величины. Пусть задана относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma$ , равная

$$\delta_\gamma(I_c - I_\Phi) = u_\gamma \sqrt{\frac{I_c}{t_c} + \frac{I_\Phi}{t_\Phi}}. \quad (4.56)$$

[Эта формула получается путем деления выражения (4.49) на  $I = I_c - I_\Phi$  и умножения на коэффициент  $u_\gamma$ , соответствующий принятому уровню доверительной вероятности.] Возводя в квадрат обе части (4.56) и используя соотношение (4.55) для подстановок

$$t_\Phi = t_c \frac{\sqrt{I_\Phi}}{\sqrt{I_c}} \text{ и } t_c = t_\Phi \frac{\sqrt{I_c}}{\sqrt{I_\Phi}},$$

после несложных преобразований найдем:

$$t_c = u_\gamma^2 \frac{I_c + \sqrt{I_c I_\Phi}}{\delta_\gamma^2 (I_c - I_\Phi)^2}; \quad t_\Phi = u_\gamma^2 \frac{I_\Phi + \sqrt{I_c I_\Phi}}{\delta_\gamma^2 (I_c - I_\Phi)^2}. \quad (4.57)$$

Подчеркнем, что входящая в эти равенства величина  $\delta_\gamma$  выражена в долях единицы.

С помощью формул (4.57) искомую продолжительность измерений препарата с фоном  $t_c$  и фона  $t_\Phi$  находят следующим образом. Грубо измеряют в течение 1 мин скорость счета препарата с фоном и фона.

Значения  $I_c$ ,  $I_\phi$ , а также  $u_\gamma$ , соответствующее выбранному уровню доверительной вероятности  $\gamma$ , и заданное  $\delta_\gamma$  подставляют в формулы (4.57). Вычисленные значения  $t_c$  и  $t_\phi$  округляют до целого числа минут (обычно с избытком) и производят точные измерения в течение этих периодов времени. Если полученное расчетное время измерения достаточно велико, то можно разбить его на несколько промежутков равной величины. (Конечно, в отсутствие других источников погрешностей, кроме статистического характера распада и колебаний фона, увеличение числа измерений при сохранении их общей продолжительности не будет влиять на точность результатов. Тем не менее, такое разбиение может оказаться полезным хотя бы для проверки пуассоновского характера распределения результатов.) В том, что препарат измерен с заданной точностью, можно убедиться, обрабатывая результаты измерений по формуле (4.56).

**Пример 28.** В результате предварительного определения скорости счета препарата с фоном и фона были получены значения  $I_c = 1300$  имп/мин и  $I_\phi = 47$  имп/мин. Рассчитаем продолжительность измерений препарата с фоном и фона, необходимую для того, чтобы относительная флуктуация скорости счета препарата при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышала 3%.

Подставляя  $I_c, I_\phi, \delta_{0,95} = 0,03$  и  $u_{0,95} = 1,96$  в формулы (4.57), находим:

$$t_c = 1,96^2 \frac{1300 + \sqrt{1300 \cdot 47}}{0,03^2 (1300 - 47)^2} = 3,84 \frac{1300 + 247}{9 \cdot 10^{-4} \cdot 1,57 \cdot 10^8} = 4,2 \text{ мин} \approx 5 \text{ мин};$$

$$t_\phi = 1,96^2 \frac{47 + \sqrt{1300 \cdot 47}}{0,03^2 (1300 - 47)^2} = 3,84 \frac{47 + 247}{9 \cdot 10^{-4} \cdot 1,57 \cdot 10^8} = 0,8 \text{ мин} \approx 1 \text{ мин}.$$

Условия этого примера соответствуют данным, которые были приведены в примере 26 ( $I_c = 1309$  имп/мин,  $I_\phi = 45$  имп/мин). Там же было показано, что при таких значениях скоростей счета препарата с фоном и фона и продолжительности измерений  $t_c = 3$  мин и  $t_\phi = 5$  мин относительная квадратическая флуктуация скорости счета препарата  $v$  составляет 1,7% (и, следовательно,  $\delta_{0,95} = 1,96 v = 3,3\%$ ). Теперь мы видим, что оптимальный выбор продолжительности измерений позволяет достичь более высокой точности (3%) и снизить общее время измерения с 8 до 6 мин.

При выборе оптимальной продолжительности измерений удобно пользоваться графиками либо таблицами, где приводится общее число импульсов  $N$ , которое должно быть зарегистрировано при измерении препарата с фоном и фона в зависимости от заданной точности результата и от отношения скорости счета препарата с фоном к скорости счета фона.

В табл. П.12 табулированы величины  $N_c$  и  $N_\phi$  для различных значений  $I_c/I_\phi$  и относительных погрешностей при 95%-ной доверительной вероятности. Выбор продолжительности измерений с помощью подобных таблиц осуществляют так. Предварительно измеряют в течение одной минуты скорости счета препарата с фоном и фона и находят отношение  $I_c/I_\phi$ . Затем из таблицы определяют общее число импульсов при измерении препарата с фоном и фона, которое должно быть зарегистрировано при заданной величине относительной флуктуации ско-

рости счета. Разделив найденное в таблице общее число импульсов на величину скорости счета, получают искомую продолжительность измерений.

**Пример 29.** На основании данных примера 28 рассчитаем значения  $t_c$  и  $t_\phi$  с помощью табл. П.12.

Имеем:  $I_c = 1300$  имп/мин,  $I_\phi = 47$  имп/мин,  $\delta_{0,95} = 3\%$ .

Отношение скорости счета препарата с фоном к скорости счета фона равно

$$I_c/I_\phi = 1300/47 \approx 3)$$

Из табл. П.12 для  $I_c/I_\phi = 30$  и  $\delta_{0,95} = 3\%$  находим:  $N_c = 5400$  имп,  $N_\phi = 40$  имп. Отсюда (как и в предыдущем примере)

$$t_c = \frac{5400}{1300} = 4,2 \approx 5 \text{ мин};$$

$$t_\phi = \frac{40}{47} = 0,9 \approx 1 \text{ мин}.$$

В специальной литературе часто приводятся графики и таблицы, предназначенные для определения суммарного числа импульсов, которое обеспечивает требуемую точность регистрации. Однако следует иметь в виду, что все эти графики и таблицы построены в предположении, что задана относительная квадратическая флуктуация, а не относительная флуктуация, соответствующая доверительной вероятности  $\gamma$ . При пользовании такими графиками и таблицами доставляемые ими значения  $N_c$  и  $N_\phi$  необходимо умножить на  $u_\gamma^2$  (при  $\gamma = 0,95$   $u_\gamma = 1,96$  и  $u_\gamma^2 = 3,84 \approx 4$ ).

### 3. ФУНКЦИЯ ДЛЯ ВЫБОРА ОПТИМАЛЬНОГО РЕЖИМА РАБОТЫ РАДИОМЕТРИЧЕСКОЙ АППАРАТУРЫ

Если счетная характеристика используемого детектора не имеет плато (как это бывает, например, при работе со сцинтилляционными счетчиками), то возникает задача выбора рабочего режима, который обеспечивал бы оптимальность регистрации излучения. Эта задача осложняется тем, что само понятие оптимального режима часто определяется неоднозначно. Рассмотрим наиболее общий подход к проблеме выбора оптимальных условий работы радиометрической аппаратуры.

В экспериментальной работе стремятся получить результаты с наибольшей точностью, которая может быть достигнута при данных условиях эксперимента. Поэтому представляется естественным принять за оптимальный такой режим работы счетчика, при котором (при фиксированном общем времени измерения препарата с фоном и фона) погрешность измерения скорости счета препарата за вычетом фона была бы минимальна. Если продолжительности измерения препарата с фоном  $t_c$  и фона  $t_\phi$  выбраны в соответствии с формулами (4.57), то общее время измерения равно

$$t = t_c + t_\phi = \frac{u_\gamma^2}{\delta_\gamma^2} \frac{I_c + 2\sqrt{I_c I_\phi} + I_\phi}{(I_c - I_\phi)^2} = \frac{u_\gamma^2}{\delta_\gamma^2} \frac{1}{(\sqrt{I_c} - \sqrt{I_\phi})^2}, \quad (4.58)$$

откуда

$$\frac{u_{\gamma}^2}{\delta_{\gamma}^2 t} = (\sqrt{I_c} - \sqrt{I_{\Phi}})^2. \quad (4.59)$$

Это выражение связывает относительную флуктуацию скорости счета препарата за вычетом фона  $\delta_{\gamma}$  и общую продолжительность измерений препарата с фоном и фона  $t$  с суммарной скоростью счета препарата вместе с фоном  $I_c$  и скоростью счета фона  $I_{\Phi}$  ( $u_{\gamma}$  — постоянный коэффициент, соответствующий принятому уровню доверительной вероятности  $\gamma$ ).

Для выбора оптимального режима работы радиометрической аппаратуры используют функцию

$$K = (\sqrt{I_c} - \sqrt{I_{\Phi}})^2. \quad (4.60)$$

Рассчитывают величину  $K$  для разных режимов и выбирают в качестве рабочего тот режим, при котором  $K$  достигает максимума. Достоинством функции оптимизации  $K$  является ее универсальность: как видно из сопоставления (4.59) и (4.60), при максимальном значении  $K$  обеспечивается минимальная погрешность в определении  $I$  при заданной общей продолжительности измерений и, наоборот, минимальное общее время измерения при заданной погрешности.

Заметим, что функция  $I^2 / I_{\Phi}$  (с нахождением максимума этой функции связывают иногда отыскание оптимального порога дискриминации сцинтилляционных детекторов) — частный случай функции оптимизации  $K$ ; ее можно получить из (4.58) при условии  $I \ll I_{\Phi}$  ( $I_c \approx I_{\Phi}$ ).

**Пример 30.** При постоянном коэффициенте усиления и напряжении на ФЭУ искали оптимальное значение порога дискриминации для сцинтилляционного счетчика. Полученные при этом данные представлены в табл. 13.

Т а б л и ц а 13

Зависимость скорости счета от уровня дискриминации

Уровень дискриминации, $u_d$ , В	Скорость счета препарата вместе с фоном, $I_c$ , имп/мин	Скорость счета фона $I_{\Phi}$ , имп/мин
5	10 070	1301
6	8 155	357
7	8 064	315
8	7 495	338

Определим оптимальный порог дискриминации. По формуле (4.60) находим:

$$U_d = 5В \quad K = (\sqrt{10070} - \sqrt{1301})^2 = (100,3 - 36,1)^2 = 4122;$$

$$U_d = 6В \quad K = (\sqrt{8155} - \sqrt{357})^2 = (90,3 - 18,9)^2 = 5098;$$

$$U_d = 7В \quad K = (\sqrt{8064} - \sqrt{315})^2 = (89,8 - 17,8)^2 = 5184;$$

$$U_d = 8В \quad K = (\sqrt{7495} - \sqrt{338})^2 = (86,6 - 18,4)^2 = 4651.$$

Таким образом, в качестве оптимального (рабочего) значения порога дискриминации следует выбрать  $U_d = 7В$ .

## § 5. Оценка параметров линейной зависимости методами регрессионного анализа

Нередко возникают задачи определения объективных значений постоянных  $a, b, c, \dots$  в аналитическом выражении функции, которое ищут на основании экспериментальных данных. Для решения подобных задач наиболее часто используют специальный вычислительный прием, называемый методом наименьших квадратов (при этом предполагается, что вид функциональной зависимости известен). Однако, как было показано ранее, мало определить какую-либо физическую величину, необходимо еще оценить погрешность полученного значения. Сочетание метода наименьших квадратов с математико-статистическими методами оценки получило название *регрессионного анализа*. В этом разделе будет рассмотрен простейший случай регрессионного анализа — построение линейного уравнения для одной независимой переменной.

Пусть имеется совокупность экспериментальных значений величины  $y$  в зависимости от величины  $x$ :

$$\begin{array}{l} x: \quad x_1 \quad x_2 \quad x_3 \quad \dots \quad x_m \\ y: \quad y_1 \quad y_2 \quad y_3 \quad \dots \quad y_m \end{array}$$

Предположим, известно, что связь между величинами  $x$  и  $y$  можно выразить линейным уравнением

$$y = a + bx. \quad (4.61)$$

При подстановке экспериментальных значений  $x_i$  и  $y_i$  в уравнение (4.61) правая часть практически всегда будет отличаться от левой. Таким образом, по значениям, полученным для нескольких экспериментальных точек, можно написать соотношения:

$$\begin{aligned} y_1 - a - bx_1 &= \varepsilon_1; \\ y_2 - a - bx_2 &= \varepsilon_2; \\ &\dots \dots \dots \\ y_m - a - bx_m &= \varepsilon_m. \end{aligned}$$

Величины отклонений  $\varepsilon_i$  зависят как от случайных погрешностей измерений, так и от выбора определенных значений параметров  $a$  и  $b$  (коэффициентов регрессии). Наиболее вероятные значения коэффициентов регрессии получаются при условии, что сумма квадратов отклонений будет наименьшей,  $\sum_{i=1}^m \varepsilon_i^2 = \min$ , т. е.

$$\sum_{i=1}^m (y_i - a - bx_i)^2 = \min \quad (4.62)$$

Поскольку условиям минимума отвечают специальным образом выбранные значения параметров  $a$  и  $b$ , можно взять соответствующие производные и приравнять их к нулю:

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial}{\partial a} \left[ \sum_{i=1}^m (y_i - a - bx_i)^2 \right] &= \sum_{i=1}^m 2(y_i - a - bx_i)(-1) = 0 \\ \frac{\partial}{\partial b} \left[ \sum_{i=1}^m (y_i - a - bx_i)^2 \right] &= \sum_{i=1}^m 2(y_i - a - bx_i)(-x_i) = 0 \end{aligned} \right\} \quad (4.63)$$

Тем самым определено наилучшее значение величин  $a$  и  $b$ , и как постоянные они могут быть вынесены теперь за знак суммы; выполняя несложные преобразования, находим:

$$\left. \begin{aligned} \sum_{i=1}^m y_i - ma - b \sum_{i=1}^m x_i &= 0 \\ \sum_{i=1}^m x_i y_i - a \sum_{i=1}^m x_i - b \sum_{i=1}^m x_i^2 &= 0 \end{aligned} \right\} \quad (4.64)$$

Решая систему уравнений (4.64) относительно  $a$  и  $b$ , приходим к следующим соотношениям:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^m y_i \sum_{i=1}^m x_i^2 - \sum_{i=1}^m x_i \sum_{i=1}^m x_i y_i}{m \sum_{i=1}^m x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^m x_i \right)^2}, \quad (4.65)$$

$$b = \frac{m \sum_{i=1}^m x_i y_i - \sum_{i=1}^m x_i \sum_{i=1}^m y_i}{m \sum_{i=1}^m x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^m x_i \right)^2}, \quad (4.66)$$

где  $m$  — число экспериментальных точек, каждой из которых соответствует эмпирическая величина  $y_i = f(x_i)$ .

Если подставить значения  $a$  и  $b$ , которые были рассчитаны по формулам (4.65) и (4.66), в (4.61), то можно найти значения  $\hat{y}_i$ , предсказываемые линейным уравнением, полученным по методу наименьших квадратов. Дисперсия, характеризующая рассеяние экспериментальных значений  $y_i$  относительно соответствующих точек на прямой  $\hat{y}_i$ , определяется выражением

$$s_0^2 = \frac{\sum_{i=1}^m (y_i - \hat{y}_i)^2}{m-2}, \quad (4.67)$$

а дисперсии коэффициентов регрессии — выражениями

$$s_a^2 = \frac{s_0^2 \sum_{i=1}^m x_i^2}{m \sum_{i=1}^m x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^m x_i \right)^2}, \quad (4.68)$$

$$s_b^2 = \frac{s_0^2 m}{m \sum_{i=1}^m x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^m x_i \right)^2}. \quad (4.69)$$

Зная величины  $s_a^2$  и  $s_b^2$ , можно оценить погрешность значений  $a$  и  $b$  при доверительной вероятности  $\gamma$ :

$$\Delta_{\gamma(a)} = t_{\gamma} s_a, \quad (4.70)$$

$$\Delta_{\gamma(b)} = t_{\gamma} s_b, \quad (4.71)$$

где  $t_{\gamma}$  — доверительные границы распределения Стьюдента при числе степеней свободы  $f = m - 2$  (см. табл. П.10).

При обработке материала методом наименьших квадратов исходные данные и результаты промежуточных расчетов удобно записывать так, как показано в табл. 14. В этой таблице три последних столбца служат для проверки правильности расчета сумм. Для каждой строки таблицы должно выполняться равенство

$$(x_i + y_i)^2 = x_i^2 + 2x_i y_i + y_i^2, \quad (4.72)$$

а для всей таблицы в целом — равенства

$$\sum_{i=1}^m (x_i + y_i) = \sum_{i=1}^m x_i + \sum_{i=1}^m y_i \quad (4.73)$$

и

$$\sum_{i=1}^m (x_i + y_i)^2 = \sum_{i=1}^m x_i^2 + 2 \sum_{i=1}^m x_i y_i + \sum_{i=1}^m y_i^2. \quad (4.74)$$

Чтобы убедиться в правильности вычисления коэффициентов  $a$  и  $b$  пользуются соотношением

$$\bar{y} = a + b\bar{x}. \quad (4.75)$$

[Заметим, что при вычислении значений  $\bar{x}$  и  $\bar{y}$  необходимо брать на одну — две значащие цифры больше, чем в значениях  $x$  и  $y$ , иначе из-за ошибок округления равенство (4.75) не будет выполняться.]

Указанная процедура расчетов целесообразна в процессе обучения, а также в тех случаях, когда вычисления проводятся вручную. Если в распоряжении экспериментатора имеется автоматическая счетная машина, с помощью которой можно суммировать произведения, то получают окончательные значения сумм без записи промежуточных результатов. Для проверки правильности вычислений используют выражения (4.73)—(4.75) либо последнее из них. Форма записи результатов для этого случая показана в табл. 15.

Расположение материала при расчете коэффициентов регрессии методом наименьших квадратов

Номер опыта	$x$	$y$	$x^2$	$xy$	$y^2$	$x+y$	$(x+y)^2$	$x^2+2xy+y^2$
1	$x_1$	$y_1$	$x_1^2$	$x_1y_1$	$y_1^2$	$x_1 + y_1$	$(x_1 + y_1)^2$	$x_1^2 + 2x_1y_1 + y_1^2$
2	$x_2$	$y_2$	$x_2^2$	$x_2y_2$	$y_2^2$	$x_2 + y_2$	$(x_2 + y_2)^2$	$x_2^2 + 2x_2y_2 + y_2^2$
...	..	..	..	..	..	..	..	..
$i$	$x_i$	$y_i$	$x_i^2$	$x_iy_i$	$y_i^2$	$x_i + y_i$	$(x_i + y_i)^2$	$x_i^2 + 2x_iy_i + y_i^2$
...	..	..	..	..	..	..	..	..
$m$	$x_m$	$y_m$	$x_m^2$	$x_my_m$	$y_m^2$	$x_m + y_m$	$(x_m + y_m)^2$	$x_m^2 + 2x_my_m + y_m^2$
Суммы по столбцам	$\sum_{i=1}^m x_i$	$\sum_{i=1}^m y_i$	$\sum_{i=1}^m x_i^2$	$\sum_{i=1}^m x_iy_i$	$\sum_{i=1}^m y_i^2$	$\sum_{i=1}^m (x_i + y_i)$	$\sum_{i=1}^m (x_i + y_i)^2$	—
Среднее	$\bar{x}$	$\bar{y}$	Проверка расчета сумм: $\sum_{i=1}^m x_i + \sum_{i=1}^m y_i = \sum_{i=1}^m (x_i + y_i); \quad \sum_{i=1}^m x_i^2 + 2 \sum_{i=1}^m x_iy_i + \sum_{i=1}^m y_i^2 = \sum_{i=1}^m (x_i + y_i)^2$					
	$\sum_{i=1}^m y_i \sum_{i=1}^m x_i^2$		$\sum_{i=1}^m x_iy_i$		$\sum_{i=1}^m x_i^2$	$a = \frac{(1)}{(3)}$		
	$\sum_{i=1}^m x_i \sum_{i=1}^m x_iy_i$		$\sum_{i=1}^m x_i \sum_{i=1}^m y_i$		$(\sum_{i=1}^m x_i)^2$	$b = \frac{(2)}{(3)}$		
	Разность (1)		Разность (2)		Разность (3)			

Проверка расчета коэффициентов  $a$  и  $b$ :  $\bar{y} = a + b\bar{x}$ .

Сокращенная форма записи при расчете значений  $a$  и  $b$   
методом наименьших квадратов

Номер опыта	$x$	$y$	$x+y$	$\Sigma x = \dots$ $\Sigma x^2 = \dots$ $\Sigma y = \dots$
1	$x_1$	$y_1$	$x_1 + y_1$	Проверка $\Sigma xy = \dots \quad \Sigma(x+y) - \Sigma x - \Sigma y = \dots$ $\Sigma y^2 = \dots \quad \Sigma(x+y)^2 - \Sigma x^2 - 2\Sigma xy - \Sigma y^2 = \dots$
2	$x_2$	$y_2$	$x_2 + y_2$	
$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	
$i$	$x_i$	$y_i$	$x_i + y_i$	
$m$	$x_m$	$y_m$	$x_m + y_m$	
Среднее	$\bar{x}$	$\bar{y}$	—	

$$a \text{ [формула (3.65)]} = \dots$$

$$b \text{ [формула (3.66)]} = \dots$$

$$\text{Проверка: } a + b\bar{x} - \bar{y} = \dots$$

Результаты вычислений при оценке погрешности коэффициентов регрессии представляют в виде табл. 16. С целью проверки правильности расчетов величину

$$(m-2) s_0^2 = \sum_{i=1}^m (y_i - \hat{y}_i)^2$$

находят также по формуле

$$(m-2) s_0^2 = \sum_{i=1}^m y_i^2 - \bar{y} \sum_{i=1}^m y_i - \frac{b}{m} \left( m \sum_{i=1}^m x_i y_i - \sum_{i=1}^m x_i \sum_{i=1}^m y_i \right). \quad (4.76)$$

Такую проверку выполнить легко, поскольку все величины, которые входят в правую часть выражения (4.76), были вычислены ранее (см. табл. 14 или 15).

При обработке материала методом наименьших квадратов (так же, впрочем, как и при выполнении любых других расчетов) следует соблюдать аккуратность в записи результатов вычислений. Небрежная запись часто является источником ошибок в расчетах. Совершенно необходимо проверять правильность вычислений. Надо привыкнуть к мысли, что если расчет проведен однократно, без проверки, то он попросту не выполнен. Результаты таких расчетов ни в коем случае нельзя использовать в работе.

**Пример 31.** При определении давлений насыщенного пара  $^{131}\text{Вг}$  радиометрическим методом с использованием  $^{131}\text{Вг}$  были получены следующие данные:

$T$ , К	288,7	293,3	297,9	301,4	305,6	309,6
$p$ , мм рт. ст.	3,98	6,53	9,43	11,5	16,4	24,2

Рассчитаем методом наименьших квадратов зависимость вида  $\lg p = a + \frac{b}{T}$  и оценим погрешности коэффициентов  $a$  и  $b$  для 95%-ной доверительной вероятности.

**Расположение материала при вычислении погрешности  
коэффициентов регрессии**

Номер опыта	$u$	$bx$	$\hat{y}=a+bx$	$y-\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$
1	$y_1$	$bx_1$	$a+bx_1$	$y_1-\hat{y}_1$	$(y_1-\hat{y}_1)^2$
2	$y_2$	$bx_2$	$a+bx_2$	$y_2-\hat{y}_2$	$(y_2-\hat{y}_2)^2$
·	·	·	·	·	·
$i$	$y_i$	$bx_i$	$a+bx_i$	$y_i-\hat{y}_i$	$(y_i-\hat{y}_i)^2$
·	·	·	·	·	·
$m$	$y_m$	$bx_m$	$a+bx_m$	$y_m-\hat{y}_m$	$(y_m-\hat{y}_m)^2$
Сумма					$\sum_{i=1}^m (y_i-\hat{y}_i)^2$

$$\text{Проверка: } \sum_{i=1}^m y_i^2 - \bar{y} \sum_{i=1}^m y_i - \frac{b}{m} \left( m \sum_{i=1}^m x_i y_i - \sum_{i=1}^m x_i \sum_{i=1}^m y_i \right) = \sum_{i=1}^m (y_i - \hat{y}_i)^2$$

$$s_0^2 \text{ (формула 4.67)} = \dots$$

$$s_a^2 \text{ (формула 4.68)} = \dots$$

$$s_0^2 \sum_{i=1}^m x_i^2 = \dots$$

$$s_b^2 \text{ (формула 4.69)} = \dots$$

$$s_0^2 m = \dots$$

$$t_\gamma \text{ (табл. П. 10)} = \dots$$

$$\Delta_{\gamma(a)} \text{ (формула 4.70)} = \dots$$

$$\Delta_{\gamma(b)} \text{ (формула 4.71)} = \dots$$

Будем проводить вычисления в соответствии со схемами, указанными в табл. 14 и 16. В качестве независимой переменной возьмем величину  $x = \frac{1}{T} \times \times 10^3$ , а в качестве зависимой переменной — величину  $y = \lg r$ . Процедура обработки линейной зависимости  $y = a + bx$  методом наименьших квадратов показана в табл. 17.

При вычислении значений  $x^2$ ,  $xy$  и их сумм, а также произведений, которые входят в формулу (4.65) и (4.66), результаты ни в коем случае нельзя округлять. Это связано с тем, что разности в числителе и знаменателе этих формул могут оказаться весьма малыми, и в таком случае погрешности округления сильно исказят значения коэффициентов  $a$  и  $b$ . Не допускается округления и значений  $y^2$ ,  $(x+y)^2$  и их сумм, необходимых для проверки правильности вычислений. При расчете коэффициентов  $a$  и  $b$  первоначально берут несколько «лишних» значащих цифр, что также необходимо для проверки правильности расчетов по формулам (4.75) и (4.76). (Впрочем до тех пор, пока не определена погрешность значений  $a$  и  $b$ , все равно остается неясным, каким количеством значащих цифр можно ограничиться при записи результатов обработки материала.)

Рассчитывая погрешности коэффициентов  $a$  и  $b$ , обычно берут не более двух значащих цифр. В нашем примере найдено  $\Delta_{0,95(a)} = 1,3$ ,  $\Delta_{0,95(b)} = 0,38$ . После этого значения коэффициентов  $a$  и  $b$  записывают таким образом, чтобы последняя значащая цифра соответствовала младшему разряду погрешности. Ищем:  $a = 11,8 \pm 1,3$ ,  $b = -3,23 \pm 0,38$ .

Таблица 17

## Обработка экспериментальных данных методом наименьших квадратов

Номер опыта	$x = \frac{1}{T} \cdot 10^3$	$y = \lg p$	$x^2$	$xy$	$y^2$	$x+y$	$(x+y)^2$	$x^2+2xy+y^2$	$b_x$	$\hat{y}=a+bx$	$y-\hat{y}$	$(y-\hat{y})^2$	
1	3,46	0,60	11,9716	2,0760	0,3600	4,06	16,4836	16,4836	-11,18	0,61	-0,01	0,0001	
2	3,41	0,81	11,6281	2,7621	0,6561	4,22	17,8084	17,8084	-11,01	0,78	0,03	0,0009	
3	3,36	0,97	11,2896	3,2592	0,9409	4,33	18,7489	18,7489	-10,85	0,94	0,03	0,0009	
4	3,32	1,06	11,0224	3,5192	1,1236	4,38	19,1844	19,1844	-10,72	1,07	-0,01	0,0001	
5	3,27	1,21	10,6929	3,9567	1,4641	4,48	20,0704	20,0704	-10,56	1,23	-0,02	0,0004	
6	3,23	1,38	10,4329	4,4574	1,9044	4,61	21,2521	21,2521	-10,43	1,36	0,02	0,0004	
Суммы по столбцам	20,05	6,03	67,0375	20,0306	6,4491	26,08	113,5478	—	—	—	—	0,0028	
Среднее	3,3417	1,005	Проверка: $20,05 + 6,03 = 26,08$ $67,0375 + 2 \cdot 20,0306 + 6,4491 = 113,5478$						Проверка: $6,4491 - 1,005 \cdot 6,03 =$ $\frac{(-3,2265)(-0,7179)}{6} = 0,0028$				

$$\Sigma y \Sigma x^2 = 404,236125$$

$$m \Sigma xy = 120,1836$$

$$m \Sigma x^2 = 402,2250$$

$$\Sigma x \Sigma xy = 401,613530$$

$$\Sigma x \Sigma y = 120,9015$$

$$(\Sigma x)^2 = 402,0025$$

$$\frac{2,622595}{0,2225}$$

$$\frac{-0,7179}{0,2225}$$

$$\frac{0,2225}{0,2225}$$

$$a = \frac{2,622595}{0,2225} = 11,787$$

$$b = \frac{-0,7179}{0,2225} = -3,2265$$

$$\text{Проверка: } a + b\bar{x} = 11,787 - 3,2265 \cdot 3,3417 = 11,787 - 10,782 = 1,005 = \bar{y}$$

$$s_0^2 = 0,0007$$

$$s_0^2 \Sigma x^2 = 0,0469$$

$$s_0^2 m = 0,0042$$

$$s_a^2 = \frac{0,0469}{0,2225} = 0,2108; s_a = 0,467$$

$$s_b^2 = \frac{0,0042}{0,2225} = 0,0189; s_b = 0,138$$

$$t_{0,95}(4) = 2,78$$

$$\Delta_{0,95(a)} = 2,78 \cdot 0,467 = 1,3$$

$$\Delta_{0,95(b)} = 2,78 \cdot 0,138 = 0,38$$

Итак, нами получено уравнение

$$y = (11,8 \pm 1,3) - (3,23 \pm 0,38)x.$$

Подставляя сюда  $y = \lg p$  и  $x = \frac{1}{T} \cdot 10^3$ , находим искомое уравнение:

$$\lg p = (11,8 \pm 1,3) - \frac{(3230 \pm 380)}{T}.$$

## § 6. Обработка результатов эксперимента

При проведении работ с использованием радиоактивных индикаторов следует иметь в виду, что систематические и случайные погрешности, возникающие на различных этапах эксперимента, могут значительно превышать как погрешности, обусловленные статистическим характером распада, так и суммарные погрешности радиометрических определений. Возможны также погрешности, которые в экспериментах, проводимых в строго одинаковых условиях, выступают как систематические, а при варьировании условий эксперимента — как случайные (о переходе систематических погрешностей в случайные говорилось в § 1, 1 этой главы). Объективная оценка точности и надежности получаемых данных может быть найдена только в результате повторения всего эксперимента в несколько различающихся условиях (например, при определении растворимости следует варьировать время контакта осадка с раствором, условия разделения фаз, величину удельной активности исходного меченого соединения и т. п.). На основании результатов параллельных экспериментов рассчитывают среднее и дисперсию (см. гл. 4, § 1, 3) и находят погрешность среднего арифметического при заданной доверительной вероятности (см. гл. 4, § 3, 1). Если параллельные опыты выполняются в одних и тех же условиях, то нужно иметь в виду, что получаемая на основании этих данных оценка точности будет характеризовать лишь минимальный уровень рассеяния значений определяемой величины.

В тех случаях, когда невозможно повторение всего эксперимента от начала до конца, выполняют параллельные определения на отдельных этапах работы и оценивают точность окончательного результата с помощью закона накопления погрешностей (см. § 4, 1 этой главы). При этом погрешность результата косвенных измерений также может оказаться заниженной, если не были учтены какие-либо источники рассеяния. Тем не менее оценка погрешности результата на основании закона накопления погрешностей бывает очень полезна, так как позволяет выявить те экспериментальные операции, которые приводят к наиболее значительному рассеянию результатов. Чтобы снизить погрешность результата косвенных измерений, при выполнении этих операций следует увеличивать число параллельных либо добиваться уменьшения погрешностей отдельного измерения путем усовершенствования методики работы. Закон накопления погрешностей целесообразно использовать и на стадии планирования эксперимента, когда предстоит выбрать методику, которая давала бы наиболее точные результаты.

**Пример 32.** Оценим точность, с которой может быть найдена абсолютная активность препарата по результатам измерения его регистрируемой активности на установке с цилиндрическим счетчиком Гейгера—Мюллера. Геометрический коэффициент установки определен с помощью стандартного препарата, абсолютная активность которого известна. Измеряемый и стандартный препараты содержат различные  $\beta$ -радиоактивные изотопы с простыми схемами распада. Эффектами самоослабления и обратного рассеяния можно пренебречь.

Сравним полученный результат с точностью определения абсолютной активности методом относительных измерений.

Если с помощью счетчика Гейгера—Мюллера определена регистрируемая активность (скорость счета)  $\beta$ -радиоактивного препарата с простой схемой распада, причем известно, что поправками на самоослабление и обратное рассеяние можно пренебречь, то абсолютную активность этого препарата можно найти по формуле

$$a = \frac{I}{2,22 \cdot 10^6 \eta k},$$

где  $\eta$  — геометрический коэффициент;  $k$  — поправочный коэффициент ослабления  $\beta$ -излучения. При экспериментальном определении геометрического коэффициента (в предположении, что соблюдаются условия, для которых справедливо предыдущее выражение) используют формулу

$$\eta = \frac{I_{ст}}{a_{ст}(\text{расп/мин}) k_{ст}} = \frac{I_{ст}}{2,22 \cdot 10^6 a_{ст}(\text{мкКи}) k_{ст}}.$$

Здесь  $I_{ст}$ ,  $a_{ст}$ ,  $k_{ст}$  — соответственно регистрируемая активность, абсолютная активность и поправочный коэффициент ослабления  $\beta$ -излучения стандартного препарата. Комбинируем выражения для  $a$  и  $\eta$ , находим

$$a = \frac{I}{I_{ст}} \frac{k_{ст}}{k} a_{ст}.$$

На основании (4.52) и (4.53) можно записать выражение для относительной погрешности рассматриваемой функции. Если исходить из относительных погрешностей, соответствующих 95%-ной доверительной вероятности,  $\delta = \delta_{0,95}$ , то в соответствии с законом накопления погрешностей имеем

$$\delta_a^2 = \delta_I^2 + \delta_{I_{ст}}^2 + \delta_{k_{ст}}^2 + \delta_k^2 + \delta_{a_{ст}}^2.$$

Зададимся разумными значениями относительных погрешностей  $\delta$ . Будем полагать, что при регистрации активности отсутствуют погрешности, не связанные со статистическим характером распада, и что относительные флуктуации скоростей счета  $I$  и  $I_{ст}$  при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышают 3%,  $\delta_I = \delta_{I_{ст}} = 0,03$ . (В примере 28 было показано, что такая относительная флуктуация имеет место хотя бы в том случае, когда суммарная скорость счета препарата с фоном равняется 1300 имп/мин при  $I_{ф} \approx 50$  имп/мин, если продолжительность измерения препарата с фоном составляет 5 мин, а продолжительность измерения фона 1 мин.) Относительные погрешности определения поправочных коэффициентов ослабления с помощью эмпирического графика или (при малых относительных толщинах поглотителя) экспоненциальной зависимости примем равными  $\delta_k = \delta_{k_{ст}} = 0,15$ . Если абсолютную активность стандартного препарата устанавливали с помощью 4  $\pi$ -счетчика, то можно полагать, что относительная погрешность величины  $a_{ст}$ , такая же, как и относительные погрешности измерения скоростей счета, например,  $\delta_{a_{ст}} = 0,03$ . Используя эти значения, получим

$$\begin{aligned} \delta_a &= \sqrt{0,03^2 + 0,03^2 + 0,15^2 + 0,15^2 + 0,03^2} = \\ &= \sqrt{0,0009 + 0,0009 + 0,0225 + 0,0225 + 0,0009} = \sqrt{0,0477} = 0,22; \quad \gamma = 0,95. \end{aligned}$$

Мы нашли, что относительная погрешность определения абсолютной активности рассматриваемым методом при 95%-ной доверительной вероятности со-

ставляет 22%. При измерении абсолютной активности препарата, содержащего изотоп со сложной схемой распада, величина  $\delta_a$  будет еще больше. Как видно из выполненного расчета, основной вклад в величину  $\delta_a$  вносят погрешности, связанные с определением поправочных коэффициентов ослабления  $\delta_R$  и  $\delta_{R_{ст}}$ . Погрешности, связанные с определением  $I$ ,  $I_{ст}$  и  $a_{ст}$ , вносят незначительный вклад в погрешность результата косвенных измерений: даже если положить  $\delta_I = \delta_{I_{ст}} = \delta_{a_{ст}} = 0,07$ , то  $\delta_a$  возрастет всего до 24%. Следовательно, при использовании этого метода не имеет смысла стремиться к значительному снижению погрешностей прямых радиометрических определений; в большинстве случаев можно проводить измерения каждого образца продолжительностью по 1 мин.

Обратимся теперь к методу относительных измерений. Если стандартный препарат, активность которого  $a_{ст}$  известна, и препарат, активность которого  $a$  предстоит определить, содержат одинаковые изотопы, то

$$a = \frac{I}{I_{ст}} a_{ст},$$

где  $I$  и  $I_{ст}$  — регистрируемые активности. В соответствии с законом накопления погрешностей

$$\delta_a^2 = \delta_I^2 + \delta_{I_{ст}}^2 + \delta_{a_{ст}}^2,$$

т. е. погрешность величины  $a$  зависит только от погрешностей прямых радиометрических определений. Пусть, как и прежде,  $\delta_I = \delta_{I_{ст}} = \delta_{a_{ст}} = 0,03$ , тогда  $\delta_a = \sqrt{0,0009 + 0,0009 + 0,0009} = \sqrt{0,0027} = 0,05$ ;  $\gamma = 0,95$ . В этом случае уже не безразлично, с какой точностью найдены значения  $I$ ,  $I_{ст}$  и  $a_{ст}$ . Если, например, положить  $\delta_I = \delta_{I_{ст}} = \delta_{a_{ст}} = 0,07$ , то погрешность величины  $a$  возрастет с 5 до 12%.

Когда определяющими являются погрешности радиометрических определений, важно выяснить, отсутствуют ли погрешности, не связанные со статистическим характером радиоактивного распада. Как было показано в § 2 этой главы, такие погрешности могут возникать на самых различных этапах экспериментальной работы; они нарушают пуассоновский характер распределения результатов измерения радиоактивности. Поэтому обязательно проверяют, можно ли считать, что результаты измерения активности распределены по закону Пуассона (см. § 3, 2 этой главы).

Последовательность операций при измерениях может различаться в зависимости от условий проведения эксперимента. Опишем две наиболее характерные ситуации.

1. Измеряется серия препаратов, приготовленных одним и тем же способом на разных стадиях эксперимента или в различных экспериментах. Для проверки гипотезы о пуассоновском характере распределения результатов измерений радиоактивности проводят  $\sim 10$  измерений скорости счета (вместе с фоном) одного из препаратов, каждый раз поворачивая его на некоторый случайный угол. Если с помощью  $\chi^2$ -критерия показано, что нет оснований отвергнуть предположение о распределении результатов в соответствии с законом Пуассона, то для остальных препаратов рассчитывают оптимальную продолжительность измерений, необходимую для того, чтобы при доверительной вероятности  $\gamma$  относительная флуктуация  $\delta_{\gamma(I)}$  не превышала заданной величины (см. § 4, 2 этой главы). Можно поступить иначе — приготовить

препарат с такой скоростью счета, чтобы при фиксированном времени измерения была достигнута требуемая точность регистрации. Скорость счета препарата находят, задавая величиной фона, временем измерения и относительной флуктуацией скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma$ ,  $\delta_\gamma = \delta_{\gamma(t)}$ :

$$I_c = \left( \frac{u_\gamma}{\delta_\gamma \sqrt{t}} + \sqrt{I_\Phi} \right)^2. \quad (4.77)$$

Здесь  $I_c$  — суммарная скорость счета препарата с фоном;  $I_\Phi$  — скорость счета фона;  $u_\gamma$  — коэффициент, соответствующий принятому уровню доверительной вероятности;  $t$  — общая продолжительность измерения, равная сумме времени измерения препарата с фоном  $t_c$  и времени измерения фона  $t_\Phi$  [соотношение между  $t_c$  и  $t_\Phi$  определяется выражением (4.55)].

Формулу (4.77) можно получить, решая уравнение (4.59) относительно  $I_c$ .

**Пример 33.** Предполагается определять растворимость  $\text{SrSO}_4$ , используя изотоп  $^{89}\text{Sr}$ . В распоряжении экспериментатора имеется установка, фон которой равен 50 имп/мин. Рассчитаем с помощью формулы (4.77), какова должна быть скорость счета препарата, приготовленного из насыщенного раствора  $^{89}\text{SrSO}_4$ , если требуется, чтобы относительная флуктуация скорости счета препарата при 95%-ной доверительной вероятности составляла 10%, а общее время измерений препарата с фоном и фона не превышало 2 мин.

Имеем  $\gamma = 0,95$ ;  $\delta_\gamma = 0,10$ ;  $t = 2$  мин,  $I_\Phi = 50$  имп/мин. Из таблиц нормального распределения (например, из табл. 11) находим значение  $u_{0,95} = 1,96$ . Подставляя эти значения в формулу (4.77), получаем

$$I_c = \left( \frac{1,96}{0,10 \sqrt{2}} + \sqrt{50} \right)^2 = 21^2 = 441 \text{ (имп/мин);}$$

$$I = I_c - I_\Phi = 441 - 50 = 391 \approx 400 \text{ имп/мин.}$$

Выполнив измерения регистрируемой активности в течение требуемого времени, рассчитывают погрешности средних значений скоростей счета при доверительной вероятности  $\gamma$ . Если единственным источником рассеяния является статистический характер радиоактивного распада, то погрешности равны (см. § 2; 3,1 и 4,1 этой главы):

$$\Delta_\gamma(I_c) = \pm u_\gamma \frac{\sigma_{\text{пуасс}}(I_c)}{\sqrt{n_c}} = \pm u_\gamma \sqrt{\frac{\bar{I}_c}{n_c t_c}}, \quad (4.78)$$

$$\Delta_\gamma(I_\Phi) = \pm u_\gamma \frac{\sigma_{\text{пуасс}}(I_\Phi)}{\sqrt{n_\Phi}} = \pm u_\gamma \sqrt{\frac{\bar{I}_\Phi}{n_\Phi t_\Phi}}, \quad (4.79)$$

$$\begin{aligned} \Delta_\gamma(I_c - I_\Phi) &= \pm \sqrt{\Delta_\gamma^2(I_c) + \Delta_\gamma^2(I_\Phi)} = \\ &= \pm u_\gamma \sqrt{\frac{\sigma_{\text{пуасс}}^2(I_c)}{n_c} + \frac{\sigma_{\text{пуасс}}^2(I_\Phi)}{n_\Phi}} = \pm u_\gamma \sqrt{\frac{\bar{I}_c}{n_c t_c} + \frac{\bar{I}_\Phi}{n_\Phi t_\Phi}}, \quad (4.80) \end{aligned}$$

где  $n_c$  и  $n_\phi$  — число измерений препарата с фоном и фона. Если  $n_c = n_\phi = n$ , то

$$\Delta_\gamma(I_c - I_\phi) = \pm u_\gamma \sqrt{\frac{\sigma_{\text{пуасс}}^2(I_c) + \sigma_{\text{пуасс}}^2(I_\phi)}{n}}. \quad (4.81)$$

В тех случаях, когда использование критерия  $\chi^2$  показывает, что эмпирическое распределение результатов измерения радиоактивности существенно отличается от распределения Пуассона, нет смысла находить оптимальную продолжительность измерений или готовить препарат с заданной скоростью счета. Достаточно провести несколько (чем больше, тем лучше) измерений каждого препарата и фона продолжительностью по 1 мин. Естественно, что для того препарата, который использовали при проверке пуассоновского характера распределения результатов, дальнейшие измерения проводить не нужно, поскольку для него уже получена достаточно большая выборочная совокупность значений  $I_c$ .

Если присутствуют погрешности, не связанные со статистическим характером распада, то погрешность результата оценивают с помощью  $t$ -распределения на основании выборочного среднего квадратического отклонения  $s_I$  (см. § 3, 1 этой главы):

$$\Delta_\gamma(I_c) = \pm t_{\gamma, f_c} \frac{s_{I_c}}{\sqrt{n_c}}, \quad (4.82)$$

$$\Delta_\gamma(I_\phi) = \pm t_{\gamma, f_\phi} \frac{s_{I_\phi}}{\sqrt{n_\phi}}, \quad (4.83)$$

где  $t_{\gamma, f_c}$  и  $t_{\gamma, f_\phi}$  — доверительные границы распределения Стьюдента при доверительной вероятности  $\gamma$  и числе степеней свободы  $f_c = n_c - 1$  и  $f_\phi = n_\phi - 1$  (см. табл. П.10). Погрешность скорости счета препарата за вычетом фона, соответствующую доверительной вероятности  $\gamma$ , рассчитывают по формуле (см. § 4,1 этой главы)

$$\Delta_\gamma(I_c - I_\phi) = \pm \sqrt{\Delta_\gamma^2(I_c) + \Delta_\gamma^2(I_\phi)}, \quad (4.84)$$

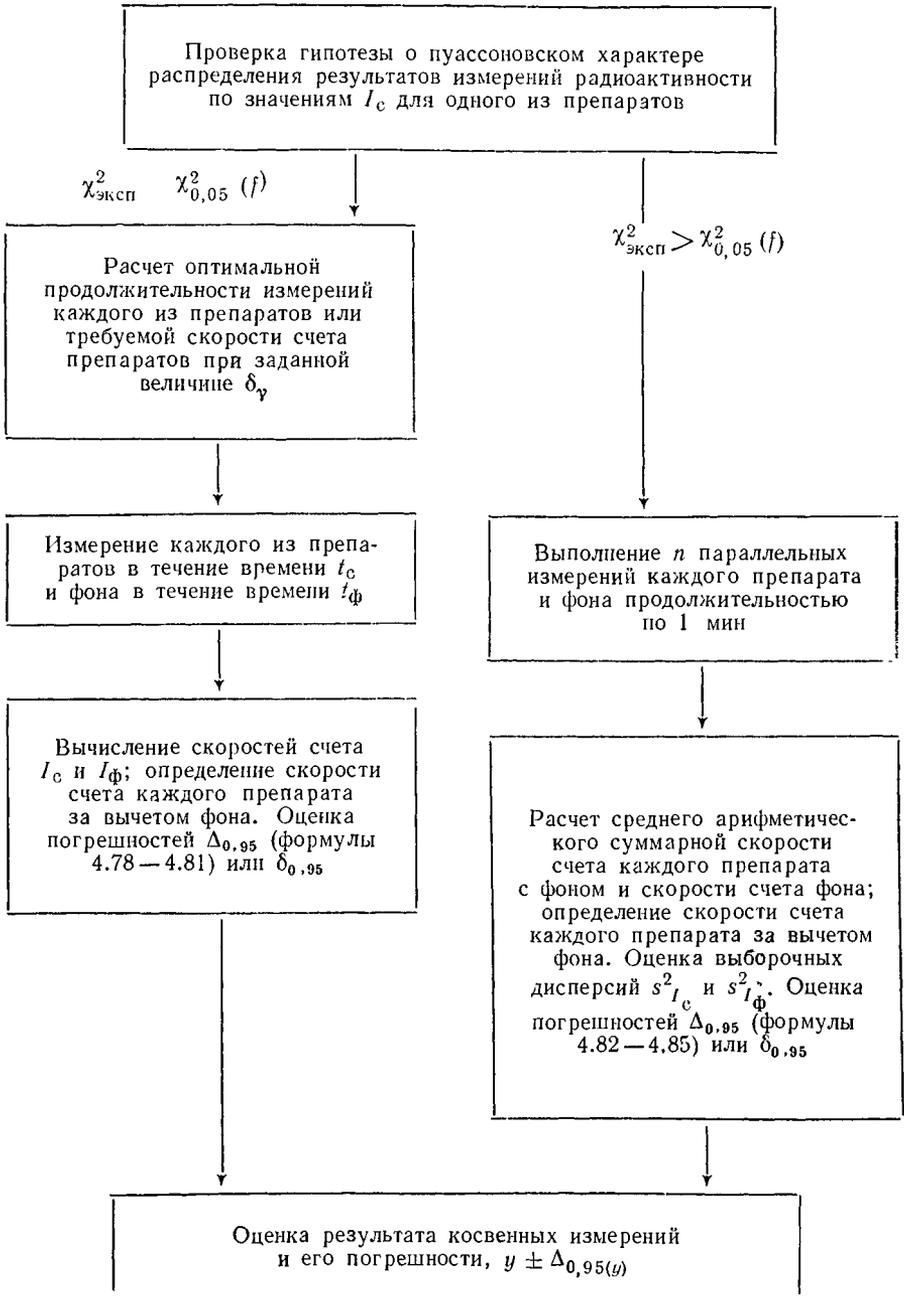
где  $\Delta_\gamma(I_c)$  и  $\Delta_\gamma(I_\phi)$  определяются выражениями (4.82) и (4.83) соответственно. Если число измерений препарата с фоном и фона одинаково, т. е.  $n_c = n_\phi = n$  и  $f_c = f_\phi = f$ , то на основании (4.82)—(4.84)

$$\Delta_\gamma(I_c - I_\phi) = \pm t_{\gamma, f} \sqrt{\frac{s_{I_c}^2 + s_{I_\phi}^2}{n}}. \quad (4.85)$$

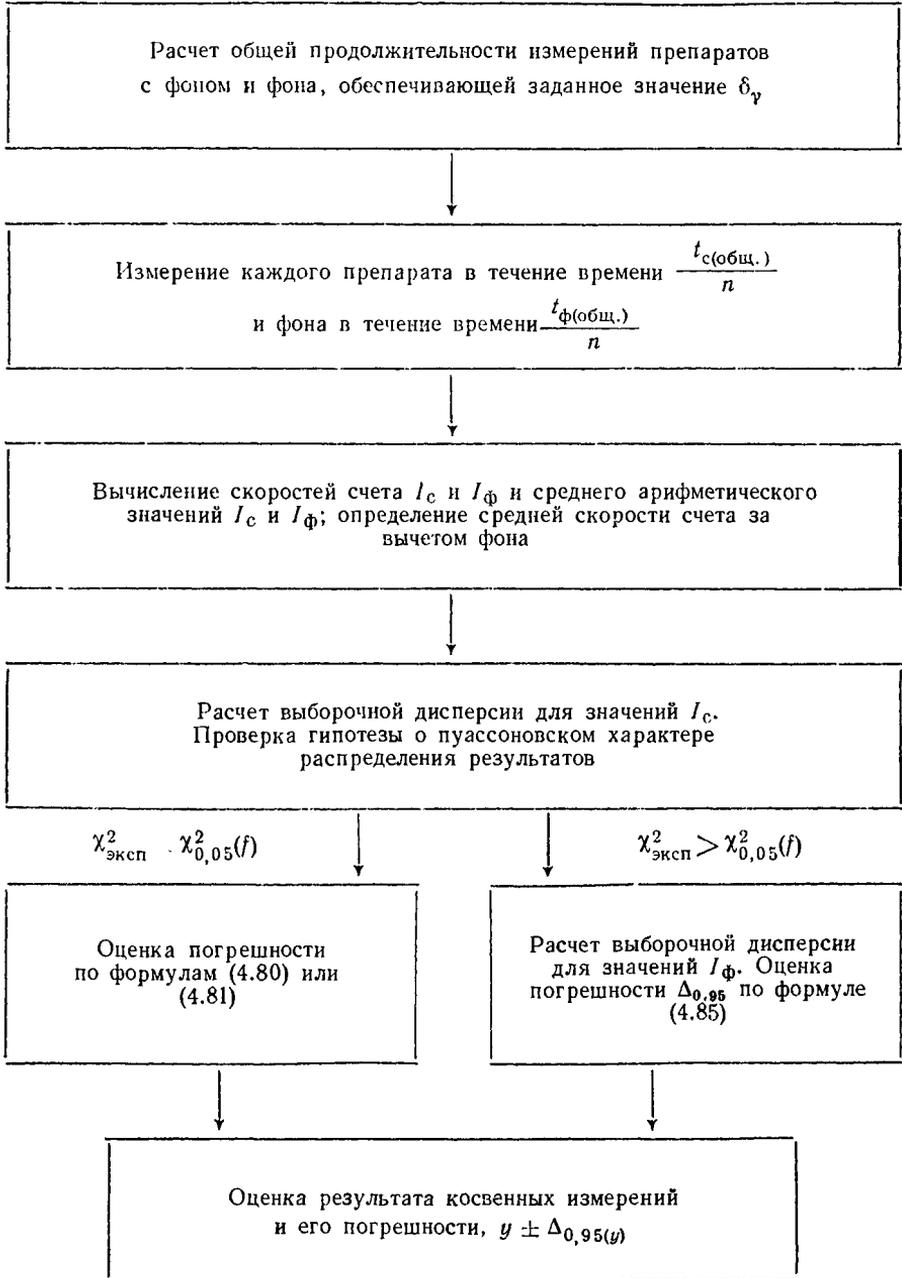
При необходимости по формулам (4.47) — (4.48) оценивают результат косвенных измерений и его погрешность. Окончательные результаты записывают в виде (4.41) с указанием принятого уровня доверительной вероятности  $\gamma$ . Обычно используют  $\gamma = 0,95$ . Иногда рассчитывают относительную погрешность  $\delta_\gamma$ , равную

$$\delta_\gamma = \frac{\Delta_\gamma}{x}. \quad (4.86)$$

Последовательность операций при измерении радиоактивности  
серии препаратов, приготовленных в различных опытах



*Последовательность операций при измерении радиоактивности серии из  $n$  препаратов, приготовленных в одном опыте*



На схеме 1 показана последовательность операций при выполнении радиометрических определений в разобранном случае.

Рассмотрим другую ситуацию.

2. Измеряется серия препаратов, приготовленных  $\bar{x}_3$  в одном и том же опыте. Пусть все препараты приготовлены одним и тем же способом из одинаковых объемов радиоактивного раствора (заметим, что число параллельных препаратов  $n$  должно быть не менее 3). Тогда поступают следующим образом. Рассчитывают оптимальную общую продолжительность измерений  $t_{c(\text{общ})}$  и  $t_{\phi(\text{общ})}$ , при которой обеспечивается требуемое значение относительной флуктуации результата (средней скорости счета препаратов за вычетом фона)  $\delta_{\gamma(t)}$ . Проводят измерение регистрируемой активности каждого препарата в течение времени  $t_c = t_{c(\text{общ})}/n$  и  $n$  измерений фона продолжительностью  $t_{\phi} = t_{\phi(\text{общ})}/n$  каждое. С помощью  $\chi^2$ -критерия проверяют, можно ли считать, что значения  $I_c$  распределены в соответствии с законом Пуассона. Если нет оснований отвергнуть предположение о том, что эмпирическое распределение соответствует пуассоновскому, то оценивают погрешность результата измерений по формулам (4.80) или (4.81). В противном случае для расчета погрешности используют формулу (4.85). На заключительном этапе обработки данных оценивают погрешность результата косвенных измерений. Описанная последовательность операций показана на схеме 2.

Следует иметь в виду, что если препараты готовились из различных объемов радиоактивного раствора или были измерены в различных условиях (разные подложки, геометрические коэффициенты и т. п.), то проверить гипотезу о пуассоновском характере распределения результатов нельзя. В этом случае пересчитывают все результаты к одинаковому объему раствора или одинаковым условиям измерения и оценивают погрешность по формулам (4.82) — (4.85).

## Вопросы

1. Какие погрешности называют систематическими? Случайными? Грубыми? Существуют ли погрешности, которые принципиально невозможно устранить?
2. Перечислите основные типы систематических погрешностей и приведите примеры соответствующих погрешностей.
3. Как проверить, отягощены ли результаты эксперимента систематическими и грубыми погрешностями?
4. Какому закону подчиняется распределение случайных погрешностей? Каковы свойства случайных погрешностей?
5. От чего зависит вид кривых нормального распределения случайных величин?
6. Как оценить вероятность того, что результат отдельного измерения окажется внутри заданного интервала значений?
7. Что такое генеральная и выборочная совокупность? В чем заключается различие между генеральными и выборочными параметрами?
8. По каким формулам рассчитывают выборочное среднее и выборочную дисперсию?
9. В чем проявляется статистический характер радиоактивного распада?
10. Приведите статистический вывод основного закона распада. На каких предположках основан этот вывод?
11. Какому закону подчиняется распределение числа распадающихся ядер? При каких условиях выполняется это распределение? Каковы его свойства?

12. Как определяются абсолютная и относительная квадратическая флуктуация числа импульсов, регистрируемых детектором за время  $t$ , и скорости счета импульсов?

13. С какими источниками рассеяния связаны выборочное среднее квадратическое отклонение и абсолютная квадратическая флуктуация скорости счета импульсов? Можно ли оценить значения этих показателей рассеяния на основании однократного измерения?

14. Почему точечные оценки генеральных параметров нельзя считать вполне определенными?

15. Дайте определение понятий «доверительный интервал», «доверительные границы», «доверительная вероятность», «уровень значимости».

16. Как рассчитать доверительный интервал для генерального среднего, если известно значение генеральной дисперсии? Напишите выражение для интервального оценивания истинного значения скорости счета в предположении, что рассеяние результатов измерений обусловлено лишь статистическим характером распада.

17. Каким образом строится интервальная оценка генерального среднего в тех случаях, когда генеральная дисперсия не известна?

18. Для чего необходимо знать, подчиняются ли результаты измерения радиоактивности распределению Пуассона?

19. Как проверить гипотезу о пуассоновском характере распределения результатов измерения активности?

20. Приведите примеры прямых и косвенных измерений.

21. Какими путями можно рассчитать среднее арифметическое и погрешность результата косвенных измерений?

22. Как оценить погрешность определения скорости счета препарата за вычетом фона?

23. Что принимают за критерий оптимальности при выборе продолжительности измерений препарата с фоном и фона?

24. Как найти оптимальную продолжительность измерений?

25. Что является критерием для выбора оптимального режима работы счетчика?

26. Что такое метод наименьших квадратов? Что такое регрессионный анализ?

27. Выведите формулы для расчета методом наименьших квадратов параметров линейной зависимости  $y = a \pm bx$ .

28. Как оценить погрешность коэффициентов регрессии в случае линейного уравнения с одной независимой переменной?

29. С какой целью целесообразно использовать закон накопления погрешностей на стадии планирования эксперимента? Приведите соответствующие примеры.

30. Опишите примерную последовательность операций (включая выполнение измерений и обработку данных) при определении радиоактивности серии препаратов, приготовленных в различных опытах и в одном опыте.

# Лабораторные работы

## Оформление лабораторных работ

Перед выполнением каждой практической работы в рабочий журнал следует записать цель, а также план проведения предстоящей работы. При составлении плана должны быть выполнены необходимые предварительные расчеты (значения активности, необходимой для проведения работы, кратности разбавления, количеств используемых реагентов и т. д.) Следует отметить, что в рабочем журнале нужно записывать не только конечные результаты, но также и все промежуточные выкладки. Наличие таких записей позволяет в любой момент проверить правильность выполненных расчетов.

В рабочем журнале должны быть приведены основные характеристики (период полураспада, схема распада) каждого изотопа, с которым предполагается проводить исследование. По выполнении каждой работы материал оформляется в виде таблиц, содержащих исходные данные и результаты вычислений; каждая таблица должна иметь название. Полученные по результатам экспериментальной работы графики следует вклеивать в рабочий журнал. В конце каждой работы необходимо привести краткие выводы.

Рассмотрим на конкретном примере, какие расчеты и процедуры приходится осуществлять при планировании и проведении эксперимента методом радиоактивных индикаторов.

Пусть требуется выяснить механизм процесса окисления пропионовой кислоты перманганатом калия в щелочной среде. Известно, что продуктами окисления являются карбонат- и оксалат-ионы, причем на 1 моль исходной кислоты образуется по 1 моль конечных продуктов. Задача состоит в том, чтобы определить, из каких углеродных атомов, входящих в состав пропионовой кислоты  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$ , возникают карбонат- и оксалат-ионы.

Для решения этой задачи можно, например, пометить один из атомов карбоксильной группы в молекуле пропионовой кислоты; в качестве радиоактивной метки целесообразно выбрать изотоп  $^{14}\text{C}$ . Экспериментальная работа будет заключаться в окислении меченой пропионовой кислоты и измерении активности карбоната и оксалата (например, в форме карбоната бария и оксалата кальция).

Вначале рассчитаем активность (общую и удельную) пропионовой кислоты, минимально необходимую для выполнения эксперимен-

та. Максимальная энергия  $\beta$ -излучения  $^{14}\text{C}$  равна 0,158 МэВ. Путем интерполяции значений  $R_{\text{max}}$ , приведенных в табл. П.4, можно найти, что такой энергии соответствует максимальный пробег 20 мг/см<sup>2</sup>. Для измерения  $\beta$ -излучения  $^{14}\text{C}$  удобно использовать торцовый счетчик Гейгера — Мюллера. Толщина осадков  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$  и  $\text{Ca}^{14}\text{C}_2\text{O}_4$  должна быть выше максимального пробега  $\beta$ -излучения, т. е. не менее 20 мг/см<sup>2</sup>. Если принять диаметр препаратов равным 2 см, то масса каждого осадка должна составлять не менее 60 мг. Эта масса соответствует для  $\text{BaCO}_3$  0,3 ммоль, а  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  0,4 ммоль. Для получения такого количества осадков в каждом опыте требуется использовать не менее  $4 \cdot 10^{-4}$  моля  $\text{CH}_3\text{CH}_2^{14}\text{COOH}$ .

Минимально необходимую величину общей активности найдем исходя из следующих предположений. Пусть толщина слюдяного окошка торцового счетчика 5 мг/см<sup>2</sup>, а геометрический коэффициент счетной установки 0,05. Примем, что регистрируемая скорость счета препарата  $I$  должна быть не менее 1000 имп/мин. Расчет абсолютной активности отдельного препарата будем проводить по формуле (3.21), учитывая, что изотоп  $^{14}\text{C}$  —  $\beta$ -излучатель с простой схемой распада ( $\rho = 1$ ), эффективность регистрации  $\beta$ -частиц счетчиком Гейгера — Мюллера  $\epsilon = 1$ , а также принимая во внимание, что в случае измерения препаратов с толщиной, превышающей толщину слоя насыщения, коэффициент обратного рассеяния  $q = 1$ . Таким образом,

$$a = \frac{I}{2,22 \cdot 10^6 \eta k S},$$

где  $k$  и  $S$  — поправочные коэффициенты ослабления и самоослабления соответственно. Величину коэффициента  $k$  можно определить по формуле (3.10). Принимая во внимание, что для  $^{14}\text{C}$  массовый коэффициент ослабления  $\mu = 265 \text{ см}^2/\text{г}$  (интерполяция данных табл. П.4), имеем

$$k = e^{-265 \cdot 0,005} = e^{-1,325} \approx 0,27.$$

Для грубой оценки поправочного коэффициента  $S$  можно воспользоваться формулой (3.11):

$$S = \frac{1 - e^{-265 \cdot 0,02}}{265 \cdot 0,02} = \frac{1 - e^{-5,30}}{5,30} \approx 0,2.$$

Подставляя значения  $I$ ,  $\eta$ ,  $k$  и  $S$  в формулу для расчета  $a$ , находим

$$a = \frac{1000}{2,22 \cdot 10^6 \cdot 0,05 \cdot 0,27 \cdot 0,2} \approx 0,17 \text{ мкКи}.$$

Если предполагается провести 3—4 параллельных опыта, то необходимо иметь  $4 \cdot 4 \cdot 10^{-4} = 1,6 \cdot 10^{-3}$  моля меченой пропионовой кислоты с общей активностью  $4 \cdot 0,17 = 0,68$  мкКи. Удельная активность пропионовой кислоты должна быть равна

$$\frac{0,68}{1,6 \cdot 10^{-3}} = 425 \text{ мк Ки/моль}.$$

Можно заранее заказать меченную по  $^{14}\text{C}$  в карбоксиле пропионовую кислоту, однако исследователю несложно и самому провести синтез, используя в качестве исходного продукта препарат  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$ , в виде которого чаще всего поставляют радиоактивный углерод  $^{14}\text{C}$ . Пусть, например, в данном случае предстоит синтезировать меченую пропионовую кислоту исходя из  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$ .

Предварительно проводят «холодный» опыт — синтезируют немеченую пропионовую кислоту, затем пропионовую кислоту, меченую  $^{14}\text{C}$  в карбоксиле, и определяют удельную активность полученного продукта (детали синтеза приведены в работе 22). Если удельная активность пропионовой кислоты значительно превышает требуемую, меченую кислоту разбавляют неактивной пропионовой кислотой.

Далее (после выполнения соответствующего «холодного» опыта) проводят 4 параллельных эксперимента по окислению  $\text{CH}_3\text{CH}_2^{14}\text{COOH}$  перманганатом калия в щелочной среде; препараты  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$  и  $\text{Ca}^{14}\text{C}_2\text{O}_4$  готовят методом осаждения (детали эксперимента рассмотрены в работе 23,2).

Один из препаратов, например препарат  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$ , полученный в первом опыте, используют для проверки гипотезы о пуассоновском характере распределения результатов измерения радиоактивности. С этой целью выполняют 10 измерений (продолжительностью по 1 мин) суммарной скорости счета этого препарата вместе с фоном. Чтобы оценить, существенный ли вклад в рассеяние результатов вносится из-за колебаний положения препарата, а также из-за неравномерного распределения радиоактивного вещества в объеме препарата, перед каждым новым измерением поворачивают препарат на некоторый случайный угол. На основании полученных данных рассчитывают среднее [формула (4.8)], выборочную дисперсию [формула (4.9)] и величину  $\chi^2$  [формула (3.44)]. Исходные данные и результаты расчетов приведены в табл. 18. Сравнивая найденную величину  $\chi^2_{\text{эсп}}$  с табличным значением  $\chi^2_{0,05}(9)$ , приходят к выводу, что результаты измерений распределены в соответствии с законом Пуассона. Поэтому продолжительность измерений при регистрации активности имеющихся препаратов можно заранее выбрать таким образом, чтобы погрешность скорости счета каждого препарата за вычетом фона ( $\delta_\gamma$ ) не превышала заданной величины.

Задаются величиной относительной флуктуации скорости счета  $\delta = 0,05$  при 95%-ной доверительной вероятности. Проводят грубые измерения (длительностью по 1 мин) скорости счета фона и каждого из препаратов. Пусть, например, скорости счета препаратов, содержащих  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$ , оказались близкими по величине, так же как и скорости счета препаратов, содержащих  $\text{Ca}^{14}\text{C}_2\text{O}_4$ . Тогда, используя данные для одного из препаратов, содержащих  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$ , и одного из препаратов, содержащих  $\text{Ca}^{14}\text{C}_2\text{O}_4$ , находят требуемые продолжительности измерений препаратов с фоном и фона [формулы (4.57) или табл. П.12]. Результаты этих расчетов показаны в табл. 19.

Измеряют фон и регистрируемую активность имеющихся препаратов в течение требуемого времени. Поскольку общая продолжительность измерений всех препаратов достаточно велика, не следует огра-

Пр оверка характера распределения результатов измерения радиоактивности  
(продолжительность отдельного измерения 1 мин)

№ изме- ре- ния	$I_c$ , (имп/мин)	$I_c - \bar{I}_c$	$(I_c - \bar{I}_c)^2$	
1	380	- 9	81	$\bar{I}_c = \frac{3891}{10} = 389$ $s^2 = \frac{4149}{9} = 461$ $\chi_{\text{эксп}}^2 = 9 \frac{461}{389/1} = 10,9$ $\chi_{\text{эксп}}^2 < \chi_{0,05}^2(9) = 16,9$
2	358	--31	961	
3	390	1	1	
4	419	30	900	
5	426	37	1369	
6	388	-1	1	
7	401	12	144	
8	385	-4	16	
9	379	-10	100	
10	365	-24	576	
Сумма	3891	-	4149	

Вывод: нет оснований считать, что распределение результатов не следует закону Пуассона.

Таблица 19

Расчет оптимальной продолжительности измерений препаратов  
 $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$  и  $\text{Ca}^{14}\text{C}_2\text{O}_4$  с помощью табл. П.12 ( $\delta_{0,95} = 5\%$ )

Объект изме- ре- ния	Исходные данные		$I_c/I_\Phi$		$N_\Phi$	$N_c$	$t_\Phi = \frac{N_\Phi}{I_\Phi}$ , мин	$t_c = \frac{N_c}{I_c}$ , мин
	$I_c$ , имп/мин	$I_\Phi$ , имп/мин	опыт- ное	ближайшее табличное значение (с недостат- ком)				
$\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$	390	50	7,8	7,0	160	2900	3,2 $\approx$ 4	7,4 $\approx$ 8
$\text{Ca}^{14}\text{C}_2\text{O}_4$	880	50	17,6	10,0	80	2500	1,6 $\approx$ 3	2,8 $\approx$ 4

ничиваться лишь одним измерением фона. Процедуру измерений целесообразно построить по схеме: препарат — фон — препарат; препарат — фон — препарат..., вычитая значения  $I_\Phi$  из тех значений  $I_c$ , которые получены перед измерением  $I_\Phi$  и после него. Результаты измерений представлены в табл. 20\*.

\* Иногда измерения проводят по схеме: фон — препарат — фон... В этом случае вычитают из значений  $I_c$  усредненные значения скорости счета фона, полученные до и после измерения данного образца.

Данные измерений активности препаратов

Объект измерения	№ опыта	$t_{c'}$ , мин	$N_{c'}$ , имп	$I_{c'}$ , имп/мин	$t_{\phi'}$ , мин	$N_{\phi'}$ , имп	$I_{\phi'}$ , имп/мин	$I = I_{c'} - I_{\phi'}$ , имп/мин
Ba <sup>14</sup> CO <sub>3</sub>	1	10	3891*	389	4	196	49	340
	2	8	3367	421				
	3	8	3295	412	4	181	45	367
	4	8	3376	422				
Ca <sup>14</sup> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	1	3	2561	854	2	86	43	811
	2	3	2626	875				
	3	3	2541	847	2	103	52	795
	4	3	2722	907				

\* Использован результат, полученный при проверке пуассоновского характера распределения результатов измерений (см. табл. 18).

Для каждого опыта рассчитывают процент активности в форме карбоната ( $y$ ), находят  $\bar{y}$  и погрешность этой величины  $\Delta_{0,95}$  при 95%-ной доверительной вероятности (табл. 21).

Таблица 21

## Результаты изучения распределения активности между продуктами реакции

№ опыта	Активность осадка Ba <sup>14</sup> CO <sub>3</sub> , $I_1$ , имп/мин	Активность осадка Ca <sup>14</sup> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , $I_2$ , имп/мин	$I_1 + I_2$	$y = \frac{I_1}{I_1 + I_2} \cdot 100\%$
1	340	811	1151	29,5
2	372	832	1204	30,9
3	367	795	1162	31,6
4	377	855	1232	30,6

$$\bar{y} = 30,6;$$

$$s_y^2 = 0,75; \quad t_{0,05} (3) = 3,18;$$

$$s_y = 0,87; \quad \Delta_{0,95} = \frac{t_{0,95s}}{\sqrt{n}} = \frac{3,18 \cdot 0,87}{\sqrt{4}} = 1,4$$

Вывод в форме карбоната содержится (30,6 ± 1,4)% общей активности и, следовательно, в форме оксалата (69,4 ± 1,4)%.

Прежде чем делать окончательный вывод о механизме окисления пропионовой кислоты на основании найденного распределения активности между продуктами реакции, необходимо быть уверенным в отсутствии изотопного обмена углеродом на отдельных этапах эксперимента (между C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup> и CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>; C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>CO<sub>2</sub><sup>-</sup> и C<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>2-</sup>; C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>CO<sub>2</sub><sup>-</sup> и CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>). В данном случае из литературы известно, что обмен углеродом между этими ионами не происходит (если бы не было литературных данных, то следовало бы перед проведением исследования экспериментально

проверить отсутствие изотопного обмена). Таким образом, можно констатировать, что при окислении пропионовой кислоты перманганатом калия в щелочной среде вероятность разрыва связи  $\text{CH}_2\text{—COO}$  равна  $0,31 \pm 0,01$ , а вероятность разрыва связи  $\text{CH}_3\text{—CH}_2$  составляет  $0,69 \pm 0,01$ .

## Работа 1. Измерение радиоактивности с помощью счетчиков ядерных излучений

Для регистрации ядерных излучений в лабораториях радиоактивных индикаторов в качестве детекторов чаще всего применяют ионизационные счетчики (обычно счетчики Гейгера — Мюллера) и сцинтилляционные счетчики.

В основе работы ионизационных счетчиков лежит соби́рание ионов, возникающих при взаимодействии ядерных излучений со средой. Ионизационные счетчики представляют собой баллоны (металлические или стеклянные), наполненные газовой смесью определенного состава; поэтому такие счетчики часто называют газовыми. В рабочем объеме счетчика расположены электроды. Как правило, функцию анода выполняет металлическая нить, натянутая вдоль оси баллона, а катодом служит стенка счетчика.

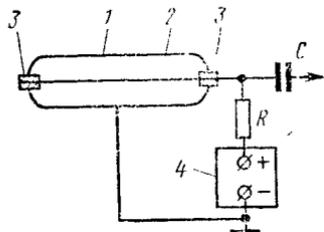


Рис. 35. Схема включения газового счетчика:

1 — катод; 2 — анод; 3 — изолятор; 4 — источник высоко-го стабилизированного напряжения; R — нагрузочное сопротивление; C — конденса-тор

Схема включения газового счетчика дана на рис. 35. Как видно из схемы, между катодом и анодом счетчика создается разность потенциалов. В отсутствие источника радиоактивных излучений вблизи счетчика ток через него не проходит. Попадание в счетчик заряженной частицы или  $\gamma$ -кванта вызывает появление в цепи

импульса электрического тока. Этот импульс в свою очередь обуславливает мгновенное падение напряжения (импульс напряжения) на нагрузочном сопротивлении R.

В основе работы сцинтилляционного детектора лежит способность некоторых материалов — сцинтилляторов — преобразовывать энергию ядерных излучений в видимое или ультрафиолетовое излучение. Отдельная вспышка света, вызванная прохождением через сцинтиллятор ядерной частицы или  $\gamma$ -кванта, получила название сцинтилляции. Для подсчета отдельных сцинтилляций используют фотоэлектронные умножители (ФЭУ). Детектор излучения в этом случае называют сцинтилляционным счетчиком.

Каждая установка для регистрации излучений (радиометрическая установка или радиометрический прибор) содержит специальный блок, обеспечивающий регистрацию электрических сигналов, которые возникают в детекторе под действием излучений. Этот блок называют блоком регистрации.

Кроме счетчика и блока регистрации радиометрическая установка должна содержать высоковольтный выпрямитель, обеспечивающий питание газового счетчика или ФЭУ. Амплитуды импульсов, поступающие из детектора, не всегда имеют достаточную величину, чтобы непосредственно вызвать срабатывание блока регистрации. Вследствие этого импульсы со счетчиков обычно попадают на специальный усилитель, в котором амплитуды импульсов усиливаются в  $10^3$  и более раз.

В ряде случаев (например, при работе со сцинтилляционными счетчиками) радиометрическая установка может содержать дискриминатор. Дискриминатор дает возможность различать импульсы с разными амплитудами.

Итак, установка для регистрации излучения должна включать как минимум, следующие блоки: детектор излучения — счетчик, усилитель, блок регистрации, источник высокого напряжения и в ряде случаев дискриминатор. На рис. 36 показана блок-схема установки с ионизационным детектором, а на рис. 37 — со сцинтилляционным.

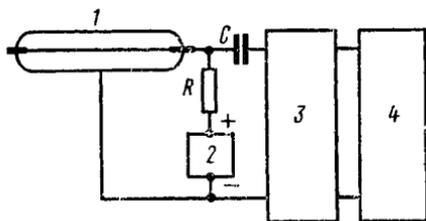


Рис. 36. Принципиальная схема установки с ионизационным детектором:

1 — счетчик ядерных частиц,  
2 — высоковольтный выпрямитель, 3 — усилитель; 4 — блок регистрации

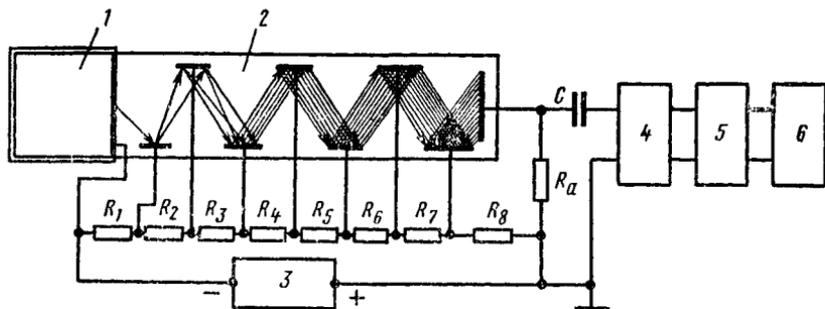


Рис. 37. Принципиальная схема установки со сцинтилляционным детектором:

1 — сцинтиллятор; 2 — фотоэлектронный умножитель; 3 — высоковольтный выпрямитель, 4 — усилитель; 5 — дискриминатор; 6 — блок регистрации;  $R_1, \dots, R_8$  — сопротивления делителя напряжения;  $R_a$  — анодная нагрузка;  $C$  — конденсатор

Наша промышленность выпускает радиометрические установки (радиометры), которые могут использоваться для работ как с газовыми, так и со сцинтилляционными детекторами. Регистрирующий блок этих установок представляет собой пересчетное устройство, работающее на специальных электронных лампах — декатронах. Декатрон — это многоэлектродная лампа, наполненная неонам. Положенные места разряда (а следовательно, и видимой визуальной области

свечения) на катодной системе декатрона зависит от числа поступивших в декатрон электрических сигналов. При последовательной подаче сигналов на декатрон положение места свечения перемещается по окружности, причем для того, чтобы оно прошло по всей окружности и вернулось на исходную позицию, необходима подача на декатрон десяти импульсов. В пересчетном устройстве радиометрической установки декатронов несколько. Как только место разряда на катодной системе первого декатрона опишет полную окружность, на второй декатрон поступает один электрический сигнал, и положение места свечения на катодной системе второго декатрона смещается на одно деление. В результате второй декатрон фиксирует только число десятков импульсов, поступающих в блок регистрации. Аналогично третий декатрон фиксирует число сотен импульсов, четвертый — тысяч и т. д.

Важными характеристиками регистрирующей установки является фон счетчика и разрешающее время счетчика и установки в целом (см. гл. 3).

Уровнем фона определяется чувствительность счетчика, поэтому стараются снизить фон до возможно более низких значений. В частности, счетчики экранируют свинцом толщиной в несколько сантиметров, используя для этих целей так называемый защитный домик. Такой домик полностью защищает счетчик от действия внешних  $\alpha$ - и  $\beta$ -излучателей и значительно ослабляет  $\gamma$ -излучение. Фон счетчиков зависит от их конструкции, а также от срока службы, увеличиваясь с течением времени.

В паспорте, прилагаемом к каждому счетчику, указана средняя величина его фона. Если, по опытным данным, значение фона заметно выше паспортного, то либо счетчик вышел из строя, либо внутрь защитного домика попали радиоактивные загрязнения.

Для определения разрешающего времени прибора можно воспользоваться методом, который заключается в измерении скорости счета серии стандартных препаратов с известным количеством радиоактивного изотопа в каждом. Не вычитая фона, строят график зависимости измеренной скорости счета  $I_{изм}$  от количества радиоактивного вещества. Начальный участок графика прямолинеен (скорость счета прямо пропорциональна количеству изотопа), в дальнейшем наблюдается отклонение от линейности (рис. 38). Экстраполируя прямолинейный участок экспериментальной кривой, можно для каждого измеренного значения скорости счета  $I_{изм}$  определить полное число попавших в счетчик частиц  $I_c$  и рассчитать разрешающее время  $\tau$  по формуле

$$\tau = \frac{I_c - I_{изм}}{I_c I_{изм}}. \quad (5.1)$$

Подготовка в работе любой установки со счетчиком ядерных излучений сводится к выполнению ряда операций, лишь незначительно различающихся в зависимости от типа радиометрической установки и детектора. Так, например, если работа со счетчиком Гейгера — Мюллера проводится на радиометрической установке, допускающей ре-

гулирование высокого напряжения, то для выбора рабочего напряжения нужно определить счетную характеристику прибора — зависимость скорости счета от подаваемого напряжения. Счетная характеристика счетчика Гейгера — Мюллера имеет плато (рис. 39), в середине которого и выбирают рабочее напряжение.

Некоторые выпускаемые установки предназначены для работы с определенными типами счетчиков Гейгера — Мюллера. В таких установках на счетчик подается заранее заданное напряжение, и варьировать его нельзя. Разумеется, при работе с такими установками счетную характеристику не снимают.

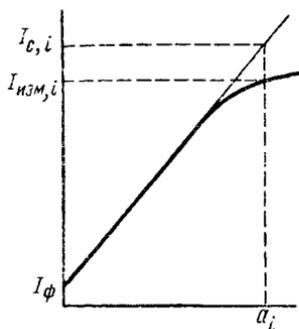


Рис. 38 Определение разрешающего времени прибора с помощью серии стандартных препаратов:

$I_{с, i}$  — полное число попавших в счетчик частиц;  
 $I_{изм, i}$  — число зарегистрированных частиц при измерении препарата активностью  $a_i$ ;  $I_{\phi}$  — фон счетчика

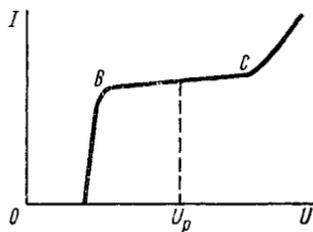


Рис. 39. Счетная характеристика счетчика Гейгера — Мюллера:

$U$  — подаваемое на счетчик напряжение;  $I$  — регистрируемая активность;  $BC$  — область плато;  $U_p$  — рабочее напряжение

В процессе эксплуатации радиометрической аппаратуры необходимо систематически проверять правильность работы пересчетного устройства и детектора, а также стабильность работы аппаратуры. Особенно важна такая проверка при первом знакомстве с данной радиометрической установкой.

Для проверки правильности работы пересчетного устройства на его вход подают импульсы сетевого тока с частотой 50 Гц (50 имп/с, т. е. 3000 имп/мин). Правильность работы детектора оценивают по степени близости некоторых параметров (уровня фона, величины разрешающего времени и др.) к значениям этих параметров, указанным в паспорте. Для оценки стабильности работы аппаратуры проверяют, подчиняется ли наблюдаемое распределение результатов измерения радиоактивности закону Пуассона. При этом процедура измерений должна быть такова, чтобы исключить иные ошибки, кроме погрешностей, связанных со статистическим характером радиоактивного распада и нестабильностью аппаратуры.

## 1. УСТАНОВКА СО СЧЕТЧИКОМ ГЕЙГЕРА — МЮЛЛЕРА

Цель работы — определить, соответствуют ли параметры радиометрической аппаратуры техническим условиям, и проверить стабильность работы аппаратуры.

### Оборудование и материалы

Установка со счетчиком Гейгера — Мюллера. Секундомер.

Набор стандартных препаратов с регистрируемой активностью от 200 до 30 000 имп/мин и известной абсолютной активностью.

### Выполнение работы

#### а. Подготовка радиометрической установки к работе.

В начале каждого занятия с установками для регистрации радиоактивности выполняют следующие операции\*:

1. Устанавливают все кнопки пересчетного прибора (кроме кнопки «1 : 1») в отжатое состояние.
2. Нажимают и фиксируют кнопку «Сеть» и дают прибору прогреться 5 мин.

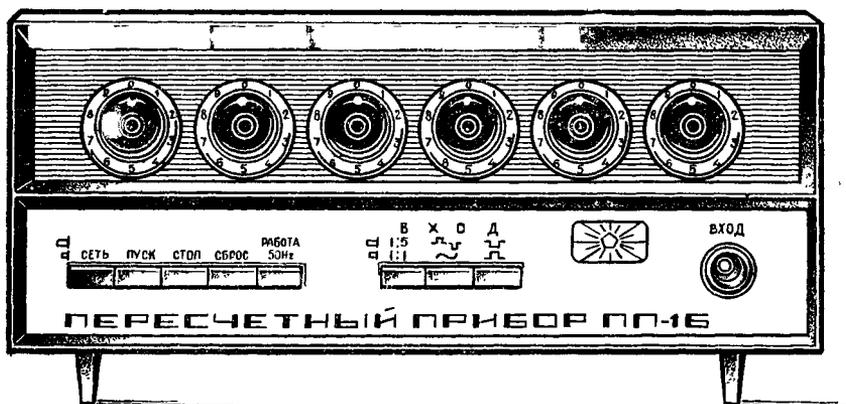


Рис. 40. Радиометр Б-4

3. Убеждаются в работоспособности прибора. Для этого нажимают и фиксируют кнопки «~» и «50 Hz», после чего нажимают кнопку «Пуск» (на вход прибора подается переменное напряжение с частотой 50 Гц). Наблюдают последовательность срабатывания декатронов первых трех счетных декад. При нажатии кнопки «Стоп» счет должен прекратиться.

\* Приведенной здесь схемой подготовки установок к работе и выполнения измерений радиоактивности можно непосредственно пользоваться при работе с радиометрами Б-4 (рис. 40). При работе с другими типами радиометрических установок следует ознакомиться с описанием используемой установки и правилами работы на ней.

4. Нажимают и отпускают кнопку «Сброс». При этом показания всех деكاتронов должны установиться против числа «0».

5. Устанавливают кнопки соответствующих переключателей в положения «Работа» и «». Прибор готов к работе.

#### б. Проверка правильности работы пересчетного устройства

Правильность работы пересчетного устройства проверяют в том же режиме, какой используют для того, чтобы убедиться в работоспособности прибора. Нажимают и фиксируют кнопки «50Hz» и «~», затем нажимают кнопку «Пуск» и одновременно включают секундомер. Через 1 или 2 мин нажимают кнопку «Стоп» и останавливают секундомер. Записывают показания регистрирующего устройства (форма 1).

Форма 1

Проверка правильности работы пересчетного устройства

№ измерения	Продолжительность измерения $t$ , мин	Число зарегистрированных импульсов, $N$	Скорость счета, $I = \frac{N}{t}$	Отклонение скорости счета от частоты переменного тока $\frac{I-3000}{3000} 100\%$

Сравнивают найденную скорость счета с частотой сетевого тока (3000 имп/мин), который поступает в пересчетное устройство при проверке. Измерения повторяют 2—3 раза; перед началом каждого измерения нажимают кнопку «Сброс».

Если в процессе проверки правильности работы пересчетного устройства обнаруживаются существенные отклонения скорости счета от частоты переменного тока (3000 имп/мин), следует прежде всего проверить секундомер. При правильной работе секундомера необходимо заменить установку, сообщив дежурному радиотехнику номер неисправного прибора.

По техническим нормам результаты отдельных измерений не должны отличаться от частоты сетевого тока более чем на 2%.

#### в. Определение счетной характеристики\*

В держатель для образцов помещают радиоактивный препарат со скоростью счета 200—2000 имп/мин. Соответствующими переключателями установку переводят в состояние готовности к работе.

Устанавливают на высоковольтном выпрямителе напряжение на 50 В меньше, чем указанное в паспорте счетчика напряжение начала счета. (Если указаны только рекомендуемое рабочее напряжение  $U_p$  и наименьшая протяженность плато  $\Delta U$ , то устанавливают напря-

\* Это упражнение выполняется при наличии в комплекте радиометрической установки источника регулируемого высокого напряжения.

жение, равное  $U_p - \Delta U$ .) Поскольку напряжение в приборе растет медленнее, чем показания вольтметра, необходимо выждать 1—2 мин, пока установится постоянное напряжение, следя за тем, чтобы стрелка вольтметра не смещалась относительно заданного положения. Затем записывают показания вольтметра и проводят измерение препарата в течение 1 или 2 мин.

Порядок выполнения измерений такой же, как при проверке правильности работы пересчетного устройства. Одновременно включают радиометрическую установку и секундомер и одновременно выключают их через заданный промежуток времени. Перед началом каждого измерения нажимают кнопку «Сброс».

Повысив напряжение на 50 В и снова выждав 1—2 мин, проводят повторное измерение. Так поступают до тех пор, пока вслед за линейным участком не начнется более крутой подъем счетной характеристики, т. е. скорость счета возрастает по крайней мере на 20—30% при увеличении напряжения на 50 В. Во избежание порчи счетчика дальнейшие измерения следует прекратить и сразу уменьшить напряжение.

Согласно техническим условиям, наименьшая допустимая протяженность плато некоторых типов счетчиков может составлять 70—80 В. В тех случаях, когда реально наблюдаемая протяженность плато таких счетчиков близка к минимально допустимой величине, следует в области плато проводить более частые измерения, например через 25 В.

Результаты измерения скорости счета препарата при различных напряжениях сводят в таблицу (форма 2).

Ф о р м а 2

### Определение счетной характеристики

Установка №					
№ измерения	Напряжение, подаваемое на счетчик $U$ , В	Продолжительность измерения $t$ , мин	Число зарегистрированных импульсов, $N$	Скорость счета, $I = \frac{N}{t}$	Погрешность измерения при 95%-ной доверительной вероятности, $\pm \Delta_{0,95}$

Строят график, откладывая по оси абсцисс значения напряжения, а по оси ординат — соответствующие скорости счета. Для каждой экспериментальной точки по формуле (4.78) находят погрешность  $\Delta_{0,95}$ , соответствующую 95%-ной доверительной вероятности, в предположении, что единственным источником рассеяния является статистический характер радиоактивного распада. Значение  $u_{0,95}$  берут из табл. 11 (стр. 88). Величины  $\pm \Delta_{0,95}$  откладывают от каждой экспериментальной точки на графике в виде вертикальных отрезков («усов»). Строят счетную характеристику, проводя плавную кривую между экспериментальными точками таким образом, чтобы она пересекала все отрезки, характеризующие погрешности результатов измерений. Определяют протяженность плато (в вольтах); рассчитывают наклон плато путем деления относительного приращения ско-

рости счета в области плато к протяженности плато (наклон плато выражают обычно в процентах). Сравнивают полученные величины с соответствующими параметрами, приводимыми в паспорте детектора. Если протяженность и наклон плато не соответствуют техническим условиям, заменяют счетчик новым и повторяют процедуру определения счетной характеристики.

В случае, когда протяженность и наклон плато отвечают техническим условиям, выбирают рабочее напряжение  $U_p$  в середине плато и устанавливают на приборе это напряжение. Все дальнейшие измерения проводят при напряжении на детекторе, равном  $U_p$ .

### *г. Измерение фона*

Проверяют фон установки в отсутствие радиоактивных препаратов, проводя 5 измерений фона продолжительностью по 1 мин. Находят среднее значение фона  $\bar{T}_f$  и сравнивают его с величиной, указываемой в паспорте детектора. (Например, для цилиндрических счетчиков типа СТС-6 наибольший натуральный фон не должен превышать 110 имп/мин, а для торцовых счетчиков типов МСТ-17, СИ-2Б, Т-25-БФЛ, СБТ-7—40 имп/мин.) Если фон выше уровня, определяемого техническими условиями, следует прежде всего удостовериться, не связано ли это с загрязнением защитного домика радиоактивными веществами. Обычно бывает достаточно протереть внутренние детали домика влажной ватой или фильтровальной бумагой. Если и после такой обработки фон существенно превышает допустимое предельное значение, рекомендуется заменить счетчик. (В этом случае снова проводят определение счетной характеристики и фона.)

### *д. Проверка стабильности работы радиометрической аппаратуры*

Проводят 10 измерений продолжительностью по 1 мин препарата со скоростью счета около 1000 имп/мин, не меняя положение препарата в держателе для образцов. По формулам (4.8) и (4.9) находят среднее значение суммарной скорости счета препарата вместе с фоном  $\bar{I}_c$  и выборочную дисперсию  $s_f^2$ .

По (4.44) рассчитывают величину  $\chi_{\text{экср}}^2$  и сравнивают ее с табличным значением  $\chi^2$  при 5%-ном уровне значимости ( $p = 0,05$ ) и числе степеней свободы  $f = 9$  (табл. П.11). Если  $\chi_{\text{экср}}^2 \leq \chi_{0,05}^2$  (9), то считают, что рассеяние результатов обусловлено только статистическим характером радиоактивного распада, т. е. аппаратные погрешности отсутствуют. Когда  $\chi_{\text{экср}}^2 > \chi_{0,05}^2$  (9), делают вывод, что распределение результатов измерений существенно отличается от пуассоновского. При принятой процедуре измерений это свидетельствует о наличии случайных погрешностей, связанных с нестабильностью работы аппаратуры.

Если аппаратура работает нестабильно, следует тщательно проверить надежность соединения всех кабелей радиометрической установки, а также контакты детектора, после чего снова проверить стабильность работы установки.

### е. Определение разрешающего времени

Проводят измерения скорости счета серии стандартных препаратов с известным содержанием радиоактивного вещества. Каждый препарат измеряют 4 раза по 1 мин, всякий раз поворачивая его вокруг оси на некоторый случайный угол. Для каждого препарата находят среднее значение измеряемой прибором суммарной скорости счета вместе с фоном ( $I_{\text{изм}}$ ) и по формуле (4.27) рассчитывают квадратичное отклонение  $s_{I_{\text{изм}}}$ . Вычисляют погрешности  $\Delta_{\gamma}$  значений  $I_{\text{изм}}$  при 95%-ной доверительной вероятности [формула (4.82)]. Величину  $t$ , соответствующую  $\gamma = 0,95$  и числу степеней свободы  $f = 3$ , находят из табл. П.10. Результаты измерений и расчетов вносят в таблицу (форма 3).

Форма 3

Определение разрешающего времени установки

№ препарата	Содержание радиоактивности в препарате	Измеряемая прибором скорость счета $I_{\text{изм}}$	Средняя скорость счета, измеряемая прибором $\bar{T}_{\text{изм}}$	Среднее квадратическое отклонение значений $I_{\text{изм}}$ , $s I_{\text{изм}}$	Погрешность значений $I_{\text{изм}}$ при 95%-ной доверительной вероятности, $\pm \Delta_{0,95}$

По данным таблицы строят график зависимости регистрируемых скоростей счета от содержания радиоактивного вещества в стандартных препаратах (величины  $\pm \Delta_{0,95}$  откладывают от каждой точки на графике в виде вертикальных отрезков). Экстраполируют прямолинейный участок экспериментальной кривой и для каждого измеренного значения скорости  $I_{\text{изм}}$  находят суммарное число  $I_c$  частиц, попавших в счетчик за единицу времени. По формуле (5.1) рассчитывают значения разрешающего времени  $\tau$  установки; полученные величины усредняют.

Используя найденное значение  $\tau$ , определяют максимальную скорость счета, при которой доля незарегистрированных импульсов  $\theta = I_{\text{изм}} \tau$  не превышает 1% (при скоростях счета, меньших найденной, поправку на разрешающее время можно не учитывать).

#### 2. УСТАНОВКА СО СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫМ СЧЕТЧИКОМ

Скорость счета, регистрируемая сцинтилляционным счетчиком, зависит от напряжения на фотозлектронном умножителе (ФЭУ), усиления линейного усилителя и величины порога дискриминации. Изменение усиления усилителя можно компенсировать напряжением на ФЭУ, для этого устанавливается определенное усиление и затем подбирается оптимальное напряжение на ФЭУ.

Некоторые сцинтилляционные счетчики не имеют дискриминатора, и задача выбора оптимального режима измерения сводится толь-

ко к экспериментальному определению зависимости регистрируемой скорости счета от напряжения на ФЭУ.

Цель работы — выбор оптимального рабочего режима сцинтилляционного детектора и проверка стабильности работы аппаратуры в этом режиме.

### Оборудование и материалы

Установка со сцинтилляционным счетчиком. Секундомер.

Препарат, содержащий  $\gamma$ -излучатель ( $^{60}\text{Co}$  или  $^{137}\text{Cs} + ^{137m}\text{Ba}$ ), активность от  $10^2$  до  $10^5$  расп/с.

#### а. Порядок работы на установке\*

1. Переводят все тумблеры на панелях блоков в положение «Выкл».
2. Устанавливают рукоятку регулировки напряжения на высоковольтном выпрямителе в крайнее левое положение.
3. Включают питание пересчетного прибора, высоковольтного выпрямителя, линейного усилителя и интегрального дискриминатора. Для включения пересчетного прибора нажимают на любую кнопку правого кнопочного переключателя; при этом должна загореться сигнальная лампочка. После трехминутного подогрева включают анодное напряжение (кнопка «Анод»).
4. Нажимают кнопку «Сброс», при этом показания декатронов и ламповой декады должны сброситься на «0».
5. Нажимают кнопку «Проверка» и проверяют правильность работы счетной схемы. При проверке на вход пересчетного прибора подаются импульсы переменного тока частотой 50 Гц. Так как в данном случае нет автоматической остановки счета, для выключения счетного прибора нажимают кнопку «Стоп».
6. Фиксируют тумблер «Имп — сек» в требуемом положении. В зависимости от положения этого тумблера остановка счета при регистрации активности будет производиться либо после набора определенного числа импульсов, либо после определенного интервала времени. Требуемое число импульсов или продолжительность измерения задают с помощью соответствующей кнопки левого кнопочного переключателя.
7. Переключатель «Грубо» на высоковольтном выпрямителе ставят в положение, соответствующее рабочему диапазону напряжений используемого детектора. Потенциометром «Плавно» устанавливают необходимое напряжение, пользуясь стрелочным вольтметром. (В процессе работы, вследствие изменения теплового режима внутри прибора, возможно изменение показаний вольтметра. При этом напряжение на выходе остается неизменным и никакой подрегулировки производить не следует.)

\* Указанной ниже процедурой можно пользоваться при работе с установкой типа «ПП-8» (рис. 41) с линейным усилителем и интегральным дискриминатором. При работе с установкой другого типа необходимо ознакомиться с описанием используемой аппаратуры и правилами работы на ней.

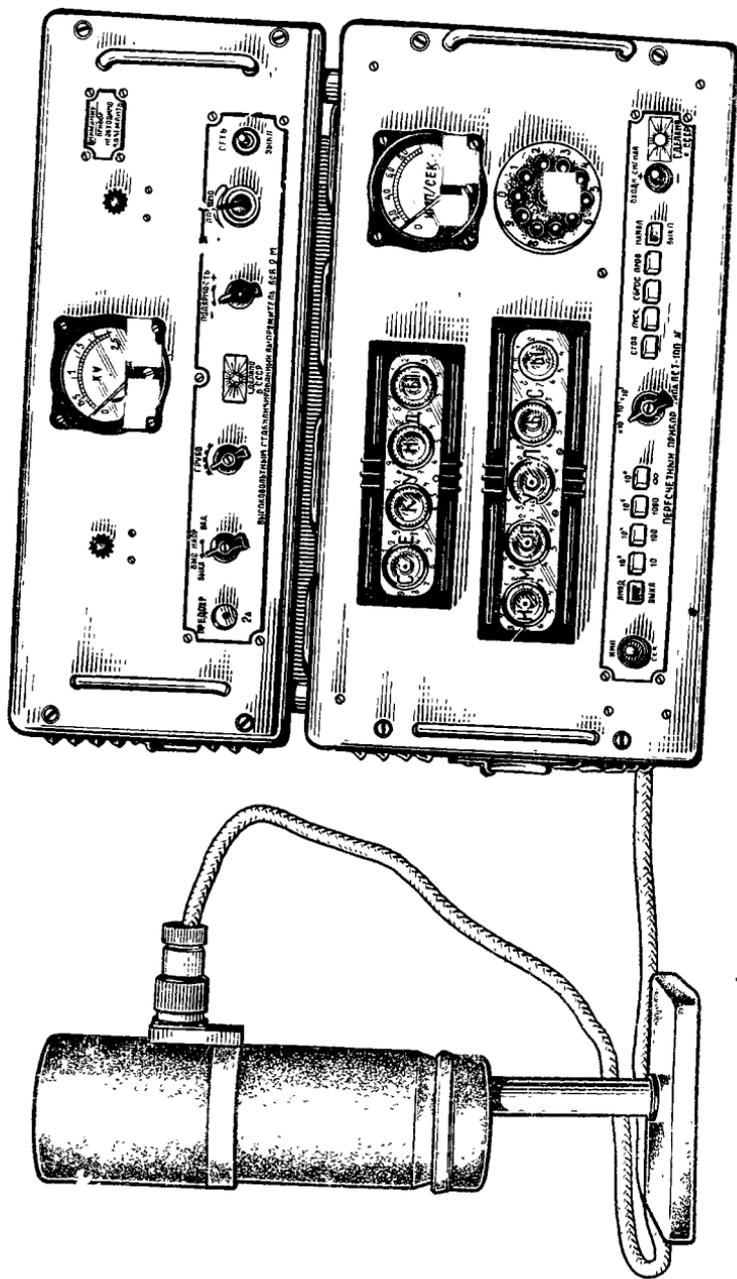


Рис. 41. Установка типа ПП-8

8. В зависимости от длительности высвечивания используемого сцинтиллятора  $\tau_{\text{выс}}$  устанавливают на усилителе примерные значения времени нарастания ( $\sim 0,5\tau_{\text{выс}}$ ) и длительности импульса ( $\sim 5\tau_{\text{выс}}$ ).

9. Устанавливают требуемое усиление и порог дискриминации.

10. Выжидают 5—15 мин, пока прогреются все блоки, после чего можно проводить измерения активности, включая счетный прибор нажатием кнопки «Пуск».

*б. Определение зависимости регистрируемой скорости счета от напряжения на ФЭУ*

Включают все блоки сцинтилляционного счетчика. Устанавливают значение усиления, равное 100 (можно использовать и другие значения усиления). При наличии дискриминатора устанавливают порог дискриминации, равный нулю. Проводят измерения скорости счета препарата с фоном  $I_c$  и фона  $I_\phi$  при различных напряжениях на ФЭУ  $U_{\text{ФЭУ}}$ . Вначале определяют напряжение, при котором начинается регистрация излучения препарата. Для этого помещают радиоактивный препарат вблизи сцинтиллятора и медленно увеличивают напряжение до тех пор, пока счетчик не начнет регистрировать некоторую небольшую скорость счета. Затем несколько снижают напряжение на вольтметре высоковольтного выпрямителя и выжидают 1—2 мин, чтобы установилось напряжение на ФЭУ. При этом напряжении измеряют скорости счета препарата с фоном  $I_c$  и фона  $I_\phi$ . Далее проводят аналогичные измерения, повышая напряжение на ФЭУ через 50 В. Прекращают увеличение напряжения на ФЭУ, когда скорости счета препарата с фоном и фона будут отличаться не более чем на порядок. Сразу же снижают напряжение на ФЭУ на 50—100 В. Результаты измерений и последующих расчетов заносят в таблицу (форма 4)

Ф о р м а 4

**Выбор рабочего напряжения на ФЭУ**

№ измерения	Напряжение на ФЭУ $U_{\text{ФЭУ}}$ , В	Измерение препарата с фоном			Измерение фона			$K = \frac{I_c - I_\phi}{\sqrt{I_c + I_\phi}}$	Погрешность величины $K$ при 95%-ной доверительной вероятности, $\pm \Delta_{0,95}(K)$
		продолжительность измерения, $t_c$	число импульсов, $N_c$	скорость счета $I_c$	продолжительность измерения, $t_\phi$	число импульсов, $N_\phi$	скорость счета, $I_\phi$		

По полученным значениям  $I_c$  и  $I_\phi$  для каждого напряжения вычисляют функцию оптимизации  $K$  (формула 4.60). Пользуясь законом накопления погрешностей (выражение 4.48), выводят формулу для оценки дисперсии функции  $K$ . Для каждого значения  $K$  рассчитывают погрешность, соответствующую 95%-ной доверительной вероятности,  $\Delta_{0,95}(K)$ , в предположении, что рассеяние результатов обусловлено только статистическим характером радиоактивного распа-

да. Наносят на график величины  $K \pm \Delta_{0,95(K)}$  в зависимости от напряжения на ФЭУ. Напряжение на ФЭУ, соответствующее максимальному значению  $K$ , выбирают за рабочее.

### в. Определение оптимального порога дискриминации

Устанавливают выбранное рабочее напряжение на ФЭУ. Помещают препарат в держатель сцинтилляционного счетчика и измеряют скорости счѐта препарата с фоном  $I_c$  и фона  $I_\phi$  при различных значениях порога дискриминации  $U_d$ . Величину порога дискриминации следует изменять сначала через каждые 5 В, а начиная с 40—50 В — через 10 В. Полученные результаты заносят в таблицу, подобную приведенной в предыдущем упражнении. Для каждого значения порога дискриминации по формуле (4.60) рассчитывают функцию оптимизации  $K$ , а также погрешность  $\Delta_{0,95(K)}$  при 95%-ной доверительной вероятности (см. предыдущее упражнение). Графически изображают зависимость  $K$  от  $U_d$ , указывая на графике погрешности функции  $K$ . Оптимальное значение порога дискриминации определяют по максимальной величине  $K$ .

### г. Проверка стабильности работы аппаратуры

Упражнение выполняется так же, как упражнение «д» работы 1,1.

## Работа 2. Определение периодов полураспада радиоактивных изотопов по уменьшению активности

Радиоактивность препарата меняется со временем в соответствии с законом радиоактивного распада. Если  $I_0$  — регистрируемая активность (скорость счѐта) в начальный момент времени, а  $I_t$  — регистрируемая активность (скорость счѐта) в момент времени  $t$ , то:

$$I_t = I_0 e^{-\lambda t}, \quad (5.2)$$

где  $\lambda$  — постоянная распада,  $s^{-1}$ . За время, равное периоду полураспада, абсолютная активность  $a$  и регистрируемая активность (например, скорость счѐта  $I$ ) препарата, содержащего данный изотоп, снижаются вдвое, так что

$$a_{T_{1/2}}/a_0 = I_{T_{1/2}}/I_0 = 1/2 = e^{-\lambda T_{1/2}}. \quad (5.3)$$

Отсюда следует, что

$$\lambda T_{1/2} = \ln 2 = 0,693. \quad (5.4)$$

Определение периода полураспада — один из методов физической идентификации радиоактивных изотопов. Значения периодов полураспада от нескольких секунд до нескольких лет обычно определяют путем последовательных измерений активности препарата через определенные промежутки времени. Измерения ведут в течение времени не менее одного периода полураспада. Экспериментальные данные наносят на график в полулогарифмическом масштабе, откладывая по оси абсцисс время  $t$ , а по оси ординат — логарифмы измеренной

активности (рис. 42). В указанных координатах зависимость активности индивидуального радиоактивного изотопа от времени его существования выражается прямой линией

$$\lg I_t = \lg I_0 - 0,4343\lambda t \quad (5.5)$$

с угловым коэффициентом

$$b = 0,4343\lambda. \quad (5.6)$$

Для определения  $T_{1/2}$  можно найти отрезок абсциссы, соответствующий уменьшению регистрируемой активности вдвое. Для этого от произвольной точки на ординате откладывают  $\lg 2 = 0,301$ , так как согласно (5.3)

$$\lg I_0 - \lg I_{T_{1/2}} = \lg 2; \quad (5.7)$$

тогда проекция полученного отрезка на ось времени дает, по определению, период полураспада (рис. 42).

Наиболее объективное значение постоянной распада  $\lambda$  в силу (5.4) и периода полураспада  $T_{1/2}$  может быть получено путем обработки результатов эксперимента *методом наименьших квадратов* (см. гл. 4, § 5).

Если в полулогарифмическом масштабе вместо прямой линии  $\lg I = f(t)$  получается кривая, это свидетельствует о наличии в препарате более чем одного радиоактивного изотопа.

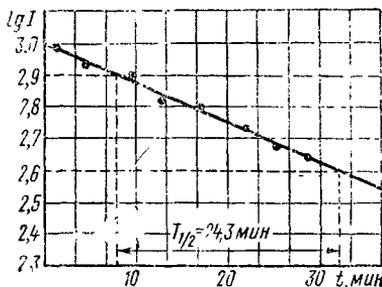


Рис. 42. График распада радиоактивного изотопа в полулогарифмических координатах

## 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА ПОЛУРАСПАДА МЕДИ-66

При облучении меди потоком медленных нейтронов образуются радиоактивные изотопы  $^{64}\text{Cu}$  ( $T_{1/2} = 12,8$  ч) и  $^{66}\text{Cu}$  ( $T_{1/2} = 5,1$  мин). Если продолжительность облучения намного меньше периода полураспада  $^{64}\text{Cu}$ , в мишени накапливается, главным образом, короткоживущий изотоп  $^{66}\text{Cu}$ .

Цель работы — определение периода полураспада короткоживущего радиоактивного изотопа.

### Оборудование и материалы

Установка со счетчиком для регистрации  $\beta$ -излучения. Секундомер. Парафиновый блок для облучения. Медная пластинка ( $40 \times 40 \times 1$  мм). Лабораторный источник нейтронов интенсивностью  $10^6$  нейтронов/с.

### Выполнение работы

Подготавливают радиометрическую установку к работе. Включают установку и измеряют фон.

Облучают медную пластинку на лабораторном источнике нейтронов в парафиновом блоке в течение 10 мин. Снимают пластинку с облучения и записывают время окончания облучения.

Проводят последовательные измерения активности медной пластинки продолжительностью по 1 мин каждое с интервалом между измерениями в одну минуту. Измерения прекращают, когда суммарная скорость счета препарата с фоном снизится до величины, в полтора-два раза превышающей фон. Результаты измерений и последующих расчетов заносят в таблицу (форма 5).

Форма 5

Обработка данных по изменению активности со временем  
методом наименьших квадратов

$N_{\Phi} = \dots$ имп за ... мин				Время окончания облучения ...			
$I_{\Phi} = \dots$ имп/мин							
№ измерения	Астрономическое время начала измерения	Зарегистрированная скорость счета $I_{c, i}$ имп/мин	Скорость счета, исправленная на фон, $I_i = I_{c, i} - I_{\Phi}$	$\lg I_i$	Промежуток времени с момента окончания облучения до начала измерения, $t_i$ , мин	$t_i \lg I_i$	$t_i^2$
Число измерений $m = \dots$				$\sum_{i=1}^m \lg I_i = \dots$	$\sum_{i=1}^m t_i = \dots$	$\sum_{i=1}^m (t_i \lg I_i) = \dots$	$\sum_{i=1}^m t_i^2 = \dots$

Полагая  $x_i = t_i$ ,  $y_i = \lg I_i$ , по формулам (4.65) и (4.66) рассчитывают значения коэффициентов  $a$  и  $b$ . Правильность расчетов проверяют с помощью формулы (4.75). Для каждого  $t_i$  рассчитывают значения  $\lg \hat{I}_i$ , предсказываемые линейным уравнением с найденными коэффициентами регрессии. По формуле (4.67) вычисляют дисперсию  $s_0^2$ , характеризующую отклонение экспериментальных данных от соответствующих значений  $\lg \hat{I}_i$ . Рассчитывают дисперсию  $s_b^2$  [формула (4.69)] и погрешность коэффициента  $b$  при 95%-ной доверительной вероятности [формула (4.71)]. Находят период полураспада, который в силу (5.4) и (5.6) равен  $T_{1/2} = 0,301/b$ . Используя выражение (4.48), получают формулу для оценки погрешности величины  $T_{1/2}$ , рассчитываемой на основании коэффициента  $b$  [в (4.48) подставляют вместо  $s^2$  соответствующие значения  $\Delta_y^2$ ]. Вычисляют погрешность определения  $T_{1/2}$  при 95%-ной доверительной вероятности,  $\Delta_{0,95}(T_{1/2})$ .

Строят кривую распада в полулогарифмических координатах, относят логарифмы скорости счета препарата без фона ко времени начала каждого измерения. Из графика находят период полураспада. Сравнивают полученный результат со значением  $T_{1/2} \pm \Delta_{0,95}(T_{1/2})$  рассчитанным по методу наименьших квадратов.

Аналогичным образом могут быть определены периоды полураспада изотопов  $^{38}\text{Cl}$ ,  $^{128}\text{I}$  и др.

При облучении нейтронами раствора, содержащего перманганат-ион, ядро марганца захватывает нейтрон. Образовавшееся ядро радиоактивного марганца испускает  $\gamma$ -квант и приобретает энергию отдачи. В результате вторичных реакций радиоактивный марганец оказывается в составе материнского иона перманганата и двуокиси марганца. Отделение радиоактивного марганца в виде двуокиси марганца от облученного перманганата может быть проведено фильтрованием нейтрального раствора через бумажный фильтр.

Для того чтобы образующаяся в процессе облучения двуокись марганца не концентрировалась на дне сосуда, где производится облучение, следует облучать кислые растворы перманганата, нейтрализуя их по окончании облучения аммиаком.

Цель работы — определение периода полураспада  $^{56}\text{Mn}$  по уменьшению регистрируемой активности.

#### Оборудование и реактивы §

**Оборудование и материалы.** Установка для регистрации  $\beta$ -излучения с цилиндрическим счетчиком Гейгера — Мюллера, снабженным полукруглым держателем для образцов. Секундомер. Лампа для выпаривания. Фильтры бумажные диаметром 50 мм. Лабораторный источник нейтронов интенсивностью  $\sim 10^6$  нейтронов/с.

**Посуда.** Колба для облучения (рис. 43). Стакан на 500 мл. Воронка Бюхнера. Чашка Петри. Бутыль для слива отходов.

**Реактивы.** Растворы: 3%-ный  $\text{KMnO}_4$ , содержащий 20 мл концентрированной  $\text{HNO}_3$  в литре; 0,5%-ный раствор  $\text{MnSO}_4$ ; 12%-ный раствор аммиака. Лак.

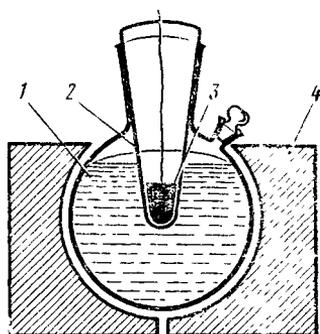


Рис. 43. Колба для облучения жидкостей нейтронами лабораторного источника: 1 — колба с жидкостью; 2 — стеклянный вкладыш; 3 — источник нейтронов; 4 — парафиновый блок

#### Выполнение работы

Облучают раствор перманганата калия в колбе для облучения лабораторным источником нейтронов в течение 3—5 ч.

Наливают в стакан приблизительно 300 мл облученного раствора перманганата калия, добавляют к нему 0,5 мл 0,5%-ного раствора сульфата двухвалентного марганца и нейтрализуют 30 мл 12%-ного раствора аммиака. После интенсивного перемешивания фильтруют раствор на воронке Бюхнера диаметром около 50 мм (диаметр фильтра должен быть на 1—2 мм меньше диаметра воронки).

Отфильтрованный перманганат сливают в бутыль, находящуюся под тягой. Осадок многократно промывают водой; промывные воды сливаются в раковину.

Фильтр с осадком переносят в чашку Петри, высушивают под лампой для выпаривания, лакируют и заклеивают в конверт из кальки.

Моют посуду и проверяют ее чистоту с помощью дозиметра. Сдают лаборанту рабочее место.

Измеряют активность препарата на цилиндрическом счетчике Гейгера — Мюллера с полукруглым держателем для образцов. В зависимости от того, каким образом предполагается обрабатывать экспериментальный материал, процедура измерений может строиться по-разному. По указанию преподавателя, дальнейшую работу выполняют в соответствии с пунктом «а», «б» или «в».

### а. Графический анализ большого количества данных

Определяют фон счетчика, поместив в домик пустой держатель для образцов (продолжительность измерения фона 3 мин). Продолжительность измерения активности препарата продолжительностью по 1 мин с интервалом между измерениями в 1 мин. Всего выполняют 80—100 таких измерений. Из результатов измерений вычитают фон, находят логарифмы скоростей счета препарата за вычетом фона ( $\lg I$ ). Наносят на график значения  $\lg I$  в зависимости от времени, прошедшего с начала измерений, и проводят прямую таким образом, чтобы число точек сверху и снизу от нее было примерно одинаково. Параллельно этой прямой проводят линии, ограничивающие область, в которой расположены 95% экспериментальных точек; за пределами этой области могут лежать лишь 5 точек из 100 или 4 из 80 (рис. 44). Построенный таким

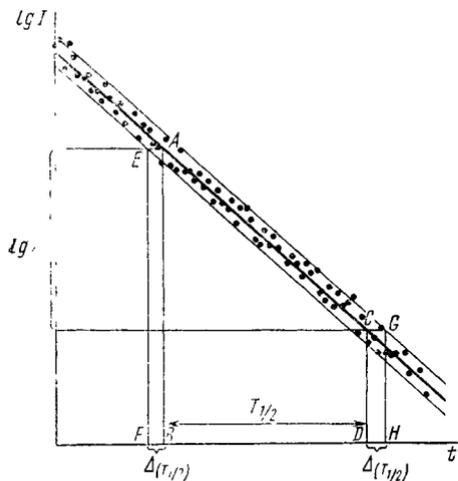


Рис. 44 Определение погрешности периода полураспада при наличии большого количества экспериментальных точек

образом коридор ошибок приблизительно соответствует 95%-ной доверительной вероятности.

От произвольной точки на оси ординат откладывают отрезок, равный  $\lg 2 = 0,301$ . Через концы этого отрезка проводят прямые, параллельные оси абсцисс. Из точек пересечения этих прямых со средней линией и с границами коридора опускают на ось абсцисс перпендикуляры AB, CD, EF и GH (рис. 44). Отрезок BD соответствует периоду полураспада, а отрезки  $BF \approx DH$  — погрешности периода полураспада при доверительной вероятности  $\gamma \approx 0,95$ ,  $\Delta_{0,95}(T_{1/2})$ . Записывают результат с указанием его погрешности и сравнивают с табличным значением периода полураспада.

### б. Обработка данных методом наименьших квадратов

Измеряют фон счетчика в течение 5 мин (при этом в домик следует поместить пустой держатель для образцов). Продолжительность от-

дельного измерения препарата выбирают таким образом, чтобы при 95%-ной доверительной вероятности относительная флуктуация скорости счета препарата не превышала 5% или (если начальная скорость счета ниже 500 имп/мин) 10% (см. гл. 4, § 4,2). Интервал между измерениями должен составлять 10—15 мин. Измерения прекращают, когда начальная активность снизится не менее чем вдвое. Результаты измерений заносят в таблицу (форма 6).

Форма 6

Определение периода полураспада по уменьшению активности препарата

$N_{\Phi} = \dots$ имп за ... мин;		$I_{\Phi} = \dots$ имп/мин					
№ измерения	Астрономическое время		Общее число отсчетов за время измерения, $N$	Зарегистрированная скорость счета, $I_c$	Скорость счета, исправленная на фон, $I = I_c - I_{\Phi}$	Время от начала работы до середины интервала времени измерения $t$ , мин	$lg I$
	начало измерения	конец измерения					

Методом наименьших квадратов (см. гл. 4, § 5) рассчитывают значение углового коэффициента прямой (4.5) и дисперсию этого коэффициента. Находят период полураспада, равный  $T_{1/2} = 0,301/b$  [см. формулы (5.4) и (5.6)]. Используя выражение (4.48), получают формулу для оценки дисперсии величины  $T_{1/2}$ , рассчитываемой на основании коэффициента  $b$ . Вычисляют дисперсию периода полураспада и погрешность определения  $T_{1/2}$ , соответствующую 95%-ной доверительной вероятности,  $\Delta_{0,95}(T_{1/2}) = t_{0,95} \sigma_{T_{1/2}}$  (число степеней свободы  $t$ -распределения в данном случае равно  $f = m - 2$ , где  $m$  — число измерений). Сравнивают полученный результат  $T_{1/2} \pm \Delta_{0,95}(T_{1/2})$  с табличным значением периода полураспада.

*в. Графический анализ небольшого числа данных*

Измерения активности проводят, как описано в пункте «б» настоящей работы. Результаты измерений вносят в таблицу (форма 6).

Используя выражение (4.48), получают формулу для оценки дисперсии функции  $y = \lg I$ . Для каждого экспериментального значения  $lg I$  рассчитывают погрешность  $\Delta_{0,95}(lg I)$  в предположении, что рассеяние результатов связано лишь со статистическим характером распада (соответствующий столбец вводят в таблицу для записи экспериментальных данных).

Строят кривую распада в полулогарифмических координатах, относя логарифмы измеренной активности (за вычетом фона) к середине соответствующих интервалов времени измерения. От каждой точки на графике откладывают отрезки, равные  $\pm \Delta_{0,95}(lg I)$ . Между экспериментальными точками проводят прямую таким образом, чтобы она пересекала все отрезки, характеризующие погрешности значений  $lg I$ .

Из графика находят период полураспада и сравнивают его с табличным значением.

Поскольку этот вариант графического анализа не позволяет оценить погрешность значения  $T_{1/2}$  при заданном уровне доверительной вероятности, полученный результат следует рассматривать как ориентировочный.

Аналогичным образом проводится определение периода полураспада неизвестного изотопа с целью его идентификации.

### **Работа 3. Измерение доз, получаемых при работе с радиоактивными веществами**

Доза, создаваемая точечным источником излучения, прямо пропорциональна времени облучения и количеству радиоактивного вещества и обратно пропорциональна квадрату расстояния между источником, и облучаемым объектом (см. гл. 1, § 3). Дозу можно снизить, используя защитные экраны (см. гл. 1, § 4).

#### **Оборудование и материалы**

Переносный дозиметр. Индивидуальный дозиметр. Переносный радиометр. Свинцовые кирпичи или листовой свинец.

Источники  $\gamma$ -излучения (например,  $^{60}\text{Co}$  или  $^{137}\text{Cs} + ^{137m}\text{Ba}$ ) активностью 1 — 2, 2 — 3 и 3 — 5 мг-экв радия, заключенные в ампулы. Источник  $\beta$ -излучения ( $^{204}\text{Tl}$ ,  $^{38}\text{Cl}$  или  $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ ) активностью 3 — 5 мкКи. Пленка, загрязненная радиоактивными веществами.

#### **Выполнение работы**

Перед началом работы знакомятся по описаниям с принципом действия различных дозиметрических приборов (дозиметров и радиометров). Записывают в тетрадь порядок включения каждого прибора. Записи показывают преподавателю. С разрешения преподавателя приступают к выполнению работы.

##### *а. Изучение изменения мощности дозы с увеличением расстояния от источника до объекта облучения*

Подготавливают место для размещения источника  $\gamma$ -излучения. Под руководством преподавателя подставку, в которую предполагается поместить ампулу с  $\gamma$ -источником, с трех сторон экранируют свинцовыми кирпичами. Приносят контейнер с  $\gamma$ -источником и, используя дистанционный захват, устанавливают ампулу в подставку. Ставят датчик дозиметра на расстоянии 50 см от источника и определяют мощность дозы излучения. Расстояние измеряется от центра источника до центра детектора дозиметра. Повторяют измерения на расстояниях в 75, 100, 125 и 150 см от источника.

Строят график изменения мощности дозы в зависимости от расстояния. Для сравнения на тот же график наносят величины, полученные расчетом по формуле (1.30).

#### *б. Градуировка индивидуальных дозиметров по $\gamma$ -излучению*

Производят зарядку камеры (или камер) индивидуального дозиметра (например, типа КИД). Помещают индивидуальный дозиметр на определенном расстоянии (10—15 см) от источника  $\gamma$ -излучения активностью в 2—3 мг-экв радия. Через 1,5 ч снимают дозиметр и определяют показываемую им дозу. Сравнивают полученный результат с рассчитанным по формуле (1.30), находят величину поправки для градуируемого прибора. Результат сдают преподавателю.

#### *в. Градуировка радиометра по $\gamma$ -излучению*

Устанавливают датчик переносного радиометра, предназначенный для регистрации  $\gamma$ -излучения, на расстоянии 50 см от  $\gamma$ -источника активностью 1—2 мг-экв радия. Записывают показания прибора. Повторяют измерения на расстояниях в 70, 90, 110, 130 и 150 см. Для каждого расстояния по формуле (1.30) рассчитывают величину мощности дозы, создаваемой источником  $\gamma$ -излучения. Строят градуировочную кривую, откладывая по абсциссе показания прибора, а по оси ординат — вычисленную мощность дозы.

#### *г. Градуировка радиометра по $\beta$ -излучению*

Устанавливают соответствующий датчик переносного радиометра на расстоянии 10 см от источника  $\beta$ -излучения активностью в 3—5 мкКи. Записывают показания прибора. Повторяют измерения при расстояниях в 20, 30 и 40 см от источника. Для каждого расстояния по формуле (1.36) рассчитывают величину мощности дозы, создаваемой источником  $\beta$ -излучения. Строят градуировочную кривую, откладывая по осям показания прибора и вычисленную мощность дозы.

#### *д. Определение характера и уровня загрязнения поверхности радиоактивными изотопами*

Получают у преподавателя пленку со следами радиоактивных загрязнений. Переносным радиометром определяют места загрязнения и его характер ( $\beta$ -излучение низкой энергии,  $\beta$ -излучение высокой энергии,  $\gamma$ -излучение). Обводят мелом загрязненные участки. Результаты сдают преподавателю.

#### *е. Снижение мощности дозы с помощью защитных средств*

Измеряют дозу, создаваемую источником  $\gamma$ -излучения на расстоянии 20 см без защиты. Пользуясь методами, описанными в гл. 1, § 4,3 (см. примеры 10 и 11), рассчитывают толщину свинцовой защиты, необходимую для того, чтобы снизить мощность дозы до уровня 0,8 мкР/с. Устанавливают соответствующую защиту. Проверяют правильность расчета, измеряя мощность дозы при наличии защиты.

## Работа 4. Определение абсолютной радиоактивности

В большинстве исследований с использованием радиоактивных индикаторов о содержании изучаемого элемента судят на основании результатов относительных измерений, при которых сравниваются только величины регистрируемой активности. Однако в некоторых случаях бывает нужно определить абсолютную активность образцов, содержащих радиоактивный изотоп. Связь между абсолютной и регистрируемой активностью выражается формулой (3.3). Для определения абсолютной активности применяют различные способы в зависимости от того, каким путем — экспериментальным или расчетным — найден коэффициент регистрации  $\phi$  (см. гл. 3). Если коэффициент  $\phi$  находят экспериментальным путем, процедура определения абсолютной активности сводится к выполнению относительных измерений (см. гл. 3, § 7). Метод определения абсолютной активности, при котором коэффициент  $\phi$  находят расчетным путем (см. гл. 3, § 1—6), часто называют методом фиксированного телесного угла. Этот метод дает менее точные результаты (см. пример 32) однако он более универсален: им можно пользоваться и в тех случаях, когда отсутствуют стандартные препараты, содержащие тот же изотоп, что и используемый в работе.

Цель настоящей работы — определение абсолютной активности раствора, содержащего радиоактивный изотоп, методами относительных измерений и фиксированного телесного угла. Заметим, что при использовании и того, и другого метода препараты для измерения радиоактивности можно готовить любым из известных способов, а не только теми, которые описаны в работах 4,1 и 4,2.

### 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АБСОЛЮТНОЙ АКТИВНОСТИ МЕТОДОМ ОТНОСИТЕЛЬНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Относительные измерения заключаются в сравнении регистрируемой активности двух препаратов, содержащих одинаковые изотопы. Если сравнение активности препаратов проводится в строго тождественных условиях и известна абсолютная активность  $a_{ст}$  одного из препаратов (стандартный препарат), то от результата относительных измерений легко перейти к абсолютной активности исследуемого препарата [формула (3.5)].

Часто целью измерений является определение абсолютной активности не самого измеряемого препарата, а исходного радиоактивного раствора, причем имеется стандартный раствор, содержащий тот же изотоп с известной объемной удельной активностью  $a_{ст}$ . Абсолютные активности исследуемого и стандартного растворов могут быть велики и заметно различаться между собой. В этом случае, прежде чем готовить препараты для измерения активности, требуется провести точное разбавление растворов. Если кратности разбавления исследуемого и стандартного растворов равны  $K$  и  $K_{ст}$ , а объемы разбавленных растворов, отбираемые для приготовления препаратов, равны со-

ответственно  $v$  и  $v_{ст}$ , то объемная удельная активность  $a$  исследуемого раствора определяется выражением

$$a = \frac{I}{I_{ст}} \cdot \frac{K}{K_{ст}} \cdot \frac{v_{ст}}{v} a_{ст}, \quad (5.8)$$

где  $I$  и  $I_{ст}$  — скорости счета (за вычетом фона) препаратов, приготовленных из исследуемого и стандартного растворов. При  $K = K_{ст}$  и  $v = v_{ст}$  (5.8) переходит в (3.5)

Заметим, что хотя при определении активности методом относительных измерений не используется величина геометрического коэффициента  $\eta$ , знание хотя бы ориентировочного значения  $\eta$  желательно и в этом случае. Зная величину геометрического коэффициента, можно заранее рассчитать кратность разбавления стандартного раствора, необходимую для того, чтобы получить раствор с заданной (удобной для работы) объемной удельной скоростью счета.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Установка для регистрации активности. Секундомер. Алюминиевые поглотители для ослабления излучения. Дозиметрический прибор для определения загрязненности поверхностей. Лампа для выпаривания. Штатив лабораторный с кольцами и лапками. Газовая горелка или электроплитка. Шаблон для изготовления препаратов. Шприц медицинский на 5 (10) мл. Пинцет. Кювета эмалированная. Фильтровальная бумага. Фильтры бумажные («синяя лента»).

**Посуда.** Пипетка на 1 — 2 мл. Мерные цилиндры или бюретки на 10 и 50 мл. Пипетка со шпиритом — для стандартного раствора (в боксе, для общего пользования). Мерная колба на 25 или 50 мл. Чашки Петри. Чашечки измерительные стеклянные. Ванночки фарфоровые. Промывалка с грушей. Капельница стеклянная — для лака. Бутыли для слива радиоактивных отходов (под тягой).

**Реактивы.** Ацетон. Лак (раствор плексигласа в дихлорэтаноле).

**Радиоактивные вещества.** Стандартный раствор, содержащий радиоактивный изотоп (например,  $^{32}P$ ,  $^{89}Sr$  или  $^{131}I$ ) с известной ( $\sim 5$  мкКи/мл) объемной удельной активностью (в боксе). Ампула с контрольным раствором, содержащим тот же изотоп с неизвестной (0,5 — 50 мкКи/мл) объемной удельной активностью (в контейнере).

### Выполнение работы

Знакомятся с правилами работы с открытыми радиоактивными препаратами (см. гл. 1, § 7,1). Составляют «Инструкцию на рабочем месте» для используемого радиоактивного изотопа (см. гл. 2, § 1).

Проверяют наличие всех необходимых для работы принадлежностей. Ставят на стол кювету, покрывают ее фильтровальной бумагой, на кювету ставят штатив, в штативе укрепляют шприц с пипеткой на 1—2 мл.

Проверяют герметичность шприца. Для этого при помощи шприца засасывают в пипетку дистиллированную воду. Пипетку с водой поднимают над стаканом и оставляют на некоторое время, наблюдая, не происходит ли самопроизвольного скапывания жидкости. Если скапывание наблюдается, следует прежде всего проверить места соединения резинового шланга с пипеткой и шприцем; кроме того, полезно смазать поршень шприца небольшим количеством смазки. Если эти меры окажутся неэффективными, то целесообразно сменить шприц.

В «холодном» опыте должны быть выявлены и устранены трудности проведения конкретных операций, аналогичных тем, которые предстоят в основном опыте с радиоактивным изотопом. Хотя радиоактивный изотоп в холодном опыте отсутствует, все операции должны проводиться с соблюдением тех правил техники безопасности, которые обязательны при работе с радиоактивностью.

Берут неактивный раствор, содержащий тот же элемент и в той же химической форме, что и радиоактивный раствор, с которым предстоит работать в дальнейшем. (Например, если предполагается работа с 0,05 М  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , содержащим изотоп  $^{32}\text{P}$ , берут неактивный 0,05М  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ .) Используя этот раствор, проводят операции приготовления препаратов накапыванием на бумажный фильтр и выпариванием в измерительных чашечках, как описано в гл. 2, § 4.

При приготовлении препаратов методом накапывания добиваются, чтобы раствор не растекался за пределы окружности, соответствующей внутреннему диаметру препарата, и чтобы в процессе работы не происходило прокапывания раствора через фильтр; следят также за тем, чтобы фильтр при высушивании не обугливался и не коробился. При приготовлении препаратов в чашечках обращают внимание на то, чтобы в процессе выпаривания не происходило разбрызгивание жидкости.

*б. Приготовление стандартного раствора с заданной удельной активностью*

Используя ориентировочное значение геометрического коэффициента (оценивается на основании данных работы 1, 1е) или коэффициента регистрации (сообщается преподавателем), находят объемную удельную скорость счета исходного стандартного раствора. Определяют величину кратности разбавления  $K$ , показывающую, во сколько раз нужно разбавить исходный стандартный раствор, чтобы получить раствор с заданной объемной удельной скоростью счета. (Например, при использовании счетчика Гейгера — Мюллера объемную удельную скорость счета разбавленного раствора можно задать в интервале 1000—10 000 имп/мин·мл.) Берут мерную колбу объемом  $V$  мл ( $V = 25$  мл или 50 мл). Рассчитывают объем исходного раствора, который следует взять, чтобы, разбавив его в имеющейся мерной колбе, получить раствор с заданной объемной удельной скоростью счета; этот объем равен  $V/K$ .

Если найденный в результате расчета объем может быть отобран имеющимися пипетками с достаточной точностью (например, больше 0,25 мл, если имеется пипетка на 1 мл, или больше 0,5 мл, если имеется пипетка на 2 мл), то приступают к точному разбавлению исходного стандартного раствора. С этой целью отбирают с помощью пипетки со шприцем рассчитанный объем исходного раствора в мерную колбу, в которую предварительно добавлена дистиллированная вода. Пипетку два-три раза промывают дистиллированной водой; промывную жидкость каждый раз сливают в мерную колбу. После промывания

пипетки раствор в колбе доводят водой до метки и перемешивают, держа над кюветой. (Если отбор пробы проводят по разности уровней раствора в пипетке, то остаток радиоактивного раствора выдавливают шприцем обратно в колбу с исходным раствором, а промывая пипетку, сливают промывную жидкость в склянку для радиоактивных отходов.)

Если рассчитанный объем исходного раствора не может быть отобран имеющимися пипетками с достаточной точностью, то следует проводить двукратное разбавление, как это описано, например, в гл. 2, § 2.

### *в. Разбавление контрольного раствора*

Проводят предварительную (очень грубую) оценку регистрируемой активности контрольного раствора. С помощью пипетки со шприцем наносят каплю этого раствора в центр чашечки или кружка фильтровальной бумаги, подготовленной (как это описано в гл. 2, § 4) для приготовления препарата. Подсушивают препарат и измеряют его активность в течение 1 мин. Если регистрируемая активность настолько высока, что счетчик «захлебывается», то для снижения скорости счета между препаратом и счетчиком помещают алюминиевый поглотитель.

Пользуясь найденным значением скорости счета и зная объем капли (а при применении поглотителя — также и коэффициент ослабления излучения в слое алюминия известной толщины), рассчитывают, какой объем исходного раствора следует взять, чтобы, разбавив его в имеющейся мерной колбе (на 25 или 50 мл), получить раствор с заданной объемной удельной скоростью счета.

Выполняют точное разбавление контрольного раствора таким же образом, как проводилось разбавление стандартного раствора.

### *г. Измерение активности и обработка результатов измерений*

Из разбавленных растворов (стандартного и контрольного) готовят две серии препаратов: 3 препарата из стандартного раствора (I серия) и 3 препарата из контрольного раствора (II серия). Препараты готовят методом накапывания на фильтр или выпаривания в измерительных чашечках (по согласованию с преподавателем). Процедура приготовления препаратов описана в гл. 2, § 4. На бумажные фильтры наносят по 0,25—0,5 мл, а в измерительные чашечки вносят по 0,5—1,0 мл разбавленного радиоактивного раствора. Препараты каждой серии следует готовить из одинаковых объемов растворов. Препараты, приготовленные путем накапывания на бумажный фильтр, обрезают по заранее отмеченной внешней окружности и хранят до измерений в фарфоровой ванночке или чашке Петри.

Измерение радиоактивности каждой серии препаратов и обработку результатов измерений проводят по схеме 2 (стр. 124). Выполняют предварительные измерения регистрируемой активности одного из препаратов каждой серии и фона продолжительностью по 1 мин. Задаваясь величиной  $\delta_{0,95}(I_C - I_\Phi) = 0,03$ , по формулам (4.57) или с помощью табл. П.12 находят оптимальную продолжительность измере-

ний препаратов каждой серии вместе с фоном  $t_c$  и фона  $t_\phi$ . Измеряют каждый из препаратов I серии в течение времени  $t_{c(t)}/3$  мин, затем проводят 3 измерения фона\* продолжительностью по  $t_\phi/3$  мин каждое ( $t_\phi$  — большее из найденных расчетом значений времени измерения фона), после этого измеряют каждый из препаратов II серии в течение времени  $t_{c(II)}/3$  (допускается округление продолжительности измерений в сторону ее увеличения)\*\*. Результаты измерения заносят в таблицу (форма 7). Находят средние арифметические измеренных скоростей счета (формула 4.8).

По формуле (4.9) рассчитывают выборочную дисперсию значений  $I_c$ , полученных при измерении какой-нибудь одной (например, первой) серии препаратов. Рассчитывают величину  $\chi^2_{\text{экрп}}$  [формула (4.44)] и сопоставляют ее с табличным значением  $\chi^2_{0,05}$  (2) (см. табл. П.11).

В зависимости от того, соответствует или не соответствует распределение результатов измерений закону Пуассона, по данным измерения каждой серии препаратов и фона рассчитывают дисперсию пуассоновского распределения (формула (4.25)) или выборочную дисперсию [формула (4.9)]. Находят средние скорости счета препаратов I и II серии, исправленные на фон. Оценивают погрешности  $\Delta_{0,95}$  определения регистрируемой активности  $I = I_c - I_\phi$  препаратов каждой серии, используя формулу (4.81), если нет оснований считать, что распределение результатов отличается от пуассоновского, или формулу (4.85) — если отличие от распределения Пуассона значимо. По формуле (4.86) находят соответствующие относительные погрешности  $\delta_{0,95}$ . Значения абсолютной  $\Delta_{0,95(t)}$  и относительной  $\delta_{0,95(t)}$  погрешностей скоростей счета при 95%-ной доверительной вероятности вносят в последние столбцы таблицы результатов эксперимента (форма 7.)

По формуле (5.8) рассчитывают абсолютную объемную активность контрольного раствора. (Кратность разбавления  $K$  определяют как отношение общего объема разбавленного раствора, равного объему используемой мерной колбы, к объему исходного раствора, взятого для разбавления.) Пользуясь законом накопления погрешностей [см. соотношения (4.52) — (4.53)], находят выражение для относительного квадратического отклонения величины  $a$ , определяемой по формуле (5.8). Рассчитывают относительную и абсолютную погрешности величины  $a$ , соответствующие 95%-ной доверительной вероятности, принимая, что погрешности  $\delta_{0,95}$  величин  $K$  и  $v$  не превышают 2%, а погрешность  $\delta_{0,95(a_{\text{ст}})} = 0,03$ .

Полученный результат в виде  $a \pm \Delta_{0,95(a)}$  сдают преподавателю.

После проведения измерений использованные препараты кладут на кювету под тягой, где специально отведено место для сбора сухих радиоактивных отходов. Пипетку по окончании работы промывают сначала разбавленной кислотой, содержащей соль неактивного изо-

\* Определение фона следует проводить в тех же условиях, что и измерение радиоактивного препарата. Поэтому, измеряя фон, нужно помещать в домик держатель для образцов.

\*\* По согласованию с преподавателем можно, не задаваясь оптимальной продолжительностью измерений, ограничиться измерением каждого препарата и фона в течение 1—2 мин.

## Результаты эксперимента

№ измерения	Объект измерения	Продолжительность измерения, $t$	Число зарегистрированных импульсов, $N$	Скорость счета, $I_c(I_\Phi)$	Средняя скорость счета, $\bar{I}_c(\bar{I}_\Phi)$	Дисперсия пуассоновского распределения, $\sigma^2(I_c)$ (пуасс( $I_\Phi$ )) или выборочная дисперсия	Скорость счета, исправленная на фон, $\bar{I} = \bar{I}_c - \bar{I}_\Phi$	Погрешность величины $\bar{I}$ при 95%-ной доверительной вероятности	
								$\Delta 0,95(I)$	$\delta 0,95(I)$
1	Препарат «стандартный» № 1 То же № 2 » № 3								
2									
3									
4	Фон » »								
5									
6									
7	Препарат «контрольный» № 1 То же № 2 » № 3								
8									
9									

топа исследуемого элемента, затем дистиллированной водой, засасывая промывную жидкость из стакана шприцем и спуская ее в другой стакан, предназначенный для слива радиоактивных отходов.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АБСОЛЮТНОЙ АКТИВНОСТИ МЕТОДОМ ФИКСИРОВАННОГО ТЕЛЕСНОГО УГЛА

Определение абсолютной радиоактивности методом фиксированного телесного угла заключается в измерении регистрируемой скорости счета с помощью радиометрической аппаратуры в сочетании с расчетом всех необходимых поправочных коэффициентов, входящих в коэффициент регистрации  $\Phi$  [см. формулу (3.21) и пример (18)]. Поскольку каждый из поправочных коэффициентов вносит погрешность в определяемое значение абсолютной активности, стремятся обеспечить такие условия регистрации, которые позволяют считать хотя бы некоторые из поправочных коэффициентов практически равными 1. С этой целью готовят для измерения препараты, содержащие малые количества носителя и на подложке, дающей минимальное обратное рассеяние. Однако даже в этих случаях полезно оценить расчетным путем реальную величину поправочных коэффициентов (см. примеры 16 и 18).

## Оборудование и реактивы

**Оборудование, материалы и посуда.** То же, что в работе 4,1. Кроме того: разборная воронка (см. рис. 15) или пробирки из плексигласа со съемным дном (см. рис. 16); коническая колба с боковым отводом для отсасывания (колба Бунзена); центрифуга.

**Реактивы.** Ацетон. Лак (раствор плексигласа в дихлорэтано). Набор реактивов для осаждения используемого в работе элемента.

**Набор реактивов для осаждения фосфора.** Магнезиальная смесь (50 г  $MgCl_2 \times 6H_2O$  и 100 г  $NH_4Cl$  растворяют в 500 мл воды, подкисляют 1 мл конц.  $HCl$  и объем раствора доводят водой до 1 л). Растворы: 0,05 М  $Na_2HPO_4$ ; конц.  $HCl$ ; ~ 13н. (конц.), ~ 6н. (1 : 1) и ~ 0,2 н. (разб.)  $NH_3$ .

**Набор реактивов для осаждения стронция.** Растворы: 0,05 М  $Sr(NO_3)_2$  или  $SrCl_2$ ; ~ 4%-ный (насыщ.) и ~ 0,2%-ный (разб. 1 : 20)  $(NH_4)_2C_2O_4$ ; ~ 10%-ный (насыщ.)  $H_2C_2O_4$ ; ~ 6 н. (1 : 1) и ~ 0,2 н. (разб.) аммиак; конц.  $HCl$ ; 95%-ный и 50%-ный  $C_2H_5OH$ ; 0,02%-ный индикатор (метилловый красный или метилловый оранжевый)

**Набор реактивов для осаждения иода.** Растворы: 0,05 М  $NaI$ ; 0,05 М  $AgNO_3$ ; 0,05 н. и 2 н.  $HNO_3$ ; насыщ.  $KNO_3$ .

**Радиоактивные вещества.** Набор стандартных препаратов известной толщины с надежно установленной абсолютной активностью ( $^{204}Tl$ ,  $^{90}Sr + ^{90}Y$  или  $^{60}Co$ ) — для определения геометрического коэффициента. Ампула с контрольным активным раствором, содержащим известный изотоп, иной, чем в стандартных препаратах (в контейнере).

## Выполнение работы

Составляют «Инструкцию на рабочем месте» по работе с теми радиоактивными изотопами, которые предстоит использовать.

Проверяют наличие необходимого оборудования и реактивов, убеждаются в герметичности шприца, с помощью которого будут браться пробы активных растворов (см. стр. 153).

Измеряют активность трех стандартных препаратов таким образом, чтобы относительная флуктуация скорости счета каждого препарата при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышала 5%. По формулам (3.10) и (3.11) находят значения поправочных коэффициентов ослабления и самоослабления излучения используемого радиоактивного изотопа. С помощью графика, приведенного на рис. 22, оценивают значение коэффициента обратного рассеяния ( $Z$  для плексигласа принимают равным 7). По формуле (3.18) рассчитывают величину геометрического коэффициента. Используя закон накопления погрешностей, находят погрешность определения геометрического коэффициента, полагая, что при  $\gamma = 0,95$  относительная погрешность абсолютной активности стандартных препаратов  $\delta_a = 0,03$ , а относительная погрешность значений коэффициентов ослабления  $\delta_{k_i} = 0,15$ . (Об относительных погрешностях определения коэффициентов самоослабления и обратного рассеяния нет сведений. Можно только предполагать, что эти погрешности соизмеримы с погрешностями коэффициентов ослабления, и принять их равными, например  $\delta_{0,95(S)} = \delta_{0,95(Q)} = 0,15$ .)

Для расчета геометрического коэффициента можно также воспользоваться данными, полученными либо в работе 1,1 (при определении величины разрешающего времени), либо в работе 4,1 (при измерении препаратов, приготовленных из аликвот стандартного раствора).

Затем проводят «холодный» опыт, отрабатывая процедуру выделения изотопа методом осаждения с носителем. Осаждение выполняют, используя неактивный раствор, содержащий тот же элемент и в той же химической форме, что и радиоактивный раствор, с которым предстоит работать в дальнейшем. Процедура выделения изотопов осаждением описана в общем виде в гл. 2, § 4, а методики выделения соответствующих элементов с носителем приведены на стр. 160. Осадок от раствора отделяют фильтрованием или центрифугированием (по согласованию с преподавателем). При отработке методики осаждения в «холодном» опыте добиваются: а) полноты осаждения вещества (осадок  $\text{AgI}$ , например, должен полностью скоагулировать); б) полноты отделения осадка от раствора; в) равномерности распределения осадка по поверхности фильтра или подложки.

Получают от преподавателя контрольный раствор, абсолютную активность которого надлежит определить. Предварительно оценивают регистрируемую активность контрольного раствора, как было описано в работе 4,1 в. На основании полученной оценки рассчитывают, какой объем исходного раствора необходимо отобрать, чтобы, разбавляя его до метки в имеющейся мерной колбе, получить разбавленный раствор с заданной объемной удельной скоростью счета (200—2000 имп/мин·мл при измерениях с помощью счетчика Гейгера — Мюллера). Приготавливают разбавленный радиоактивный раствор (в случае необходимости проводят двукратное разбавление). Точное разбавление контрольного раствора выполняют аналогично тому, как это описано в работе 4,1 б.

Далее в каждый из трех химических стаканов, содержащих раствор соли носителя, добавляют с помощью пипетки порцию разбавленного активного раствора исходя из расчета, чтобы общая добавленная активность была приемлемой для измерений с данным детектором (~2000 имп/мин при использовании счетчика Гейгера — Мюллера). В каждом стакане осаждают изотопы по методике, описанной на стр. 160. Осадок от раствора отделяют с помощью метода, отработанного при проведении «холодного» опыта. Сушат приготовленные препараты под лампой, покрывают их лаком и снова подсушивают на воздухе.

Фильтрат (центрифугат) по окончании работы сливают в специальную бутылку для отходов; насадку и стеклянный фильтр или центрифужные пробирки моют вместе со всей посудой, использованной при проведении опытов.

Измеряют активность приготовленных препаратов, задаваясь величиной  $\delta_{0,95(t)} = 0,05$ . Результаты измерений обрабатывают по схеме 2 (стр. 124). Данные измерений и результаты их обработки вносят в таблицу (см. формулу 7).

Из стехиометрических соотношений реакции осаждения рассчитывают массу осадка. Зная площадь препарата и массу осадка, находят толщину слоя радиоактивного вещества в  $\text{мг}/\text{см}^2$ . По формуле (4.18) оценивают величину поправочного коэффициента самоослабления. Пользуясь графиком, приведенным на рис. 22, и принимая эффективное значение атомного номера для плексигласа равным 7,

оценивают величину поправки на обратное рассеяние излучения от материала подложки.

По формуле (3.21) рассчитывают величину абсолютной активности измеренных препаратов. Зная кратность разбавления, определяют объемную удельную активность контрольного раствора.

Используя закон накопления погрешностей, оценивают погрешность полученного результата при 95%-ной доверительной вероятности, принимая  $\delta_k = \delta_S = \delta_q = 0,15$ .

Результаты сдают преподавателю в виде  $a \pm \Delta_{0,95(a)}$ .

#### Методы выделения некоторых изотопов осаждением с носителем

**Фосфор-32. Осаждение в виде магний-аммоний-фосфата.** В стакан наливают 2 мл 0,05 М  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , разбавляют водой до 10 мл и добавляют определенный объем приготовленного раствора, содержащего  $^{32}\text{P}$  (исходя из расчета, чтобы общая активность не превышала 2000 имп/мин). В раствор добавляют 1 каплю конц.  $\text{HCl}$  и 10—12 мл раствора магниальной смеси. Затем, при непрерывном перемешивании стеклянной палочкой вводят разбавленный (1 : 1) раствор аммиака. При появлении белого кристаллического осадка фосфата перестают добавлять аммиак и продолжают перемешивание до прекращения образования осадка. Затем вводят еще несколько капель аммиака, снова перемешивают и продолжают подобную процедуру до тех пор, пока раствор не станет щелочным. Добавляют еще 10 мл аммиака (1 : 1), после чего оставляют раствор с осадком на 20—30 мин, периодически перемешивая стеклянной палочкой. Отделяют осадок от раствора фильтрованием или центрифугированием (стр. 61).

**Стронций-89. Осаждение в форме сульфата.** В стакан наливают 2 мл 0,05 М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  (или  $\text{SrCl}_2$ ), добавляют рассчитанное количество активного раствора, содержащего  $^{89}\text{Sr}$ , и осторожно приливают 30—40 мл разбавленной (1 : 1)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и 3—5 мл  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ . Содержимое стакана перемешивают и оставляют стоять на несколько часов. Отделяют осадок от раствора. Осадок промывают сначала 3—5 мл 50%-ного спирта, затем небольшим количеством разбавленной (1 : 10)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и окончательно — 95%-ным спиртом для удаления следов кислоты.

**Осаждение в форме оксалата.** В стакан наливают 2 мл 0,05 М раствора соли стронция, добавляют рассчитанное количество активного раствора, содержащего  $^{89}\text{Sr}$ , 1 мл конц.  $\text{HCl}$  и разбавляют водой до 15 мл. Нагревают раствор на водяной бане до  $\sim 50^\circ\text{C}$ , прибавляют 3 капли индикатора метилового красного или метилового оранжевого и нейтрализуют аммиаком (1 : 1), добавляя 1—2 мл избытка. Затем медленно, при сильном перемешивании, прибавляют 10%-ный раствор  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  до кислой реакции (плюс 1 мл избытка). Продолжая энергичное перемешивание, вводят 5 мл насыщ.  $\sim 4\%$ -ного раствора  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Содержимое стакана разбавляют водой до 50—60 мл, кипятят 1—2 мин и оставляют на полчаса на теплой водяной бане; затем охлаждают, отделяют осадок от раствора и промывают его небольшим объемом разбавленного раствора щавелевокислого аммония.

**Иод-131. Осаждение в форме иодида серебра.** В стакан наливают 2 мл 0,05 М  $\text{NaI}$ , добавляют определенный объем активного раствора, содержащего  $^{131}\text{I}$ . Подкисляют раствор 1 мл разбавленной (2н.)  $\text{HNO}_3$ , не содержащей хлорид-иона, добавляют 5—10 мл воды и небольшими порциями при помешивании 10—12 мл 0,05 М  $\text{AgNO}_3$ . Смесь нагревают на водяной бане до  $60—70^\circ$ , добавляют несколько миллилитров насыщенного  $\text{KNO}_3$  и оставляют в затемненном месте в течение четверти часа при периодическом перемешивании. Скоагулировавшийся осадок отделяют от раствора, промывают его сначала несколькими миллилитрами теплой 1%-ной  $\text{HNO}_3$  и затем 2 раза минимальным количеством воды.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ АБСОЛЮТНОЙ АКТИВНОСТИ РАСТВОРА

#### Оборудование и реактивы

Те же, что в работах 4,1 и 4,2.

## Выполнение работы

Получают от преподавателя раствор, содержащий известный радиоактивный изотоп, и определяют общую абсолютную активность этого раствора любым методом. Результат сдают преподавателю в виде  $a \pm \Delta_{0,95(a)}$ .

### Работа 5. Изучение кинетики гомогенного изотопного обмена

Изотопным обменом называют самопроизвольный процесс перераспределения изотопов одного элемента между разными фазами, молекулами (химически различными или тождественными) или внутри молекул. Если обменивающиеся изотопы находятся в одной фазе, то изотопный обмен называют гомогенным.

Рассмотрим следующую схему гомогенного изотопного обмена. Между соединениями АХ и ВХ, молярные концентрации которых равны  $a$  и  $b$  соответственно, протекает обмен изотопами элемента Х. Соединение ВХ помечено по элементу Х, а соединение АХ первоначально неактивно. Будем считать, что убыли радиоактивного изотопа за счет распада в ходе обмена не происходит. Если радиоактивный изотоп отметить звездочкой, то можно записать



В соответствии со сказанным молярная концентрация  $(AX) + (AX^*)$  равна  $a$ , а  $(BX) + (BX^*)$  равна  $b$ . Пусть молярная концентрация  $(AX^*)$  будет  $x$ , а  $(BX^*)$  —  $y$ . В ходе изотопного обмена  $a$  и  $b$  остаются постоянными, а  $x$  и  $y$  меняются во времени.

При условии, что в начальный момент времени  $t = 0$ ,  $x = 0$ , уравнение кинетики гомогенного изотопного обмена имеет вид

$$-\ln(1-F) = R \frac{a+b}{ab} t, \quad (5.9)$$

где  $R$  — скорость реакции изотопного обмена;  $F$  — степень обмена, которая в случае первоначально неактивного соединения АХ равна

$$F = x/x_{\infty}, \quad (5.10)$$

где  $x_{\infty}$  — молярная концентрация АХ\* при равновесии, которая связана с молярной концентрацией соединения ВХ\* в начальный момент времени ( $y_0$ ) соотношением

$$x_{\infty} = \frac{a}{a+b} y_0. \quad (5.11)$$

(Это соотношение можно получить совместным решением уравнений  $x_{\infty} + y_{\infty} = y_0$  и  $x_{\infty}/y_{\infty} = a/b$ .)

Важной характеристикой кинетики изотопного обмена служит величина периода полуобмена  $\tau_{1/2}$  — промежуток времени, в течение которого степень обмена достигает значения 0,5. Подставляя в уравнение (5.9)  $t = \tau_{1/2}$  и  $F = 0,5$ , получим

$$\tau_{1/2} = \frac{\ln 2}{R} \cdot \frac{ab}{a+b}. \quad (5.12)$$

Используя (5.12) и переходя к десятичным логарифмам, уравнение (5.9) можно привести к виду

$$-\lg(1-F) = \frac{\lg 2}{\tau_{1/2}} t. \quad (5.13)$$

С помощью уравнений (5.13) или (5.9) по экспериментально найденной зависимости  $-\lg(1-F)$  от  $t$  можно определить  $\tau_{1/2}$  или  $R$ . Значение  $\tau_{1/2}$  (или  $R$ ) далее, как правило, используют для определения константы скорости  $k$  реакции изотопного обмена.

Реакции изотопного обмена протекают или по первому, или, чаще по второму порядку. В случае бимолекулярной реакции можно записать:

$$R^{II} = k^{II} ab, \quad (5.14)$$

где  $R^{II}$  — скорость;  $k^{II}$  — константа скорости реакции второго порядка. Учитывая (5.14), из уравнения (5.12) получаем

$$k^{II} = \frac{0,693}{\tau_{1/2}} \frac{1}{a+b}. \quad (5.15)$$

Зависимость константы скорости реакции  $k$  от температуры описывается уравнением Аррениуса:

$$k = ze^{-\frac{E}{R_T}}, \quad (5.16)$$

где  $z$  — коэффициент, называемый предэкспоненциальным или частотным фактором;  $R_T$  — газовая постоянная;  $T$  — абсолютная температура;  $E$  — энергия активации. Прологарифмировав (5.16), получим выражение

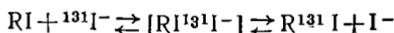
$$\lg k = \lg z - \frac{E}{R_T} \lg e, \quad (5.17)$$

которое дает возможность графическим путем определить  $E$ , если известны значения  $k$ , соответствующие разным температурам.

Для нахождения  $E$  по экспериментальным данным строят прямую в координатах  $\lg k - \frac{1}{T}$ . Определив тангенс угла наклона прямой  $\operatorname{tg} \theta$  и учитывая, что  $\frac{R_T}{\lg e} = 4,576$  кал/моль · град, находят величину  $E$ , равную

$$E = -4,576 \operatorname{tg} \theta \text{ (кал/моль)}. \quad (5.18)$$

Цель данной работы — исследование бимолекулярной реакции изотопного обмена между алкилиодидами  $RI$  и иодид-ионами в спиртовом растворе. Схема обмена, протекающего по ассоциативному механизму, следующая:



**Оборудование и материалы.** Радиометрическая установка для регистрации излучения  $^{131}\text{I}$ . Секундомер. Разборная воронка для фильтрования (см. рис. 15). Прибор для проведения изотопного обмена (рис. 45)\*. Кювета со льдом. Лампа для выпаривания.

**Посуда.** Мерные цилиндры на 100 мл (1 шт.) и на 10 мл (1 шт.). стакан на 100 мл. стаканы на 50 мл (4 шт.) Делительные воронки на 50 мл (2 шт.). Воронка. Стеклянная палочка.

**Реактивы.** Бензол. Растворы: 0,10 М  $\text{AgNO}_3$ ; 0,5 н.  $\text{HNO}_3$ ; 0,2 М спиртовой раствор изопропил- или бутилиодида.

**Радиоактивное вещество.** 0,2 М спиртовой раствор  $\text{NaI}$ , содержащий  $^{131}\text{I}$ , удельной активностью около  $10^3$  имп/мин · мл (если для регистрации излучения используют счетчик Гейгера — Мюллера).

### Выполнение работы

В стакане на 100 мл смешивают по 50 мл 0,2 М спиртовых растворов  $\text{RI}$  и  $\text{NaI}$ , меченного  $^{131}\text{I}$ , смесь перемешивают стеклянной палочкой и определяют исходную активность  $\text{NaI}$  в 2 мл полученного раствора. Для этого пипеткой отбирают 2 мл смеси (выполняют 3 параллельных опыта) и с помощью 10 мл 0,1 М  $\text{AgNO}_3$  и 1 мл 0,5 н.  $\text{HNO}_3$  осаждают иод в виде  $\text{AgI}$ . Осадок отфильтровывают на разборной воронке для фильтрования (см. рис. 15), сушат, покрывают лаком и измеряют его активность (все измерения активности в данной работе проводят таким образом, чтобы относительная флуктуация скорости счета препаратов при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышала 3%). Из результатов измерений рассчитывают  $I_0$ , имп/мин · мл.

Оставшуюся смесь помещают в реакционный сосуд (6) прибора для проведения изотопного обмена (рис. 45). Реакцию изотопного обмена проводят при 4 разных температурах в интервале от 35 до 80° С. За одно занятие студент может изучить изотопный обмен при одной какой-либо температуре, указанной преподавателем.

Через 5, 15, 30, 60, 90 и 150 мин после начала опыта\*\* с помощью пипетки 4 прибора для проведения изотопного обмена (см. рис. 45) отбирают по 2 пробы (каждая объемом 2 мл). Перед тем как приступить

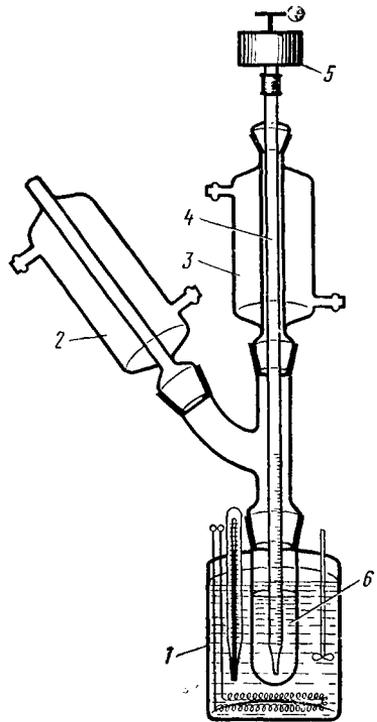


Рис. 45. Прибор для проведения изотопного обмена:

1 — термостат; 2, 3 — обратные холодильники, 4 — пипетка на 2 мл, 5 — поршневой наконечник; 6 — реакционный сосуд

\* Конструкция этого прибора предложена А. А. Волковым

\*\* Время отбора проб согласуют с преподавателем.

к отбору проб, соответствующих определенной продолжительности изотопного обмена, пипетку (находящуюся в приборе для изучения обмена) 2—3 раза промывают реакционной смесью, используя для этой цели поршневой наконечник 5. Отобранную пробу помещают в стеклянный стаканчик на 50 мл. Для резкого замедления скорости обмена стаканчики охлаждают в кювете со льдом. В каждый стаканчик прибавляют по 10 мл бензола и 10 мл дистиллированной воды. Смеси взбалтывают и слои разделяют. Из водно-спиртового раствора (нижний слой) осаждают  $\text{AgI}$  с помощью 10 мл 0,1 М  $\text{AgNO}_3$  и 2 мл 0,5 н.  $\text{HNO}_3$ . С помощью воронки для фильтрования готовят осадки. Измеряют активности всех осадков и находят значения  $I_t$ , имп/мин · мл, отнесенные к одному и тому же моменту времени (учет радиоактивного распада).

Зная концентрацию  $\text{NaI}$  и  $\text{RI}$  в смеси, рассчитывают  $I_\infty$ , имп/мин · мл, подставляя в формулу (5.11)  $I_0$  вместо  $y_0$ . Для каждого момента отбора пробы  $t$  определяют по формуле (5.10) степень обмена  $F$  (концентрации  $x$  и  $x_\infty$  можно заменить соответствующими значениями скоростей счета, так как величины последних пропорциональны концентрациям  $^{131}\text{I}$ ).

Строят график зависимости функции —  $\lg(1 - F)$  от  $t$ . Определяют период полуобмена  $\tau_{1/2}$ , откладывая на ординате графика отрезок, равный  $\lg 2 = 0,301$ , и находя проекцию этого отрезка на ось абсцисс.

По уравнению (5.15) вычисляют значение константы обмена  $k^{\text{II}}$ , считая, что имеет место бимолекулярная реакция изотопного обмена. Полученные для разных температур значения  $k^{\text{II}}$  наносят на графики в координатах  $\lg k - \frac{1}{T}$  и определяют энергию активации изотопного обмена. Если энергия активации рассчитана методом наименьших квадратов (см. гл. 4, § 5), то указывают погрешность найденной величины.

## Работа 6. Изучение изотопного обмена ионами $\text{I}^-$ между раствором и осадком $\text{PbI}_2$

Гетерогенный изотопный обмен может осуществляться между молекулами, находящимися в разных фазах: в газовой и твердой, в жидкой и твердой, в газовой и жидкой и т. д.

Для изотопного обмена с участием твердой фазы при достаточно больших скоростях перемешивания газовой или жидкой фазы скорость всего процесса определяется скоростью диффузии меченого атома или молекулы от границы в глубь твердой фазы.

Обмен ионами  $\text{I}^-$  между раствором  $\text{NaI}$  и осадком  $\text{PbI}_2$  — типичный пример гетерогенного изотопного обмена. Быстрая скорость обмена в системе  $\text{NaI}$  — свежесозаженный  $\text{PbI}_2$  обусловлена перекристаллизацией частиц свежеприготовленного осадка  $\text{PbI}_2$ . По мере старения осадка  $\text{PbI}_2$  скорость перекристаллизации заметно уменьшается. Если в изотопный обмен с раствором  $\text{NaI}$  ввести крупные совершенные кристаллы  $\text{PbI}_2$ , которые не подвержены перекристалли-

зации, то изотопный обмен при комнатной температуре практически не идет.

Цель данной работы — качественное сравнение степеней обмена иодом для свежееосажденного и стабилизированного осадков  $PbI_2$ .

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации излучения  $^{131}I$ . Секундомер. Центрифуга. Разборная воронка для фильтрования (см. рис. 15). Прибор для встряхивания пробирок (желательно термостатированный). Подставка для пробирок с 10 гнездами. Штатив. Водяная баня. Газовая горелка. Аналитические весы. Пипетки со шприцем на 1 мл (2 шт.).

**Посуда.** Центрифужные пробирки с притертыми пробками (10 шт.). Стаканы на 50 мл (2 шт.). Пипетка на 5 мл. Чашечки для измерения активности.

**Реактивы.**  $CH_3COOH$ . Воздушно-сухой осадок  $PbI_2$ , стабилизированный при комнатной температуре в собственном насыщенном водном растворе. Растворы: 0,05 М  $NaI$ ; 0,025 М  $Pb(NO_3)_2$ ; 0,1 М  $Na_2SO_3$ .

**Радиоактивное вещество.** 0,025 М  $NaI$ , меченный  $^{131}I$ , удельной активностью около  $10^3$  имп/мин·мл (если для регистрации излучения используют счетчик Гейгера — Мюллера).

### Выполнение работы

Сначала необходимо определить объемную удельную активность  $I_0$  исходного раствора  $Na^{131}I$ . Для этого в три чашечки пипеткой переносят по 0,5 мл этого раствора. После отбора каждой порции жидкости пипетку дважды промывают 0,1 М  $Na_2SO_3$  (общий объем промывной жидкости должен составлять 0,3—0,4 мл). Промывной раствор сливают в соответствующую чашечку, присоединяя его к раствору  $Na^{131}I$ . Затем растворы в чашечках под лампой осторожно выпаривают досуха и проводят измерения активности в течение времени, необходимого для того, чтобы относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышала 5% (это же условие соблюдают и при выполнении всех остальных измерений активности в последующей работе). Из результатов измерения препаратов рассчитывают среднее и далее находят  $I_0$ .

Первую серию опытов проводят, используя свежеприготовленный осадок  $PbI_2$ . Для получения осадка  $PbI_2$  в 5 центрифужных пробирок наливают по 3 мл 0,025 М  $Pb(NO_3)_2$ , добавляют по 2—3 капли  $CH_3COOH$  и затем вносят по 3 мл 0,05 М  $NaI$ . Пробирки опускают на несколько минут в кипящую воду до полного растворения осадка, а затем охлаждают их под струей воды. (Эту операцию проводят для стандартизации условий получения осадков во всех пробирках.) Выпавшие осадки 5—10 мин центрифугируют (при центрифугировании пробирки ни в коем случае нельзя закрывать пробками). Раствор с осадков осторожно сливают, и осадки 3 раза промывают дистиллированной водой, декантируя промывные воды после каждого центрифугирования. Затем к осадкам приливают по 6 мл 0,025 М  $NaI$ , меченного  $^{131}I$ . Растворы с осадками встряхивают на приборе в течение: первую пробирку — 5 мин, вторую — 10 мин, третью — 20 мин, четвертую — 30 мин и пятую — 40 мин с момента приготовления смеси. По окончании встряхивания каждый осадок быстро центрифугируют и

из раствора над осадком отбирают по 2 пробы объемом по 0,5 мл каждая. Пробы переносят в стеклянные чашечки. Пипетку после отбора каждой пробы промывают 0,1 М  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , как это делалось при определении  $I_0$ ; промывные жидкости присоединяют к растворам в соответствующих чашечках. Выпаривают пробы под лампой и измеряют активности полученных препаратов.

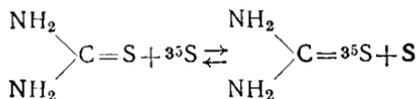
Зная количество иода, содержащееся в растворе и в осадке  $\text{PbI}_2$ , рассчитывают  $I_\infty$  (легко видеть, что в данном случае  $I_\infty = 0,5 I_0$ ). Из результатов измерения каждой пробы находят значения степеней обмена  $F$  [формула (5.10), концентрацию следует заменить пропорциональными ей величинами скоростей счета]. Строят график зависимости  $F$  от продолжительности контакта обменивающихся веществ (на графике откладывают значения  $F$ , найденные по результатам каждого параллельного определения). Между полученными точками проводят плавную кривую.

Повторяют тот же опыт, помещая в каждую из пяти пробирок по 35 мг воздушно-сухого стабилизированного осадка  $\text{PbI}_2$ . Делают заключение о влиянии стабилизации твердой фазы на кинетику гетерогенного изотопного обмена.

## Работа 7. Синтез меченой тиомочевины методом изотопного обмена

Изотопный обмен — один из наиболее простых способов получения меченых соединений. Для осуществления изотопного обмена соединение, молекулу которого требуется пометить каким-либо радиоактивным изотопом, смешивают с имеющимся радиоактивным веществом (обычно более простого состава), содержащим данный изотоп. Необходимым условием синтеза является относительная лабильность связей атомов, которые хотят пометить, в молекулах обоих веществ, участвующих в обмене. В этом случае через относительно небольшой промежуток времени устанавливается равновесие, характеризующееся постоянством соотношения изотопов у всех участвующих в изотопном обмене атомов; при этом достигается максимальная удельная активность меченого соединения.

Цель настоящей работы — получение тиомочевины, меченой  $^{35}\text{S}$ , путем изотопного обмена атомами серы между неактивной тиомочевинной и элементарной серой, содержащей радиоактивный изотоп  $^{35}\text{S}$ :



Для идентификации меченого продукта и оценки его чистоты можно использовать метод бумажной радиохроматографии. В этом случае с целью идентификации веществ рассчитывают параметр  $R_f$ , равный отношению расстояния, пройденного зоной каждого ве-

щества, к расстоянию, пройденному фронтом растворителя. Значение  $R_f$  исследуемого вещества сравнивают со значением  $R_f$  стандартного вещества. Измеряя активность вдоль хроматограммы, можно определить, содержит ли синтезированный продукт примеси других радиоактивных веществ.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Установка для регистрации  $\beta$ -излучения  $^{35}\text{S}$ . Секундомер. Газовая горелка или электроплитка. Весы аналитические. Камера для проведения хроматографии на бумаге (рис. 46). Хроматографическая бумага.

**Посуда.** Двугорлая колба на 50 мл с обратным холодильником (прибор для получения меченой тиомочевины). Мерная колба на 25 мл. Стаканчики на 25 — 50 мл (2 шт.). Бюксы (2 шт.). Воронка. Фарфоровые чашки (3 шт.). Стекланные палочки. Микропипетки (2 шт.). Часовое стекло.

**Реактивы.** Тиомочевина. Ксилол (для работы можно употреблять *п*-, *о*- или *м*-ксилол). Этиловый, метиловый и изоамиловый спирт. Растворитель для проведения хроматографии тиомочевины (смесь бутилового спирта, воды и ледяной уксусной кислоты в отношении 4 : 5 : 1 по объему). Реактив Гроте (см. инструкцию для лаборантов).

**Радиоактивное вещество.** Элементарная сера, содержащая радиоактивный изотоп  $^{35}\text{S}$  с удельной активностью  $\sim 1 \cdot 10^6$  имп/мин · г (такая удельная активность необходима, если для регистрации излучения используют счетчик Гейгера — Мюллера).

**Инструкция для лаборантов.** Реактив Гроте готовится лаборантом по следующей методике. 0,5 г нитропруссид натрия растворяют в 10 мл воды, добавляют 0,5 г солянокислого гидросиламина и 1 г гидрокарбоната натрия. Затем к раствору добавляют 2 капли брома; для удаления избытка брома раствор нагревают и продувают через него воздух. Раствор фильтруют и разбавляют до 25 мл.

### Выполнение работы

В вытяжном шкафу собирают прибор для синтеза меченой тиомочевины.

Около 0,1 г (навеска с точностью 1 мг) радиоактивной элементарной серы с регистрируемой удельной активностью порядка  $10^6$  имп/мин · г помещают в колбу прибора для получения меченой тиомочевины. Растворяют всю серу в 5 мл ксилола. В эту же колбу вводят раствор, содержащий 0,2 г (навеска с точностью 1 мг) тиомочевины в 5 мл изоамилового спирта. Закрывают колбу и кипятят ее содержимое в течение 2—4 ч (степень изотопного обмена зависит от времени кипячения реакционной смеси).

Затем раствор переносят в маленькую фарфоровую чашку и осторожно (в вытяжном шкафу!) удаляют растворитель теплой струей воздуха. Сухой остаток в чашке при слабом нагревании обрабатывают примерно 10 мл этилового спирта. Спиртовой раствор отфильтровывают и в другой чашке упаривают досуха теплой струей воздуха. Полученную меченую тиомочевину 2 раза перекристаллизовывают

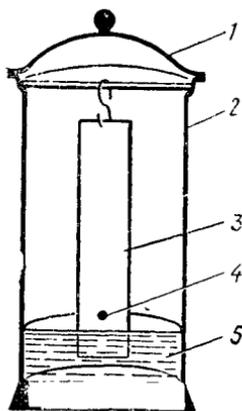


Рис. 46. Камера для бумажной хроматографии

1 — крышка; 2 — стеклянный цилиндр; 3 — полоса хроматографической бумаги; 4 — место нанесения смеси разделяемых веществ; 5 — растворитель

из этилового спирта, сушат при  $90^{\circ}\text{C}$  и взвешивают в бюксе на аналитических весах. Вычисляют выход меченой тиомочевины.

Определяют удельную активность тиомочевины. Для этого растворяют  $\sim 10$  мг (точная навеска) тиомочевины в метиловом спирте в мерной колбе на 25 мл. При помощи микропипетки наносят 0,1 мл этого раствора на кружок из фильтровальной бумаги стандартного диаметра. Измеряют активность препарата, задаваясь величиной  $\delta_{0,95(t)} = 0,05$ . По данным измерений находят удельную активность тиомочевины (имп/мин  $\cdot$  г).

Проводят идентификацию и определяют чистоту полученного продукта. Анализ проводят методом бумажной радиохроматографии. 15 мл метанольного раствора меченой тиомочевины упаривают (под тягой) до 1—1,5 мл. Приготавливают 3—5 мл метанольного раствора неактивной тиомочевины ( $\sim 10$  мг/мл).

Берут полосу хроматографической бумаги шириной 4 см и длиной 40—50 см. На расстоянии 4—5 см от одного из концов полосы проводят карандашом линию, на уровне которой будут помещены хроматографируемые вещества (линия старта). С помощью микропипеток (или капиллярных трубок) в две точки на линии старта наносят приблизительно по 0,05 мл растворов хроматографируемых веществ: в одну точку — раствор неактивной тиомочевины (стандарт), в другую — исследуемый радиоактивный раствор. Пятна наносимых веществ должны располагаться на расстоянии 1 см от краев хроматографической бумаги. Полосу хроматографической бумаги опускают в растворитель, находящийся в хроматографической камере (см. рис. 46), таким образом, чтобы пятна тиомочевины были на 3—4 см выше уровня растворителя. Камеру закрывают и оставляют на 15—18 ч.

На следующий день бумагу вынимают из растворителя, карандашом отмечают фронт растворителя и высушивают бумагу на воздухе (в случае необходимости эти операции могут быть выполнены лаборантом).

После высушивания хроматограмму разрезают на две полосы шириной по 2 см каждая. Полоску бумаги, на которую был нанесен активный раствор, разрезают на поперечные отрезки по 1 см и измеряют активность каждого отрезка. Строит график зависимости активности хроматографической бумаги от расстояния до стартовой линии. На основании полученных данных рассчитывают величину  $R_f$  меченого продукта. Полоску, на которую был нанесен стандартный раствор, обрабатывают реактивом Гроте (при этом тиомочевина проявляется в виде синеватого пятна) и определяют соответствующую величину  $R_f$ . Близость между собой найденных значений позволяет идентифицировать полученный продукт как тиомочевину. Отсутствие других пиков (кроме пика, соответствующего тиомочевине) на графике зависимости активности хроматографической бумаги от расстояния до стартовой линии свидетельствует о чистоте синтезированной меченой тиомочевины.

Оставшееся после анализа количество меченой тиомочевины помещают в пробирку с притертой пробкой и сдают преподавателю.

Тщательно моют прибор и всю посуду ксилолом, небольшим количеством спирта и водой. Твердые и жидкие радиоактивные отходы помещают в специальную тару под тягой.

## **Работа 8. Контроль разделения малых количеств веществ методом электрофореза на бумаге с использованием радиоактивных изотопов**

Разделение методом электрофореза основано на различии в скоростях передвижения ионов в растворе под действием электрического поля. Применение комплексообразующих веществ позволяет в ряде случаев существенно улучшить возможность разделений, поскольку таким способом можно изменять различие в скоростях перемещения ионов, а иногда и направление движения одного из них.

Электрофорез на бумаге — разновидность рассматриваемого метода. Суть его заключается в том, что раствор с подлежащими разделению ионами наносится на полоску хроматографической бумаги, к концам которой прикладывают разность потенциалов.

Идентификацию разделяемых веществ на электрофореграммах можно проводить, например, определяя значения подвижностей соответствующих ионов  $V$  ( $\text{см}^2/\text{с} \cdot \text{В}$ ), по формуле

$$V = \frac{rl}{tU}, \quad (5.19)$$

где  $r$  — расстояние от линии старта до пика, соответствующего максимальному количеству вещества, см;  $l$  — длина бумаги вне раствора, см;  $t$  — продолжительность разделения, с;  $U$  — напряжение, В.

С помощью электрофореза можно разделять очень малые количества веществ, контроль за степенью разделения которых трудно осуществлять иными методами, кроме метода радиоактивных индикаторов.

### **1. РАЗДЕЛЕНИЕ БАРИЯ И ЛАНТАНА**

#### **Оборудование и реактивы**

**Оборудование и посуда.** Установка для регистрации активности с торцовым счетчиком. Секундомер. Прибор для электрофореза на бумаге (например, прибор для вертикального электрофореза типа ПВЭФ-1). Секундомер. Набор поглощителей из алюминия. Пипетка на 1 мл со шприцем. Хроматографическая бумага.

**Реактивы.** 0,1 М  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

**Радиоактивные вещества.** Смесь  $10^{-4}$  М  $\text{BaCl}_2$  и  $\text{LaCl}_3$ , содержащая  $^{140}\text{Ba}$  в равновесии с  $^{140}\text{La}$  с объемной удельной активностью  $\sim 20\,000$  имп/мин  $\times$  мл;  $10^{-4}$  М  $\text{BaCl}_2$ , содержащий  $^{133}\text{Ba}$ , с объемной удельной активностью  $\sim 10^4$  имп/мин  $\cdot$  мл (величины объемных активностей указаны в предположении, что для регистрации излучения используют счетчик Гейгера — Мюллера).

#### **Выполнение работы**

Подготавливают к работе прибор для электрофореза на бумаге. Отсеки электрофоретической камеры заполняют на три четверти 0,1 М  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

Из хроматографической бумаги вырезают две полоски размером  $2,5 \times 40$  см, посередине каждой полоски отмечают карандашом линию старта и от нее в обе стороны по 15 см в каждую сторону отмечают чертой и номером каждый сантиметр.

Сначала определяют подвижность ионов  $Ba^{2+}$ . Для этого одну из полосок смачивают электролитом ( $0,1$  М  $NH_4Cl$ ) и затем слегка отжимают между листами фильтровальной бумаги, чтобы удалить лишний раствор. Полоску хроматографической бумаги закрепляют в стойке прибора для электрофореза таким образом, чтобы ее концы были опущены в электролит.

На линию старта накапывают пипеткой  $0,1$  мл раствора, содержащего  $^{133}BaCl_2$ . Плотнo закрывают камеру крышкой, на которой укреплены платиновые электроды. Включают блок питания и устанавливают необходимый режим (напряжение  $\sim 300$  В, сила тока  $\sim 10$  мА). Отмечают время начала опыта. Записывают показания вольтметра и миллиамперметра.

Через 30 мин ток выключают и полоску хроматографической бумаги осторожно подсушивают. Разрезав полоску на отдельные отрезки шириной по 1 см, измеряют активность каждого отрезка на торцовом счетчике в течение 1—2 мин. Результаты измерений заносят в таблицу и строят график зависимости активности от расстояния до линии старта. (Полоску можно намотать на катушку и, не разрезая, пропускать с небольшой постоянной скоростью под детектором, включенным в схему установки для автоматической регистрации активности; в этом случае график автоматически вычерчивается на ленте самописца.)

Определяют расстояние  $r$ , соответствующее максимальному значению активности. По формуле (5.19) рассчитывают подвижность ионов  $Ba^{2+}$ .

Проводят новый опыт по электрофорезу, в котором используют вторую полоску хроматографической бумаги. На линию старта этой полоски помещают  $0,1$  мл раствора, содержащего смесь меченых хлоридов бария и лантана. Электрофорез продолжают 1 ч; во всем остальном следуют указаниям, изложенным выше при описании опыта по определению подвижности ионов  $Ba^{2+}$ . По окончании эксперимента определяют расстояния  $r_1$  и  $r_2$ , соответствующие максимальным значениям активности на полоске. По формуле (5.19) рассчитывают подвижности разделяемых ионов. Учитывая найденную ранее подвижность ионов  $Ba^{2+}$ , идентифицируют местонахождение бария, а затем и лантана на электрофореграмме.

## 2. РАЗДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ И ИТТРИЯ

Для разделения ионов стронция и иттрия в растворе методом электрофореза на бумаге используют различия в подвижности комплексных ионов этих элементов с этилендиаминтетрауксусной кислотой (ЭДТУ).

## Оборудование и реактивы

**Оборудование и посуда.** Те же, что в работе 8.1.

**Реактивы.** Насыщенный раствор этилендиаминтетраацетата натрия (трилона Б).

**Радиоактивные вещества.**  $10^{-4}$  М  $\text{SrCl}_2$ , содержащий  $^{89}\text{Sr}$  или, лучше,  $^{85}\text{Sr}$ , с объемной удельной активностью  $\sim 10\,000$  имп/мин·мл;  $10^{-4}$  М  $\text{YCl}_3$ , содержащий  $^{91}\text{Y}$  с объемной удельной активностью  $\sim 10\,000$  имп/мин·мл (величины активности даны в предположении, что для регистрации используют счетчик Гейгера — Мюллера).

## Выполнение работы

Эксперимент выполняют способом, аналогичным изложенному в работе 8.1. В качестве электролита применяют насыщенный раствор трилона Б, определяют сначала подвижность ионов, содержащих иттрий, затем проводят разделение меченых стронция и иттрия и идентификацию их положений на электрофореграмме.

## Работа 9. Метод изотопного разбавления. Количественное определение иодид-ионов в присутствии бромид-ионов

Изотопное разбавление представляет собой универсальный метод количественного анализа. Он основан на учете изменения удельной активности исходного радиоактивного вещества при добавлении к нему неизвестного количества нерадиоактивного вещества, содержащего определяемый элемент в той же химической форме, в какой этот элемент присутствует в радиоактивном веществе.

Пусть анализируемая проба содержит  $m_x(\text{г})$  нерадиоактивного вещества. Эту пробу добавляют к  $m_0(\text{г})$  такого же вещества, меченного радиоактивным изотопом с общей активностью  $I_0$ . В результате изотопного разбавления удельная активность радиоактивного вещества уменьшается от значения  $I_{\text{уд},0} = I_0/m_0$  до  $I_{\text{уд},1} = I_0/(m_0 + m_x)$ . Определить величину  $I_{\text{уд},1}$  можно, выделив некоторое количество вещества  $m_1$ , полученного после смешения, и измерив его активность  $I_1$ ; таким образом

$$\frac{I_0}{m_0 + m_x} = \frac{I_1}{m_1} . \quad (5.20)$$

Отсюда можно выразить  $m_x$  непосредственно через регистрируемые активности:

$$m_x = m_1 \frac{I_0}{I_1} - m_0 . \quad (5.21)$$

При использовании радиоактивных изотопов без носителя величины  $m_0$  можно пренебречь:

$$m_x = m_1 \frac{I_0}{I_1} . \quad (5.22)$$

Анализ с помощью изотопного разбавления используют в тех случаях, когда полное разделение химически подобных веществ оказывается затруднительным или невозможным, а выделение в чистом виде некоторой доли анализируемого вещества осуществляется сравнительно просто.

Выделение порции вещества  $m_1$  можно проводить любым методом, который позволяет получить некоторую часть анализируемого вещества в химически чистом состоянии (осаждением, электролизом и т. д.).

Определение количества выделенной доли может быть выполнено взвешиванием, титрованием, колориметрическим методом и т. д. Если исследуемое вещество (ион) дает малорастворимое соединение стехиометрического состава, то величину  $m_1$  можно рассчитать, зная объем прилитого раствора-осадителя и его титр. В тех случаях, когда никаких априорных сведений о содержании анализируемого вещества в пробе нет, задача выбора подходящего объема осадителя может быть решена следующим образом. Добавляют к аликвотным порциям исследуемого раствора разные объемы осадителя одной и той же концентрации. В каждом случае выделяют осадки и по формуле (5.21) рассчитывают общее количество анализируемого вещества. Совпадение результатов анализа свидетельствует о том, что выбранные количества осадителя действительно обеспечивают выделение доли анализируемого вещества в чистом виде.

Для повышения точности результата анализа целесообразно применять для определения  $I_0$  такую же процедуру, какая используется при определении активности выделенной части вещества  $I_1$ . С этой целью к исходному радиоактивному раствору прибавляют известное количество того же соединения (или иона), которое предполагается определять методом изотопного разбавления. Проводят выделение некоторой части вещества из смеси и, найдя величины  $I_1$  и  $m_1$ , из формулы (5.20) рассчитывают  $I_0$ .

Целью работы является количественное определение иодид-ионов в присутствии бромид-ионов методом изотопного разбавления.

Точное весовое определение ионов  $I^-$ ,  $Br^-$  и  $Cl^-$ , когда они присутствуют вместе или попарно, представляет трудную аналитическую задачу. Растворимость соответствующих галогенидов серебра составляет: для иодида  $1,2 \cdot 10^{-8}$  моль/л, для бромида  $8,8 \cdot 10^{-7}$  моль/л и для хлорида  $1,3 \cdot 10^{-5}$  моль/л. В аммиачном растворе бромид серебра растворим в большей степени, чем иодид серебра, так что при частичном выделении иодида серебра из аммиачного раствора можно получить осадок  $AgI$ , не содержащий бромида.

#### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Радиометрическая установка с детектором  $\beta$ -излучения. Секундомер. Электроплитка или газовая горелка. Разборная воронка для фильтрования осадков. Фильтры бумажные (с синей лентой). Лампа для выпаривания.

**Посуда.** Пипетка на 1 мл со шприцем для отбора активного раствора (в боксе). Бюретки на 5 — 10 мл для  $AgNO_3$  и неактивного  $NaI$  (для общего пользо-

вания). Стаканы на 100 мл (3 шт.). Мерный цилиндр на 10 мл. Промывалка с грушей. Мерная колба на 50 мл. Пипетка на 10 мл с грушей.

**Реактивы.** Этиловый спирт или ацетон.  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ,  $\text{NaBr}$ . Растворы: 0,05 М  $\text{NaI}$ ; 0,05 М  $\text{AgNO}_3$ ; 0,01 н.  $\text{HNO}_3$ ; конц. аммиак; 2%-ный плексиглас в дихлорэтане.

**Радиоактивные вещества.** Раствор  $\text{NaI}$ , содержащий радиоактивный изотоп  $^{131}\text{I}$ , с удельной активностью не ниже 5000 имп/мин · мл и известной концентрацией носителя (мг/мл).

### Выполнение работы

Определяют, какой объем исходного радиоактивного раствора следует взять, чтобы общая регистрируемая активность была равна примерно 5000 имп/мин. С этой целью на фильтр, предназначенный для приготовления препарата (см. гл. 2, § 4), наносят каплю исходного раствора, высушивают фильтр и измеряют его активность. Зная скорость счета полученного препарата и объем капли, рассчитывают, в каком объеме исходного раствора содержится активность 5000 имп/мин. Если этот объем окажется слишком мал, чтобы с помощью имеющейся пипетки отобрать его с достаточной точностью (например, меньше чем 0,25 мл), то делают точное разбавление исходного раствора (в 1 мл разбавленного раствора должна содержаться активность в 2000—20 000 имп/мин).

Находят методом изотопного разбавления регистрируемую активность меченого вещества, добавляемого в анализируемую пробу. В стакан на 100 мл наливают из бюретки 10 мл 0,05 М неактивного  $\text{NaI}$ , добавляют туда же такой объем радиоактивного раствора (исходного или предварительно разбавленного), чтобы общая регистрируемая активность была равна приблизительно 5000 имп/мин. К полученному раствору добавляют 10 мл дистиллированной воды и 2 мл конц. раствора аммиака. Из бюретки по каплям при постоянном помешивании приливают 6 мл 0,05 М  $\text{AgNO}_3$ . Для лучшей коагуляции осадка вносят несколько кристалликов нитрата аммония и осторожно нагревают стакан с осадком почти до кипения (во избежание выделения свободного иода к раствору рекомендуется добавить несколько кристалликов сульфата натрия). Скоагулировавший хлопьевидный осадок фильтруют на разборной воронке через плотный фильтр. Следят за тем, чтобы фильтрат был прозрачным. Два-три раза промывают стакан холодной 0,01 н.  $\text{HNO}_3$ , пропуская промывные воды через фильтр. Затем промывают осадок небольшими порциями дистиллированной воды и спиртом или ацетоном. Оставляют осадок сушиться в воронке при работающем водоструйном насосе (во избежание разложения осадка под действием света прикрывают воронку крышечкой от тигля). Сухой осадок покрывают лаком. Аналогичным образом готовят еще два образца, используя такие же объемы радиоактивного раствора, как и в первом случае. Измерение активности полученных препаратов и обработку результатов измерений выполняют в соответствии со схемой 2 (стр. 124). Общая продолжительность измерений всех препаратов должна быть достаточна, чтобы относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности

$\gamma = 0,95$  не превышала 3%. Зная объем и концентрацию добавленного осадителя, рассчитывают массу иода в осадке  $\text{AgI}$ , и, пользуясь формулой (5.20), вычисляют активность  $I_0$  добавленного меченого соединения.

Проводят анализ раствора, содержащего неизвестное количество иодида натрия (0,3—1,0 г) в присутствии бромид натрия (до 0,2 г). Сдают преподавателю мерную колбу на 50 мл и получают контрольный раствор, содержащий смесь иодида и бромида натрия. Доводят раствор до метки и берут 3 пробы по 10 мл. В стаканы с анализируемым раствором добавляют прежнее количество меченого  $\text{NaI}$  (активностью  $I_0$ ), приливают 10 мл дистиллированной воды и 2 мл конц. раствора аммиака. Проводят частичное осаждение действием 6 мл 0,05 М  $\text{AgNO}_3$ . Добиваются коагуляции осадков и готовят препараты для измерения, как это было описано выше. Измеряют активность полученных препаратов таким образом, чтобы при 95%-ной доверительной вероятности относительная флуктуация скорости счета не превышала 3%. Рассчитывают погрешность измерений так же, как в предыдущем случае (при определении регистрируемой активности добавляемого меченого вещества методом изотопного разбавления). Вычисляют массу иода в осадках и определяют количество иодида в анализируемых пробах [формула (5.21) или (5.22)], а также во всем контрольном растворе.

С помощью закона накопления погрешностей [формула (4.53)] оценивают погрешность определения иода методом изотопного разбавления, соответствующую 95%-ной доверительной вероятности, в предположении, что при  $\gamma=0,95$  погрешность определения массы на основании объема и концентрации используемых растворов в каждом отдельном случае не превышает 2%, а величиной  $m_0$  можно пренебречь.

По окончании работы моют посуду, проверяя ее чистоту по показанию дозиметра. Радиоактивные остатки помещают в специально отведенное место под тягой.

## Работа 10. Радиометрическое титрование

Радиометрическое титрование — удобный и достаточно точный объемный метод анализа. Оно может быть использовано, если определяемый ион с подходящим реагентом дает соединение, которое легко удаляется из исходного раствора, например, в виде плохо растворимой соли или хорошо экстрагируемого соединения. При проведении радиометрического титрования соответствующий радиоактивный индикатор добавляют либо к титруемому, либо к титрующему, либо к тому и другому растворам. По мере удаления соединения, образующегося в процессе титрования, изменяется активность исходного раствора, что позволяет найти точку эквивалентности.

Радиометрическое титрование является экспрессным методом объемного определения многих ионов, так как с его помощью можно исследовать не всю кривую титрования, а ограничиваться определением двух точек на этой кривой. В последнем случае эквивалентный объем

реагента  $v_3$  вычисляется по следующей формуле, если титруется активный ион неактивным реагентом:

$$v_3 = v_1 \frac{I_0}{I_0 - I_1}, \quad (5.23)$$

где  $I_0$  — начальная активность титруемого раствора за вычетом фона;  $I_1$  — активность раствора (без фона) после прибавления  $v_1$  мл реагента. Если образующееся при титровании соединение отделяют путем экстракции, то вместо  $(I_0 - I_1)$  в формулу (5.23) можно вставлять  $I_{\text{орг}}$  — активность органической фазы после прибавления  $v_1$  мл реагента.

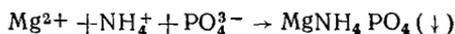
В тех случаях, когда изменением объема раствора в процессе титрования пренебречь нельзя, в результаты измерений следует вводить поправки на разбавление. Если объемы проб, активность которых регистрируют, в ходе всего титрования остаются постоянными, то найденные в каждом опыте значения  $I$  следует умножить на величину  $\Delta$ , равную

$$\Delta = \frac{v + v_{\text{доб}}}{v}, \quad (5.24)$$

где  $v$  — исходный объем раствора;  $v_{\text{доб}}$  — объем добавленного раствора осадителя.

#### 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА И МАГНИЯ

Фосфат-ион осаждается магнезальной смесью:



Этой реакцией можно воспользоваться для радиометрического титрования как фосфат-ионов, так и ионов магния. Радиоактивным индикатором может служить изотоп  $^{32}\text{P}$ . Для нахождения эквивалентной точки к титруемому раствору, содержащему ионы  $\text{PO}_4^{3-}$  или  $\text{Mg}^{2+}$ , прибавляют последовательно несколько порций титрованного раствора хлорида магния (или фосфата натрия) и измеряют каждый раз активность раствора над осадком. Осадок может отделяться фильтрованием через пористый стеклянный фильтр.

Радиометрическое титрование можно проводить в специальном приборе (рис. 47). Анализируемый раствор помещают в стакан 5. Добавляют радиоактивный индикатор к анализируемому раствору или к реагенту, который заливают затем в бюретку 4. После прибавления к анализируемому раствору каждой порции титрованного раствора реагента измеряют радиоактивность раствора. Для этого рубашку 3 счетчика 1 через трехходовой кран 2 соединяют с водоструйным насосом или вакуумной системой. Проходящий через стеклянный фильтр 6 прозрачный раствор заполняет рубашку счетчика. После измерения активности порций раствора рубашку через кран 2 соединяют с системой сжатого воздуха и возвращают весь раствор в стакан 5. При пропуске сжатого воздуха через раствор происходит необходимое перемешивание. Перед употреблением прибора следует освоиться с его

работой и тщательно промыть сначала кислотой, а затем дистиллированной водой.

Цель данной работы — определение методом радиометрического титрования ионов фосфата или магния.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Прибор для проведения радиометрического титрования с детектором  $\beta$ -излучения (см. рис. 47). Секундомер. Водоструйный или вакуумный насос и линия сжатого воздуха. Сосуд со льдом или снегом.

**Посуда.** Бюретка на 25 мл. Пипетки со шприцами на 10 и 1 мл. Мерная колба на 50 мл. Стаканы на 100 — 200 мл (4 шт.). Мерный цилиндр на 50 мл.

**Реактивы.**  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Растворы: 0,1 М (титруемый)  $\text{MgCl}_2$ ; 0,1 М (титруемый)  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ; конц. аммиак (25 — 30% -ный).

**Радиоактивные вещества.** Раствор  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , содержащий  $^{32}\text{P}$  с объемной удельной активностью 0,5 — 1 мкКи/мл и массовой не менее 10 мКи/г фосфора — для определения фосфора. 0,1 М титруемый раствор  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , содержащий  $^{32}\text{P}$  с объемной удельной активностью 0,5 — 1 мкКи/мл и массовой не менее 10 мКи/г фосфора — для определения магния.

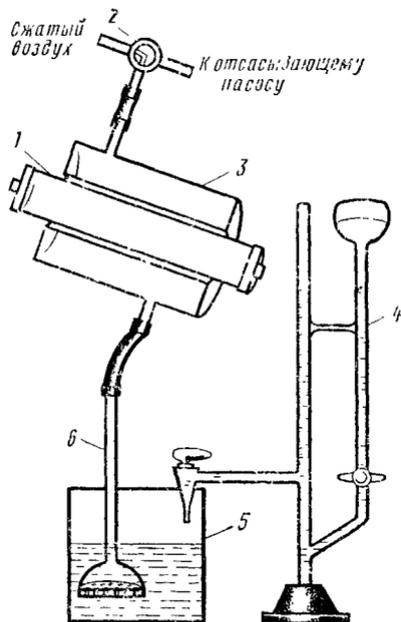


Рис. 47. Прибор для радиометрического титрования:

1 — счетчик Гейгера — Мюллера; 2 — трехходовой кран; 3 — рубашка счетчика; 4 — бюретка; 5 — сосуд с анализируемым раствором; 6 — трубка со стеклянным фильтром

### Выполнение работы

#### а. Определение фосфора

Получают у преподавателя раствор, содержащий неизвестное количество  $[ (0,5-1,0) \cdot 10^{-2}$  моль]  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , и помещают его в мерную колбу на 50 мл. Дистиллированной водой доводят объем раствора до метки и перемешивают содержимое колбы. При помощи пипетки со шприцем берут пробу в 10 мл и переносят ее в стакан на 100—200 мл. В стакан вносят 1 мл раствора, содержащего  $^{32}\text{P}$  (индикатор), 5 мл конц. аммиака и 5 г твердого  $\text{NH}_4\text{Cl}$ . Дистиллированной водой доводят объем раствора до 40—50 мл. Стакан с раствором ставят в сосуд со снегом или льдом и переносят к прибору для радиометрического титрования.

Определяют начальную активность  $I_0$  взятого для титрования раствора. Предварительно измеряют фон прибора (продолжительность измерения 3 мин). После этого засасывают пробу раствора в рубашку счетчика и проводят измерения активности в течение 5 мин. С помощью сжатого воздуха возвращают раствор в реакционный стакан. Затем из бюретки прибавляют определенный объем (например, 7 мл) титрован-

ного раствора  $MgCl_2$  и тщательно перемешивают его сжатым воздухом в течение 3—5 мин. Во время перемешивания измеряют фон счетчика. По окончании перемешивания засасывают порцию раствора в рубашку счетчика и измеряют ее активность (продолжительность измерения 5 мин). Найдя скорость счета, исправленную на фон, вводят поправку на изменение объема титруемого раствора (формула 5.24) и по формуле (5.23) рассчитывают эквивалентный объем  $V_0$ . Из мерной колбы отбирают еще 2—3 пробы и аналогично определяют точку эквивалентности. Для каждой пробы вычисляют количество  $Na_2HPO_4$  в анализируемом растворе. Находят среднее арифметическое и оценивают погрешность определения при 95%-ной доверительной вероятности.

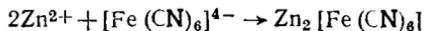
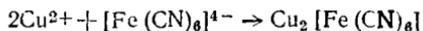
### б. Определение магния

Анализируемый раствор, содержащий неизвестное количество  $MgCl_2$  [содержание хлорида магния должно быть  $(1—2,5) \cdot 10^{-3}$  моль], помещают в мерную колбу на 50 мл. Дистиллированной водой доводят объем раствора в колбе до метки. Содержимое колбы хорошо перемешивают. Три-четыре параллельные пробы по 10 мл помещают в стаканы на 100—200 мл. В каждый стакан вводят 5 мл конц. аммиака и 5 г твердого  $NH_4Cl$ . Дистиллированной водой доводят объем раствора в каждом стакане до 40—50 мл. Помещают стаканы в сосуд со снегом или льдом.

Проводят радиометрическое титрование каждой пробы 0,1 М  $Na_2HPO_4$  (содержащим радиоактивный изотоп  $^{32}P$ ). Для этого из бюретки последовательно добавляют по 2 мл активного 0,1 М титрованного раствора, 2—3 мин тщательно перемешивают содержимое стакана (во время перемешивания раствора измеряют фон) и регистрируют активность раствора над выпавшим осадком в течение 3 мин. В скорости счета (после вычитания фона) вносят поправку на изменение объема раствора при титровании. Подобным образом проводят титрование и других проб. Для каждой пробы строят график зависимости активности раствора  $I$  от объема  $V$  прибавленного титрованного раствора  $Na_2HPO_4$ . Из каждого графика находят точку эквивалентности  $V_0$  и вычисляют количество  $MgCl_2$  в анализируемом растворе. Находят среднее арифметическое из результатов параллельных определений. Оценивают погрешность найденного количества  $MgCl_2$  при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$ .

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕДИ И ЦИНКА ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

Медь и цинк образуют малорастворимые осадки с феррицианидом:



Произведение растворимости феррицианида меди гораздо меньше, чем феррицианида цинка, и поэтому, пока в растворе находятся ионы меди, не происходит осаждение цинка феррицианидом калия. Осаждение феррицианида цинка начинается только после полного осаждения меди. Благодаря этому можно проводить радиометрическое титрование

меди и цинка феррицианидом калия, используя только один радиоактивный индикатор —  $^{65}\text{Zn}$ . До тех пор, пока происходит осаждение ионов меди, активность раствора, содержащего  $^{65}\text{Zn}$ , практически не будет меняться. Затем, по мере осаждения феррицианида цинка, активность раствора будет уменьшаться, а после полного осаждения не будет отличаться от фона.

Цель настоящей работы — определение методом радиометрического титрования меди и цинка путем осаждения их феррицианидов. (В данной работе осадки отделяются от раствора центрифугированием.)

#### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Радиометрическая установка с детектором  $\gamma$ -излучения. Секундомер. Центрифуга на 3 — 5 тыс. об/мин с пробирками на 10 мл (8 шт.). Лампа для выпаривания.

**Посуда.** Микробюретка на 1 — 2 мл. Пипетки со шприцами на 1 и 5 мл. Мерная колба на 100 мл.

**Реактивы.** Растворы: 0,2 М  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ; конц.  $\text{HCl}$ .

**Радиоактивное вещество.** Раствор, содержащий  $^{65}\text{Zn}$  с объемной удельной активностью  $\sim 10^5$  имп/мин · мл и массовой не менее 10 мкКв/г цинка.

#### Выполнение работы

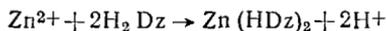
Анализируемый раствор, содержащий неизвестное количество [по  $(1-3) \cdot 10^{-3}$  моля] солей меди и цинка, помещают в мерную колбу на 100 мл. Туда же добавляют 2—3 мл конц.  $\text{HCl}$ , 1—2 мл раствора, содержащего  $^{65}\text{Zn}$ , и доводят объем раствора до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

В восемь центрифужных пробирок помещают по 5 мл полученного раствора. В каждую из пробирок с помощью микробюретки добавляют осторожно по каплям определенные объемы 0,2 М раствора  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  (при медленном прибавлении раствора реагента не происходит захвата цинка осадком  $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ). В первую пробирку добавляют 0,15 мл  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ , во вторую — 0,30 мл, в третью — 0,45 мл и т. д. вплоть до восьмой, в которую добавляют 1,2 мл. Осадки отделяют центрифугированием при скорости вращения 3—5 тыс. об/мин.

Из каждой пробирки пипеткой отбирают по 1 мл прозрачного раствора (пробы следует брать, начиная с восьмой пробирки). Кроме того, берут 1 мл раствора из мерной колбы. Каждую пробу помещают в стандартную чашечку для измерения активности. Растворы осторожно упаривают досуха под лампой и измеряют активность полученных препаратов на установке с детектором  $\gamma$ -излучения. Продолжительность измерений выбирают таким образом, чтобы при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  относительные флуктуации скоростей счета не превышали 3—5%. В скорости счета (после вычитания фона) вносят поправку на изменение объема раствора в процессе титрования. Полученные результаты откладывают на графике в зависимости от количества осадителя. Находят точку эквивалентности и вычисляют количества меди и цинка в анализируемом растворе. Всю операцию радиометрического титрования повторяют еще 2—3 раза. Определяют среднее арифметическое из результатов параллельных определений меди и цинка и погрешности, соответствующие 95%-ной доверительной вероятности.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА

Цинк с дитизоном  $H_2Dz$  образует прочное хорошо растворимое в органических растворителях соединение:



Это соединение практически полностью экстрагируется хлороформом и четыреххлористым углеродом из водных растворов при  $pH \sim 5$ . Используя  $^{65}Zn$ , можно при помощи радиометрического титрования определить даже очень малые количества цинка. Чем больше дитизона было прибавлено к раствору, содержащему цинк, тем (после экстракции) ниже будет активность водной и выше активность органической фазы.

Цель работы — определение цинка методом радиометрического титрования в сочетании с экстракцией образующегося вещества.

#### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Установка с детектором  $\gamma$ -излучения (можно использовать сцинтилляционный кристалл с колодцем). Секундомер. Центрифуга. Прибор для перемешивания жидкостей. pH-Метр. Штатив для пробирок.

**Посуда.** Мерная колба на 25 мл. Пробирки для экстракции на 15 — 20 мл с притертыми стеклянными пробками (8 шт.). Пипетки со шприцами на 1 мл (2 шт.). Пипетка со шприцем на 5 мл. Чашка Петри. Чашечки или пробирки для измерения активности.

**Реактивы.** Ацетатный буферный раствор с pH 5. Титрованный  $10^{-3}$  М  $ZnSO_4$  или  $ZnCl_2$  с pH 5.  $2 \cdot 10^{-4}$  М раствор дитизона в  $CCl_4$  или  $CHCl_3$  (свежеприготовленный).

**Радиоактивное вещество.** Раствор  $^{65}Zn$  с pH 5, имеющий объемную удельную активность  $10^5$  имп/мин · мл (абсолютная массовая удельная активность не менее 100 мКи/г цинка).

#### Выполнение работы

Проверяют концентрации раствора дитизона по титрованному раствору  $ZnSO_4$  или  $ZnCl_2$ . Для этого в 3—4 пробирки для экстракции вносят по 5 мл  $10^{-3}$  М соли цинка с pH 5 и по 1 мл раствора, содержащего радиоактивный индикатор  $^{65}Zn$ . После перемешивания отбирают по 1 мл раствора и помещают пробы в чашечки или пробирки для измерения активности. Определяют начальную активность раствора  $I_0$ , устанавливая такую продолжительность измерений, чтобы при 95%-ной доверительной вероятности относительная флуктуация среднего значения начальной активности не превышала 1%. Находят  $I_0$  и погрешность этой величины, соответствующую доверительной вероятности  $\gamma=0,95$ . Далее в пробирки для экстракции вводят по 5 мл  $2 \times 10^{-4}$  М дитизона в  $CCl_4$  или  $CHCl_3$ . Пробирки закрывают пробками и их содержимое перемешивают в течение 20 мин. По окончании перемешивания пробирки помещают в штатив и выдерживают в вертикальном положении до полного расслоения фаз (при необходимости фазы разделяют центрифугированием, предварительно вынув из пробирок

пробки). Из каждой пробирки, в которой проводилась экстракция, отдельными пипетками со шприцами отбирают 2 пробы (по одной из водной и органической фазы) объемом 1 мл каждая. Пробы помещают в пронумерованные чашечки или пробирки для измерения активности. Измеряют активность проб таким образом, чтобы при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  относительные флуктуации средних значений скоростей счета водной фазы  $I_1$  и органической фазы  $I_{\text{орг}}$  не превышали 2%; значения  $I_0 - I_1$  и  $I_{\text{орг}}$  должны быть близкими по величине. Усредняют все значения  $I_0 - I_1$  и  $I_{\text{орг}}$  и рассчитывают погрешность среднего при 95%-ной доверительной вероятности. По формуле (5.23) определяют эквивалентный объем  $v_0$ , а затем вычисляют титр дитизонного раствора. С помощью закона накопления погрешностей оценивают погрешность определения титра раствора дитизона, соответствующую 95%-ной доверительной вероятности, в предположении, что при  $\gamma = 0,95$  погрешность концентрации титрованного раствора цинка не превышает 1%, а погрешностью отбора определенного объема дитизона  $v_1$  можно пренебречь.

Проводят анализ раствора, содержащего неизвестное количество  $\text{ZnSO}_4$  или  $\text{ZnCl}_2 [(0,5-1) \cdot 10^{-5}$  моль]. Сдают преподавателю мерную колбу на 25 мл и получают подлежащий анализу нейтральный раствор соли цинка. Доводят его до метки ацетатным буферным раствором с рН 5. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Пипеткой со шприцем отбирают 3—4 пробы по 5 мл и помещают их в пробирки для экстракции. Туда же вносят по 1 мл раствора, содержащего радиоактивный индикатор  $^{65}\text{Zn}$ . После перемешивания полученных растворов отбирают пробы по 1 мл для определения начальной активности  $I_0$ . Регистрацию активности проводят так, чтобы общая продолжительность измерений всех проб обеспечивала получение при  $\gamma = 0,95$  относительной флуктуации скорости счета, не превышающей 1%. Рассчитывают  $I_0$  и погрешность этой величины при 95%-ной доверительной вероятности. Далее в пробирки для экстракции вносят по 5 мл ранее оттитрованного раствора дитизона в  $\text{CCl}_4$  или  $\text{CHCl}_3$ . Пробирки закрывают пробками и их содержимое перемешивают в течение 20 мин. После расслоения фаз из каждой пробирки отдельными пипетками со шприцами отбирают по 1 мл водной и органической фаз, эти пробы помещают в пронумерованные чашечки или пробирки для измерения активности. Измеряют активность проб, выбирая продолжительность измерений таким образом, чтобы при 95%-ной доверительной вероятности относительные флуктуации средних значений скоростей счета водной фазы  $I_1$  и органической фазы  $I_{\text{орг}}$  не превышали 2%. Усредняют все значения  $I_0 - I_1$  и  $I_{\text{орг}}$  и находят погрешность среднего при  $\gamma = 0,95$ . По формуле (5.23) определяют эквивалентный объем  $v_0$ , а затем — концентрацию соли цинка и общее содержание цинка в контрольном (анализируемом) растворе. С помощью закона накопления погрешностей оценивают погрешность определения цинка, соответствующую 95%-ной доверительной вероятности. При расчетах можно предполагать, что в данном случае погрешности отбора определенных объемов растворов пренебрежимо малы.

## Работа 11. Нейтронный активационный анализ

Активационным анализом называют метод определения качественного или количественного состава вещества, основанный на специфичности свойств радиоактивных изотопов, получающихся в результате ядерных реакций. Для проведения активационного анализа материал облучают нейтронами,  $\gamma$ -квантами или заряженными частицами и измеряют излучение образовавшихся радиоактивных ядер. Благодаря тому что ядра большинства изотопов легче всего активируются нейтронами, источники которых доступны, нейтронный активационный анализ получил наибольшее распространение по сравнению с активационным анализом на других ядерных частицах или  $\gamma$ -квантах.

Количественный активационный анализ обычно проводят относительным способом. В этом случае облучают в строго одинаковых условиях анализируемый образец и стандартный образец с точно известным содержанием определяемого элемента. Относительное содержание элемента  $Q_x$  в анализируемом образце находят по формуле

$$Q_x = \frac{I_x/M}{I_{ст}/m_{ст}} 100\%, \quad (5.25)$$

где  $I_x$  и  $I_{ст}$  — активности анализируемого и стандартного образца;  $M$  — навеска пробы, взятой для анализа;  $m_{ст}$  — масса определяемого элемента в стандартном образце.

При использовании нескольких стандартных образцов строят график зависимости активности образцов от содержания в них определяемого элемента и с помощью графика находят массу  $m_x$  определяемого элемента в анализируемом образце. Далее, зная массу анализируемой пробы  $M$ , можно рассчитать относительное содержание определяемого элемента  $Q_x$ .

При выполнении активационного анализа стремятся использовать возможно более мощные источники нейтронов (потoki  $\sim 10^{13}$  нейтронов/см<sup>2</sup> · с), что существенно повышает чувствительность метода.

В настоящей работе в целях ознакомления с принципами активационного анализа используется лабораторный источник нейтронов (выход нейтронов  $\sim 10^6$  нейтронов/с).

### 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В ПОРОДЕ

В основе метода лежит измерение излучения радиоактивного изотопа  $^{56}\text{Mn}$ , образующегося по ядерной реакции  $^{55}\text{Mn}(n, \gamma)^{56}\text{Mn}$ . Период полураспада  $^{56}\text{Mn}$  равен 2,58 ч. В качестве наполнителя при приготовлении анализируемых и стандартных образцов используется кварцевый песок.

#### Оборудование и материалы

**Оборудование.** Радиометрическая установка со счетчиком Гейгера — Мюллера или сцинтилляционным счетчиком. Секундомер. Весы аналитические. Лабораторный источник нейтронов ( $\sim 10^6$  нейтронов/с). Парафиновый блок для облучения. Кюветы для измерения активности площадью  $\sim 10$  см<sup>2</sup> (6 шт.).

**Посуда.** Кварцевые пробирки (3 шт.). Мерный цилиндр на 10 мл. Фарфоровая ступка.

**Материалы.** Кварцевый песок. Набор стандартных смесей (объемом 5 см<sup>3</sup>) в кварцевых пробирках, содержащих известное количество (0,2 — 2 г) марганца в смеси с кварцевым песком (3 шт.). Анализируемая смесь, содержащая неизвестное количество (1 — 5 г) марганца.

### Выполнение работы

Получают у преподавателя пробу для анализа. Делят ее на 3 части, взвешивают каждую часть с точностью до 3-го знака. Переносят каждую навеску в мерный цилиндр, предварительно насыпав в него ~ 1 см<sup>3</sup> кварцевого песка. Добавляют в цилиндр кварцевый песок так, чтобы при уплотнении путем постукивания общий объем составил 5 см<sup>3</sup>. Переносят каждую смесь из мерного цилиндра в фарфоровую ступку и тщательно перетирают. Приготовленные таким образом смеси насыпают в кварцевые пробирки, записав их номера.

Анализируемые и стандартные образцы помещают (через один) в ячейки парафинового блока. Проводят облучение медленными нейтронами в течение 2—3 ч. По окончании облучения содержимое пробирок пересыпают в кюветы для измерения активности, распределяя порошок ровным слоем.

Выполняют измерения активности по схеме: фон — образец — фон... (продолжительность измерения фона 1 мин, образца с фоном — 4 мин). Результаты измерений вносят в таблицу (форма 8).

Форма 8

Определение активности облученных образцов

№ п/п	Объект измерения	Астрономическое время начала измерения	Продолжительность измерения, мин	Общее число отсчетов за время измерения, имп	Скорость счета образца с фоном, имп/мин	Средняя скорость счета фона, имп/мин	Скорость счета образца без фона, имп/мин	Промежуток времени от начала измерения до середины интервала измерения образца t, мин	Скорость счета, приведенная к началу времени, имп/мин
1	Фон		1		—	—			—
2	Образец 1		4		—	—			—
3	Фон		1		—	—			—
4	Образец 2		4						

Для каждого образца рассчитывают скорость счета за вычетом фона, усредняя скорости счета фона, полученные до и после измерения данного образца. Значения скоростей счета, исправленные на фон, относят к моментам времени, соответствующим серединам интервалов измерения каждого образца. Приводят значения регистрируемых активностей к одному и тому же моменту времени, например ко времени начала измерения.

Для расчета относительного содержания элемента в образце составляют вспомогательную таблицу (форма 9).

**Определение относительного содержания элемента методом  
активационного анализа**

Анализируемые образцы					Стандартные образцы				
№ образца	$I_x$	Масса взятой для анализа пробы $M$ , г	$I_x/M$	$\overline{I_x/M}$	№ образца	$I_{ст}$	Масса определяемого элемента в образце $m_{ст}$ , г	$I_{ст}/m_{ст}$	$\overline{I_{ст}/m_{ст}}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

В столбцы 2 и 7 формы 9 записывают значения скоростей счета анализируемых ( $I_x$ ) и стандартных ( $I_{ст}$ ) образцов, приведенные к начальному времени (см. последний столбец формы 8), а в столбцы 3 и 8 — соответствующие значения масс взятых для анализа проб ( $M$ ) и масс определяемого элемента в стандартных образцах ( $m_{ст}$ ). Находят отношения  $I_x/M$  и  $I_{ст}/m_{ст}$  (столбцы 4 и 9) и усредняют значения каждого из отношений. Подставляя значения  $\overline{I_x/M}$  и  $\overline{I_{ст}/m_{ст}}$  в формулу (5.25), рассчитывают относительное содержание элемента в анализируемой породе.

Используя закон накопления погрешностей, оценивают погрешность полученного результата при 95%-ной доверительной вероятности, принимая за результаты непосредственных измерений значения  $I_x/M$  и  $I_{ст}/m_{ст}$ . Результат с указанием погрешности сдают преподавателю.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДИСПРОЗИЯ В ПРИСУТСТВИИ ГОЛЬМИЯ

Диспрозий и гольмий — ближайшие соседи в семействе лантаноидов, и раздельное определение этих элементов обычными химическими методами весьма сложно. Определить содержание диспрозия в смесях с гольмием можно с помощью нейтронного активационного анализа. При кратковременном облучении смесей диспрозия и гольмия в ядерную реакцию вступает практически только один из изотопов диспрозия  $^{164}\text{Dy}$ . Образующийся по ядерной реакции  $^{164}\text{Dy} (n, \gamma) ^{165}\text{Dy}$  изотоп  $^{165}\text{Dy}$  имеет период полураспада 2,36 ч; сечение реакции равно 2000 барн.

### Оборудование и материалы

**Оборудование.** Радиометрическая установка со сцинтилляционным детектором (кристалл с колодцем). Секундомер. Лабораторный источник нейтронов ( $\sim 10^6$  нейтронов/с). Парафиновый блок для облучения.

**Материалы.** Набор стандартных образцов в кварцевых пробирках, содержащих известное количество (0,1 — 0,5 г) диспрозия в смеси с кварцевым песком (5 шт.). Образец, содержащий неизвестное количество диспрозия (в присутствии гольмия) в смеси с кварцевым песком.

**Радиоактивное вещество.** Радиоактивный препарат для выбора оптимального режима регистрации излучения.

## Выполнение работы

Получают у преподавателя образец для анализа. Анализируемый и стандартные образцы помещают в ячейки парафинового блока и облучают медленными нейтронами в течение 2,5 ч. Пока происходит облучение, находят оптимальный режим работы сцинтилляционного счетчика (см. работу 1, 2).

В выбранном режиме проводят измерения активности облученных образцов по схеме: фон (1 мин) — образец (4 мин) — фон (1 мин) и т. д. (При измерении активности образцов на сцинтилляционном счетчике

пробирки с облученным веществом помещают в колодец кристалла.) Результаты измерений вносят в таблицу (форма 8) и вычисляют значения скорости счета облученных образцов, приведенные к начальному моменту времени, как описано в работе 12, 1.

Откладывают на графике значения скорости счета облученных стандартных образцов  $I_{ст}$  в зависимости от содержания в них диспрозия. Убедившись визуально в том, что зависимость  $I_{ст}$  от содержания диспрозия линейна, обрабатывают данные методом наименьших квадратов (см. гл. 4, § 5). Рассчитывают значения коэффициентов регрессии  $a$  и  $b$  и дисперсию свободного члена  $s_a^2$ .

Рис. 48. Оценка погрешности определения количества вещества методом активационного анализа при наличии серии стандартных образцов

На графике проводят прямую, соответствующую найденному уравнению (градуировочная прямая). На оси ординат из точки ее пересечения с полученной прямой откладывают отрезки, равные погрешности свободного члена при 95%-ной доверительной вероятности  $\pm \Delta_{0.95(a)}$ . Через концы этих отрезков проводят прямые, параллельные градуировочной прямой. Полученная таким образом область (коридор ошибок) соответствует доверительной вероятности  $\gamma \geq 0,95$ .

Для определения диспрозия в анализируемой пробе откладывают на оси ординат значение скорости счета этой пробы  $I_x$  и проводят через него прямую, параллельную оси абсцисс (см. рис. 48). Из точек пересечения этой линии с градуировочной прямой и с границами коридора ошибок опускают на ось абсцисс перпендикуляры  $AB$ ,  $CD$  и  $EF$ . Точка  $B$  соответствует массе  $m_x$  диспрозия в пробе, а отрезки  $BD$  и  $BF$  — погрешности  $\Delta m$  определения массы при доверительной вероятности  $\gamma \geq 0,95$ . Полученный результат (с указанием погрешности) сдают преподавателю.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ИНДИЯ В РАСТВОРЕ

При облучении индия медленными нейтронами происходит ядерная реакция  $^{115}\text{In} (n, \gamma) ^{116}\text{In}$ ; сечение реакции 162 барна. Содержание изотопа  $^{115}\text{In}$  в природной смеси изотопов 95,72%. Период полураспада изотопа  $^{116}\text{In}$  равен 54 мин.

## Оборудование и материалы

**Оборудование.** Радиометрическая установка со счетчиком Гейгера — Мюллера или сцинтилляционным счетчиком. Секундомер. Лабораторный источник нейтронов ( $\sim 10^6$  нейтронов/с). Парафиновый блок для облучения.

**Материалы.** Набор стандартных образцов в пробирках, содержащих известное количество (0,05 — 0,15 г) индия в растворе (5 шт.). Образец, содержащий неизвестное количество индия в растворе, в пробирке из того же материала (кварц, тефлон и т. п.).

**Радиоактивное вещество.**  $\gamma$ -Радиоактивный препарат для выбора оптимального режима регистрации излучения.

## Выполнение работы

Получают у преподавателя пробирку с раствором, содержащим неизвестное количество индия. Анализируемый и стандартный образцы помещают в ячейки парафинового блока и облучают в течение 1 ч. Пока происходит облучение, находят оптимальный режим работы сцинтилляционного счетчика. В найденном оптимальном режиме измеряют фон установки в течение 3—5 мин.

Облученные образцы помещают в колодец сцинтиллятора и измеряют активность каждого образца в течение 1 мин. Результаты измерений вносят в таблицу (форма 10).

Ф о р м а 10

**Изменение активности облученных образцов во времени**

$N_{\phi} = \dots$ имп за ... мин		$I_{\phi} = \dots$ имп/мин				
№ п/п	Объект изме- рения	Время начала измерения		Регистрируемая активность		$\lg I_t$
		астроно- мическое	от начала измерения 1-го образца, $t$	$I_{C(t)}$ , имп/мин	$I_t = I_{C(t)} - I_{\phi}$	

Выполнив измерение активности всех образцов (на это должно быть затрачено 10—15 мин), вновь проводят измерение активности всей серии. Такую процедуру повторяют 4—6 раз. Для каждого образца наносят на график значения  $\lg I_t$  в зависимости от времени, прошедшего от начала измерений первого образца. Через полученные точки проводят прямые и экстраполируют их к  $t = 0$ . Находят значения регистрируемой активности  $I$  всех образцов к моменту начала измерения 1-го образца. Строят график зависимости регистрируемой активности  $I$  стандартных образцов от содержания в них индия. Убедившись визуально в том, что зависимость  $I$  от содержания индия в стандартных образцах линейна, обрабатывают данные методом наименьших квадратов (см. гл. 4, § 5). Дальнейшую обработку результатов проводят как описано в работе 11,2.

## Работа 12. Определение бора по поглощению нейтронов

При облучении некоторых изотопов, обладающих высоким сечением захвата нейтронов, образуются стабильные изотопы или радиоактивные изотопы с очень малыми периодами полураспада. В таких случаях анализ проводят по поглощению нейтронов. Ослабление потока нейтронов можно измерить, например, сравнивая регистрируемую активность легко активируемого изотопа (детектора) при непосредственном облучении  $I_0$  и при облучении потоком, проходящим через образец, содержащий  $m$  г анализируемого вещества  $I$ . Справедливо соотношение

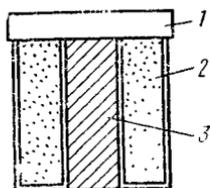


Рис. 49. Кювета для анализа сыпучих материалов по поглощению нейтронов: 1 — крышка; 2 — анализируемое вещество; 3 — детектор нейтронов

$$\lg \frac{I}{I_0} = -\kappa m \text{ или } \lg I = \lg I_0 - \kappa m, \quad (5.26)$$

где  $\kappa$  — коэффициент пропорциональности.

Таким образом, зависимость значений логарифма наведенной активности детектора  $\lg I$  от массы анализируемого вещества  $m$  должна быть прямолинейной. С помощью градуировочной прямой, построенной для серии стандартных образцов, можно находить содержание анализируемого вещества в пробах, облученных в присутствии детектора.

В качестве детектора используют элементы с высоким сечением захвата нейтронов, дающие радиоактивные изотопы с удобными для измерения излучениями и периодами полураспада: диспрозий, иридий, серебро, марганец и др.

При проведении анализа сыпучих материалов методом поглощения нейтронов целесообразно применять специальные кюветы (рис. 49). Во внутренний цилиндр кюветы помещают детектор, а во внешний — анализируемое вещество или стандартный образец с известным содержанием данного элемента. Кюветы располагают в блоке для облучения на одинаковых расстояниях от источника нейтронов.

Определение бора по поглощению нейтронов — высокочувствительный метод благодаря большому сечению захвата тепловыми нейтронами ( $\sigma = 755$  барн) ядрами бора согласно реакции:  $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ . Детектором медленных нейтронов может служить, например, марганец, имеющий сечение захвата 13 барн; образующийся по реакции  $^{55}\text{Mn}(n, \gamma)^{56}\text{Mn}$  изотоп обладает периодом полураспада 2,5 ч. Содержание  $^{55}\text{Mn}$  в природной смеси изотопов составляет 100%.

Поток нейтронов с тепловыми скоростями можно получить, замедляя быстрые нейтроны радий-бериллиевого или полоний-бериллиевого источников нейтронов в слое парафина толщиной 5—6 см (рис. 50).

### Оборудование и материалы

**Оборудование.** Радиометрическая установка со сцинтилляционным датчиком (кристалл с колодцем). Секундомер. Лабораторный источник нейтронов

( $\sim 10^6$  нейтронов/с). Парафиновый блок для облучения. Мерный цилиндр на 100 мл. 5 кювет (см. рис. 49), содержащих во внешнем цилиндре по 50 г смеси кварцевого песка и борного ангидрида с известным содержанием (0,03 — 0,3 г) бора (внутренние цилиндры должны быть полностью заполнены  $MnO_2$ , причем ее количество должно быть одинаковым). Такая же кювета с  $MnO_2$  для анализируемого препарата.

**Посуда.** Мерный цилиндр на 100 мл. Фарфоровая ступка.

**Материалы.** Анализируемое вещество с неизвестным содержанием бора. Кварцевый песок.

**Радиоактивное вещество.** Препарат с долгоживущим радиоактивным изотопом для выбора оптимального режима работы сцинтилляционного счетчика.

### Выполнение работы

Получают у преподавателя анализируемое вещество и взвешивают его на аналитических весах. Переносят навеску в ступку и, добавив 50 см<sup>3</sup> кварцевого песка, отмеренного с помощью мерного цилиндра, тщательно перетирают. Приготовленную таким образом смесь засыпают в кювету для анализируемого образца. Кюветы со стандартными и анализируемым образцом помещают в блок для облучения (рис. 50).

Облучение проводят в течение 2,5 ч. Пока происходит облучение, находят оптимальный режим работы сцинтилляционного счетчика.

По окончании облучения переносят блок в помещение практикума. Вынимают из кювет, в которых проводилось облучение, цилиндры, заполненные  $MnO_2$ . Измерение активности детекторов проводят по схеме фон — образец — фон и т. д., устанавливая продолжительность измерения фона 1 мин, а образцов — 4 мин. При измерении активности цилиндры с  $MnO_2$  помещают в колодец сцинтиллятора.

Результаты измерений вносят в таблицу (форма 8). Вычисляют значение скорости счета детекторов, приведенные к начальному моменту времени ( $I$ ), как описано в работе 11,1.

Находят логарифмы скоростей счета, приведенных к начальному моменту времени,  $\lg I$ . Откладывают на графике значения  $\lg I$  в зависимости от содержания бора в соответствующих кюветах. Убедившись визуально в линейности графика, обрабатывают данные методом наименьших квадратов (см. гл. 4, § 5). Дальнейшую обработку данных проводят, как описано в работе 11,2.

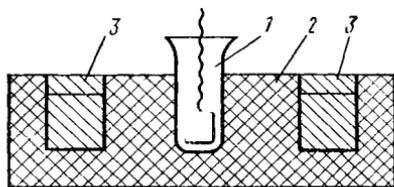


Рис. 50. Блок для определения содержания бора по поглощению нейтронов

1 — колодец для нейтронного источника;  
2 — парафин; 3 — кювета для анализируемого вещества и детектора

## Работа 13. Определение растворимости малорастворимых веществ

В основе определения растворимости с помощью радиоактивных индикаторов лежит метод анализа малых количеств вещества, базирующийся на знании массовой удельной активности исходного соединения.

Метод пригоден для определения растворимости ионных, полярных и ковалентных соединений в любых растворителях, в том числе и легко разлагающихся. Важное достоинство метода состоит в том, что оказывается возможным определять растворимость не только в чистых растворителях, но и в присутствии различных посторонних агентов (комплексообразователи, солевые добавки и т. д.).

Если  $I_{ТВ}$  — регистрируемая активность  $m$  г вещества, растворимость которого нужно найти (т. е. известна удельная активность  $I_{уд} = I_{ТВ}/m$ ), а  $I_P$  — регистрируемая активность вещества, содержащегося в  $v$  мл насыщенного раствора, то растворимость  $s$  (в граммах на миллилитр) равна:

$$s = \frac{I_P}{I_{уд} v} = \frac{I_P m}{I_{ТВ} v}. \quad (5.27)$$

Растворимость  $L$ , выраженную в молях на литр, рассчитывают, пользуясь соотношением

$$L = \frac{10^3 I_P}{M I_{уд} v} = \frac{10^3 I_P m}{M I_{ТВ} v}, \quad (5.28)$$

где  $M$  — масса моля вещества в граммах.

Из результатов определения растворимости можно рассчитать произведение растворимости (ПР) исследуемого соединения. Если через  $\gamma_{\pm}$  обозначен усредненный коэффициент термодинамической активности катиона и аниона в растворе, а через  $m_+$  и  $m_-$  — грамм-ионные концентрации соответственно катиона и аниона в растворе, то

$$\text{ПР} = [\gamma_{\pm}]^x + y m_{(+)}^y, m_{(-)}^x. \quad (5.29)$$

Для малорастворимых соединений, нацело диссоциирующих в растворе, величины  $m_{(+)}^y$  и  $m_{(-)}^x$ , можно рассчитать из величин растворимости. Найти коэффициент термодинамической активности можно по уравнению Дебая — Хюккеля. Если температура раствора  $25^\circ \text{C}$ , то это уравнение приводится к виду

$$\lg \gamma_{(\pm)} = -0,5117xy \sqrt{\mu}, \quad (5.30)$$

где  $\mu$  — ионная сила раствора;  $x$  и  $y$  — заряды ионов.

Экспериментальное определение растворимости с помощью радиоактивных индикаторов включает три этапа: а) приготовление меченого соединения и определение его удельной активности; б) получение насыщенного раствора; в) разделение твердой и жидкой фаз и измерение активности порции раствора.

В тех случаях, когда ориентировочное значение растворимости исследуемого вещества известно, перед началом выполнения работы нужно рассчитать, какое количество радиоактивного изотопа следует ввести в вещество для определения растворимости с требуемой точностью. Необходимую массовую удельную активность соединения можно оценить по формуле:

$$I_{уд} = \frac{I_{ТВ}}{m} = \frac{10^3 I_P}{LMv}, \quad (5.31)$$

где  $I_p$  — значение регистрируемой активности, которое желательно получить при измерении пробы насыщенного раствора объемом  $v$  мл;  $L$  — ориентировочное значение растворимости, моль/л.

Если к веществу, взятому для приготовления  $m$  г меченого соединения, добавить порцию радиоактивного раствора, регистрируемая активность которого найдена на основании паспортных (ориентировочных) данных, то удельная активность полученного соединения также будет известна лишь приближенно.

Очень важно точно знать удельную активность приготовленного меченого соединения. На практике ее обычно рассчитывают исходя из результатов предварительного выполненных точных определений активности раствора, используемого для приготовления меченого соединения.

Насыщенный при данной температуре раствор меченого соединения можно получить, энергично перемешивая раствор с осадком на термостатированном аппарате для встряхивания или используя сосуд для определения растворимости, погруженный в водяной термостат (рис. 51). При этом в каждом случае следует убедиться в достижении равновесия осадка с раствором как «снизу», так и «сверху». Для определения растворимости рекомендуется использовать осадки, заранее подвергнутые длительному созреванию в выбранном растворителе.

Чтобы получить пробу раствора, поступают, например, следующим образом. С помощью пипетки отбирают из сосуда для определения растворимости порцию жидкости, переносят жидкость в центрифужную пробирку, раствор центрифугируют (желательно использовать термостатированную центрифугу) и далее из центрифужной пробирки микропипеткой отбирают пробы для измерения активности раствора. При выполнении этой операции следует учитывать возможность адсорбции радиоактивного изотопа на стенках пипеток и пробирки, а также коллоидообразование в сильно разбавленных растворах. Вещество, сорбированное стенками микропипетки, рекомендуется тщательно десорбировать кислотами, комплексообразователями или другими подходящими реагентами, присоединяя промывные жидкости к соответствующим пробам.

В данной работе описано определение растворимости  $\text{SrSO}_4$  в воде, а также растворимости  $\text{PbI}_2$  в растворах  $\text{NaI}$  различных концентраций.

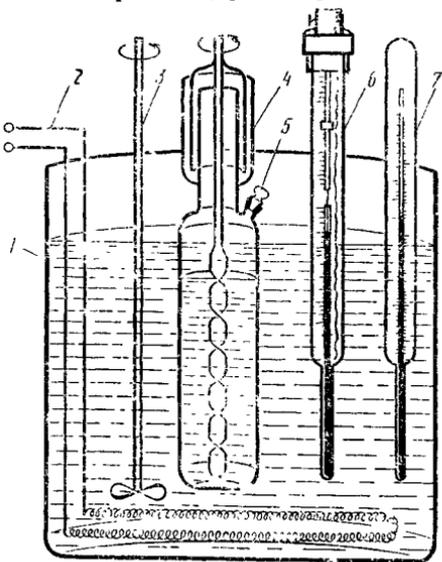


Рис. 51. Прибор для определения растворимости:

1 — термостат; 2 — нагреватель; 3 — мешалка; 4 — сосуд для получения насыщенного раствора; 5 — отверстие для отбора проб; 6 — контактный термометр; 7 — термометр

## Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации  $\beta$ -излучения. Секундомер. Прибор для встряхивания (желательно термостатированный при  $25^\circ \text{C}$ ). Центрифуга. Водяная баня. Лампа для выпаривания. Пипетка на 1 мл со шприцем. Сосуд со льдом.

**Посуда.** Центрифужные пробирки с шлифованными пробками (10 шт.). Стаканы на 100 мл (2 шт.). Бюретки на 25 мл (2 шт.). Мерный цилиндр на 10 мл. Чашечки для измерения активности. Мерные колбы на 25, 50 и 100 мл (по 1 шт.). Пробирки на 15 — 20 мл с шлифованными пробками (4 шт.).

**Реактивы.** Растворы: 0,05 М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , 0,05 М  $\text{MgSO}_4$ , 0,1 н.  $\text{HCl}$ .

**Радиоактивное вещество.** Раствор  $^{89}\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  или  $^{89}\text{SrCl}_2$  без носителя удельной активностью 0,1 мКи/мл.

## Выполнение работы

Определяют точное значение регистрируемой удельной активности имеющегося радиоактивного раствора  $^{89}\text{Sr}$ . Для этого оценивают, во сколько раз нужно разбавить имеющийся радиоактивный раствор с известной абсолютной удельной активностью, чтобы регистрируемая удельная активность полученного радиоактивного раствора составляла около 2000 имп/мин · мл. Выполняют разбавление раствора аналогично тому, как это описано в работе 4.1, б. Полученный после разбавления раствор тщательно перемешивают и три его порции объемом по 0,5 мл каждая переносят в чашечки для измерения активности. Пипетку каждый раз промывают 2 раза порциями 0,1 н.  $\text{HCl}$  объемом по 0,1 — 0,2 мл каждая. Промывную жидкость присоединяют к раствору в соответствующей чашечке. Растворы осторожно выпаривают под лампой и проводят измерения активности в течение такого времени, чтобы относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышала 3%. (Аналогичным образом проводят измерение всех остальных препаратов, которые будут получены в данной работе.) Рассчитывают регистрируемую удельную активность исходного раствора  $I_{\text{уд. исх}}$  (имп/мин · мл).

Находясь необходимой для проведения работы массу удельную активность  $I_{\text{уд}}$  меченого  $\text{SrSO}_4$ , положив, что его растворимость при комнатной температуре  $L \approx 5 \cdot 10^{-4}$  моль/л, и приняв, что проба 0,5 мл насыщенного раствора должна обеспечивать скорость счета 500 имп/мин [формула (5.31)].

Исходя из того, что для приготовления меченого осадка  $\text{SrSO}_4$  будет использовано 10 мл 0,05 М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ , и зная  $I_{\text{уд}}$ , рассчитывают объем  $v_{\text{исх}}$  исходного раствора  $^{89}\text{Sr}$ , который нужен для получения осадка требуемой удельной активности. Если этот объем нельзя точно отобрать имеющейся пипеткой, проводят необходимое разбавление исходного раствора.

Меченый сульфат стронция готовят следующим образом. В стакан емкостью 100 мл пипеткой вносят 10 мл 0,05 М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ . Добавляют рассчитанный объем  $v_{\text{исх}}$  раствора  $^{89}\text{Sr}$ , необходимый для получения осадка требуемой удельной активности. Раствор осторожно нагревают

на водяной бане примерно до  $60^{\circ}\text{C}$  и осаждают  $\text{SrSO}_4$  с помощью 12 мл  $0,05\text{ M MgSO}_4$ . Для стабилизации осадок 30 мин выдерживают в водяной бане при  $60\text{--}80^{\circ}\text{C}$ , периодически помешивая его стеклянной палочкой. Далее суспензию переносят в центрифужную пробирку, осадок центрифугируют, центрифугат сливают в бутылку для радиоактивных отходов. Полученный осадок 3 раза промывают дистиллированной водой, после каждого промывания осадок центрифугируют и промывные воды осторожно сливают. Отмытый влажный осадок суспендируют в  $\sim 5$  мл воды; суспензию распределяют в 2 пробирки с пришлифованными пробками и добавляют в каждую пробирку по 10—15 мл дистиллированной воды.

Для достижения равновесия «сверху» помещают пробирки на 10—15 мин в водяную баню с температурой  $80\text{--}90^{\circ}\text{C}$ , затем помещают пробирки в прибор для встряхивания (желательно, чтобы он был термостатирован при  $25^{\circ}\text{C}$ ). Через каждые 20 мин из осветленного раствора отбирают по 1 мл, переносят жидкость в центрифужные пробирки, раствор центрифугируют 5—10 мин и из центрифугата отбирают в чашечки пробы по 0,5 мл.

При отборе жидкости пипеткой часть  $^{89}\text{Sr}$  может сорбироваться стеклянными стенками. Поэтому пипетку каждый раз промывают 2 раза порциями 0,1 н.  $\text{HCl}$  объемом по 0,1—0,2 мл каждая. Промывные жидкости сливают в соответствующие чашечки. Жидкость в чашечках выпаривают и активности препаратов измеряют, как описано выше.

Отбор раствора из пробирок с осадком продолжают до достижения постоянной скорости счета (не менее 3 проб после достижения равновесия). Строят график зависимости скорости счета от времени перемешивания и находят среднее значение, соответствующее концентрации насыщенного раствора. По результатам работы рассчитывают растворимость  $\text{SrSO}_4$  в воде при температуре опыта [формулы (5.27) и (5.28)]. Оценивают погрешность найденной величины растворимости при 95%-ной доверительной вероятности, принимая за параллельные результаты значения растворимости после достижения равновесия.

Повторяют опыт по определению растворимости, в котором достижение равновесия осуществляется «снизу». С этой целью получают, как уже описано, радиоактивный осадок  $^{89}\text{SrSO}_4$ , отмывают его водой и переносят в 2 пробирки. В пробирки добавляют по 10—15 мл воды, охлажденной до  $5\text{--}10^{\circ}\text{C}$ . Помещают пробирки в прибор для встряхивания. Все последующие операции выполняют точно так же, как и в опыте по достижению равновесия «сверху». Сравнивают полученные в обоих опытах значения растворимости и убеждаются в достижении равновесия.

По заданию преподавателя с помощью формул (5.29) и (5.30), используя найденное значение растворимости, рассчитывают произведение растворимости  $\text{PP SrSO}_4$ . При расчете ионной силы, учитывая высокое разбавление растворов, моляльные концентрации можно принять равными молярным.

На основании закона накопления погрешностей получают выражение для оценки погрешности величины  $\text{PP}$ , вычисляемой по формуле (5.29). Рассчитывают погрешность  $\text{PP}$ , соответствующую 95%-ной до-

верительной вероятности, полагая, что относительная погрешность величины коэффициента термодинамической активности при 95%-ной доверительной вероятности составляет 5%.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ $PbI_2$ В РАСТВОРАХ NaI

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации излучения  $^{131}I$ . Секундомер. Прибор для встряхивания (желательно термостатированный). Центрифуга. Пипетка на 2 мл со шприцем. Водяная баня.

**Посуда.** Пронумерованные пробирки с притрифованными пробками (6 шт.). Центрифужные пробирки (10 шт.). стакан на 100 мл. Чашечки для измерения активности. Колбы на 25, 50 и 100 мл (по 1 шт.). Бюретка на 25 мл.

**Реактивы.** Уксусная кислота. Растворы: 0,02 М, 0,04 М, 0,06 М, 0,08 М и 0,10 М NaI; 0,10 М Pb ( $CH_3COO$ )<sub>2</sub> или Pb( $NO_3$ )<sub>2</sub>; 1%-ный  $Na_2SO_3$ .

**Радиоактивное вещество:** раствор  $Na^{131}I$  (или  $K^{131}I$ ) без носителя с объемной удельной активностью около  $10^6$  имп/мл · мл (такая удельная активность необходима, если для регистрации излучения  $^{131}I$  используют счетчик Гейгера — Мюллера).

### Выполнение работы

Определяют регистрируемую удельную активность раствора, содержащего  $^{131}I$ . Для этого его разбавляют приблизительно в  $10^3$  раза. Три порции разбавленного раствора объемом по 0,5 мл каждая переносят в чашечки для измерения активности. Для удаления  $^{131}I$ , сорбированного стенками пипетки, ее каждый раз дважды промывают 1%-ным раствором  $Na_2SO_3$  (объем каждой порции 0,1—0,2 мл), промывную жидкость сливают в соответствующую чашечку.

Растворы в чашечках осторожно упаривают досуха под лампой и активности препаратов измеряют в течение такого времени, чтобы относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$  не превышала 3%. Рассчитывают регистрируемую удельную активность исходного радиоактивного раствора  $I_{уд. исх}$  (имп/мин · мл).

Для синтеза меченого  $PbI_2$  в стакан емкостью 100 мл из бюретки приливают 15 мл 0,1 М NaI и добавляют туда такой объем  $v_{исх}$  исходного активного раствора, содержащего  $^{131}I$ , чтобы суммарная активность (т. е. произведение  $I_{уд. исх} \cdot v_{исх}$ ) составила  $\sim 10^6$  имп/мин. Раствор слегка нагревают на водяной бане, добавляют в него 3—5 капель уксусной кислоты и осаждают  $Pb^{131}I_2$ , добавляя 15 мл 0,1 М Pb ( $CH_3COO$ )<sub>2</sub> или, что несколько хуже, Pb ( $NO_3$ )<sub>2</sub>.

Для стабилизации осадка суспензию медленно охлаждают до комнатной температуры и затем выдерживают в течение часа, постоянно перемешивая жидкость в стакане стеклянной палочкой. Дают осадку отстояться, после чего жидкость декантируют и осадок несколько раз промывают дистиллированной водой, причем промывные воды сливают в бутылку для отходов.

Полученный в таких условиях осадок  $PbI_2$  можно считать стабилизированным, так как доля активности, которая в последующих опытах переходит из осадка в раствор за счет изотопного обмена иодом между  $PbI_2$  и иодид-ионами раствора, невелика и не превышает 3—5%.

Зная общую добавленную активность и количество взятого осадителя, рассчитывают массовую удельную активность осадка  $I_{уд}$ .

Полученный осадок  $Pb^{131}I_2$  распределяют приблизительно равными порциями в шесть пронумерованных пробирок и приливают в одну из них 10 мл дистиллированной воды, а в 5 остальных — по 10 мл раствора  $NaI$  концентрацией соответственно 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 и 0,10 М. Пробирки помещают в прибор для встряхивания (желательно, чтобы он был термостатирован при 25° С) и суспензии перемешивают в течение 4 ч. За это время концентрация  $PbI_2$  в растворе успевает достичь равновесного значения. Затем отбирают из каждой пробирки по 5 мл раствора, переносят раствор в центрифужные пробирки и 5—10 мин центрифугируют для полного отделения твердой фазы. По окончании центрифугирования из каждой пробирки отбирают по 2 пробы растворов объемом по 0,5 мл каждая. Как и при определении удельной активности исходного раствора, пипетку каждый раз дважды промывают 1%-ным раствором  $Na_2SO_3$ ; промывные жидкости сливают в соответствующие чашечки (общий объем промывной жидкости должен оставлять 0,3—0,4 мл). Растворы в чашечках осторожно упаривают над лампой и измеряют активности препаратов. Измерение препаратов для оценки точности результатов измерения проводят так же, как и при определении удельной активности исходного раствора. Находят средние значения активностей растворов и, зная  $I_{уд}$ , вычисляют растворимости  $PbI_2$  в каждом растворе  $NaI$ .

С помощью закона накопления погрешностей получают формулу для оценки погрешности величины растворимости, вычисляемой на основании массовой удельной активности исследуемого соединения. Оценивают погрешность растворимости, соответствующую 95%-ной доверительной вероятности, полагая, что относительные погрешности отбора объемов и определения концентрации исходных веществ при  $\alpha = 0,95$  не превышают 2%.

Исходя из результата определения растворимости  $PbI_2$  в чистой воде рассчитывают значение его произведения растворимости ПР. Далее вычисляют значения растворимости  $PbI_2$  при разных концентрациях  $NaI$ , использованных в работе. При этом полагают, что термодинамические активности соответствующих ионов численно равны концентрациям.

Строят график зависимости найденных значений растворимости  $PbI_2$  от концентрации  $NaI$  в растворе, указывая на нем погрешности экспериментальных данных. На тот же график наносят величины, определенные расчетным путем. Сравнивают экспериментальные и вычисленные значения между собой.

## **Работа 14. Определение растворимости $MgNH_4PO_4$ в растворах магниальной смеси методом Неймана**

В присутствии большого количества посторонних ионов определение растворимости соединения, получаемого осаждением, может быть выполнено методом Неймана. Основное преимущество метода Неймана

состоит в том, что отпадает необходимость определения активности добавляемого радиоактивного изотопа.

Рассмотрим определение с помощью метода Неймана растворимости магнийаммонийфосфата.

Допустим, что в растворе содержится  $q$  ммоль  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ . К раствору добавляют радиоактивный изотоп  $^{32}\text{P}$  в форме  $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$  без носителя и некоторый избыток осадителя — магниезиальной смеси. Выпадающий осадок отфильтровывают и весь фильтрат собирают. Пусть объем фильтрата равен  $v_1$  мл. К фильтрату вновь прибавляют  $q$  ммоль  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  и снова осаждают фосфат-ион в тех же условиях, что и в первый раз. Теперь объем маточного раствора после второго осаждения оказался равным  $v_2$  мл. Осадок отфильтровывают и измеряют активности первого и второго осадков (соответственно  $I_1$  и  $I_2$ ).

При условии, что объемы  $v_1$  и  $v_2$  равны между собой ( $v_1 = v_2 = v$ ), растворимость  $x$  магнийаммонийфосфата, выраженная в ммоль/л, равна

$$x = \frac{q(\sqrt{\beta^2 + 4} - \beta)}{2v}, \quad (5.32)$$

где  $\beta = I_1/I_2$ .

В работе описано определение растворимости магнийаммонийфосфата в магниезиальной смеси.

#### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации  $\beta$ -излучения. Секундомер. Водяная баня. Разборные воронки для фильтрования радиоактивных осадков (4 шт.). Лампа для выпаривания.

**Посуда.** Мерные колбы на 25 мл (8 шт.). Стаканы на 100 мл (4 шт.). Воронки (4 шт.). Стеклянные палочки (2 шт.). Фарфоровые чашки для выпаривания на 100 мл (4 шт.).

**Реактивы.** Ацетон. Растворы: 0,02 М  $\text{MgCl}_2$ ; 0,4 М  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ; 0,1 М  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ; 1 н. и 0,05 н.  $\text{HCl}$ ; 1%-ный и разбавленный (1 : 5) аммиак.

**Радиоактивное вещество.** Раствор  $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$  без носителя с объемной удельной активностью 4000 — 5000 имп/мин · мл (такая удельная активность необходима, если для регистрации излучения фосфора-32 используют счетчик Гейгера — Мюллера).

#### Выполнение работы

Проводят четыре осаждения  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$  из равных объемов раствора фосфата натрия  $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$  различным количеством осадителя. Для этого в четыре пронумерованные мерные колбы на 25 мл помещают следующие количества растворов (табл. 22).

К каждому раствору прибавляют по 2—3 капли фенолфталеина; погружают колбы на 5—10 мин в горячую воду, затем в каждую из них прибавляют по каплям разбавленный раствор аммиака (1 : 5) до появления розовой или красной окраски. Доводят объем растворов до 25 мл водой, хорошо перемешивают и осадкам дают 1 ч отстояться. Растворы фильтруют через плотный фильтр на разборной воронке, фильтраты собирают в мерные колбы на 25 мл (номера колб соответственно с 1' до 4'). Промывают осадки 5 мл 1%-ного аммиака, затем вы-

Количество приливаемых растворов при первом осаждении

Номер колбы	Объем раствора, мл					Кратность избытка осадителя
	0,05 н. HCl	Na <sub>2</sub> H <sup>32</sup> PO <sub>4</sub> (без носителя)	0,1 М Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,2 М MgCl <sub>2</sub>	0,4 М NH <sub>4</sub> Cl	
1	0,4	1	1	0,5	0,5	1
2	0,4	1	1	1	1	2
3	0,4	1	1	2	2	4
4	0,4	1	1	3	3	6

нимают воронки из мерных колб и осадки промывают ацетоном. Промывную жидкость отбрасывают. Полученные осадки высушивают под лампой.

К фильтратам каплями добавляют 1 н. HCl до исчезновения окраски фенолфталеина, затем растворы переносят в фарфоровые чашки на 100 мл и жидкость упаривают до объема около 15 мл. Упаренные растворы осторожно переносят в те же мерные колбы (№ 1—4), где они находились ранее.

Для второго осаждения магнийаммонийфосфата к фильтратам добавляют следующие количества реагентов (табл. 23),

Таблица 23

Количество приливаемых растворов при втором осаждении

Номер колбы	Объемы растворов, мл			
	0,05 н. HCl	0,1 М Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,2 М MgCl <sub>2</sub>	0,4 М NH <sub>4</sub> Cl
1'	0,4	1	0,5	0,5
2'	0,4	1	1	1
3'	0,4	1	2	2
4'	0,4	1	3	3

После смешивания всех указанных реагентов к растворам в колбах по каплям прибавляют разбавленный раствор аммиака (1 : 5) до появления окраски фенолфталеина, а затем объемы растворов доводят до 25 мл водой. Растворы хорошо перемешивают и далее для отделения осадка MgNH<sub>4</sub>PO<sub>4</sub> поступают так же, как и при первом осаждении.

Измеряют активности всех препаратов, причем препараты, полученные после первого осаждения, измеряют по 1 мин, а препараты, полученные после второго осаждения, — по 5 мин.

Рассчитывают растворимость MgNH<sub>4</sub>PO<sub>4</sub> в каждом из четырех случаев, используя формулу (5.32). Пользуясь законом накопления погрешностей, рассчитывают погрешность в определении  $x$  при 95%-ной доверительной вероятности ( $\gamma=0,95$ ), полагая, что погрешности, свя-

занные с колебаниями объемов  $v$  и количеств добавляемого вещества  $q$ , при  $\gamma=0,95$  составляют 1%, а рассеяние результатов измерения активности обусловлено только статистическим характером радиоактивного распада.

## Работа 15. Определение коэффициента самодиффузии иодид-иона в растворе иодида натрия

Знание коэффициента самодиффузии иона в растворе позволяет сделать важные выводы о характере диффундирующих частиц, их размерах и т. д. Определить коэффициенты самодиффузии можно только с помощью радиоактивных индикаторов. В данной работе рассмотрена методика определения коэффициентов самодиффузии капиллярным методом.

При работе по этому методу порцию раствора, содержащего меченое радиоактивным изотопом вещество, помещают в закрытый с одного конца капилляр длиной  $l$ . Активность порции раствора должна быть заранее известна; допустим, что она равна  $I_0$ . Капилляр с раствором помещают в большой сосуд, заполненный тем же раствором, что и залитый в капилляр, но не содержащий радиоактивности. Сосуд термостатируют и жидкость в нем во время опыта интенсивно перемешивают. Экспериментально установлено, что вымывания радиоактивного вещества из капилляра за счет перемешивания жидкости в сосуде не происходит, если скорость перемешивания не выше 300—500 об/мин, а диаметр капилляра менее 0,9 мм.

По истечении времени  $t$  вынимают капилляр из сосуда и вновь определяют активность содержащегося в нем раствора (величина  $I$ ). Если продолжительность эксперимента такова, что  $I/I_0 \leq 0,5$ , то расчет коэффициента самодиффузии  $q$  можно проводить по формуле

$$q = \frac{\lg \left( \frac{\pi^2}{8} \frac{I}{I_0} \right) l^2}{1,071t} \quad (5.33)$$

Экспериментальные особенности метода рассмотрены ниже на примере определения коэффициента самодиффузии иодид-иона в растворе иодида натрия.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и посуда.** Радиометрическая установка со сцинтилляционным датчиком с колодцем, предназначенная для регистрации  $\gamma$ -излучения  $^{131}\text{I}$ . Секундомер. Прибор для определения коэффициента самодиффузии (рис. 52). Термостат, обеспечивающий подачу воды в рубашку прибора для определения коэффициента самодиффузии. Магнитная мешалка. Штативы (2 шт.). Микропипетка (2 шт.) (рис. 53). Набор пронумерованных капилляров с внутренним диаметром 0,8 — 0,9 мм и известной (15 — 20 мм) длиной (5 шт.) — см. инструкцию для лаборантов. Пробирки для размещения в них капилляров при измерении активности содержащегося в растворе  $^{131}\text{I}$  на сцинтилляционном детекторе — 10 шт. Пинцет. Бюкс для хранения капилляров (рис. 53). Чашка Петри. Стакан на 100 мл.

**Реактивы.** 0,1 М NaI.

**Радиоактивное вещество.** 0,1 М NaI, содержащий  $^{131}\text{I}$  с объемной удельной активностью  $\sim 10^5$  имп/мин · мл (измеренной на сцинтилляционном счетчике).

**Инструкция для лаборантов.** Капилляры готовят следующим образом: нарезают из капиллярной трубки с подходящим внутренним диаметром штабики длиной около 20 мм (наружный диаметр капилляров должен составлять 5 —

7 мм). Торцы штабиков шлифуют. При шлифовке желательно добиться одинаковой длины всех капилляров. К одному из торцов каждого капилляра приклеивают эпоксидной смолой или другим подходящим клеем тонкое стеклянное донышко. Нумеруют капилляры с помощью плавиковой кислоты. Измеряют штангенциркулем длину каждого капилляра и результаты измерений фиксируют в журнале.

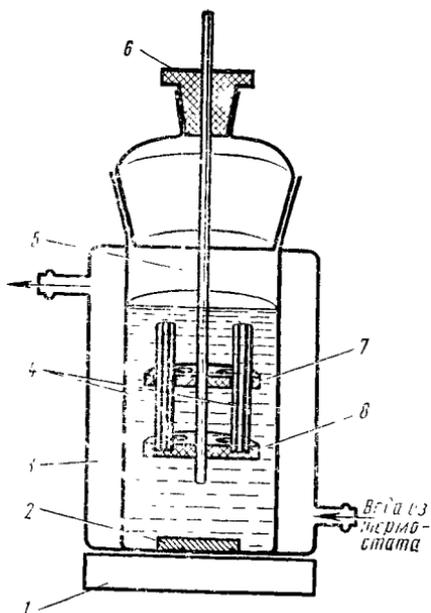


Рис. 52. Прибор для определения коэффициента диффузии капиллярным методом:

1 — магнитная мешалка; 2 — железный сердечник в стеклянном кожухе; 3 — термостатирующая рубашка; 4 — капилляры; 5 — стеклянный стержень; 6 — тефлоновая пробка; 7 — тефлоновое кольцо с отверстиями для капилляров, 8 — тефлоновое кольцо-подставка

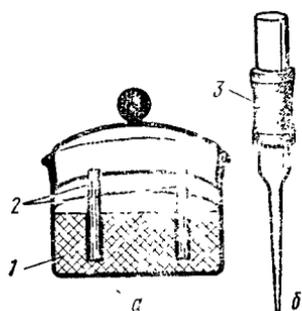


Рис. 53. Бюкс для хранения капилляров (а) и микропипетка (б):

1 — пенопластовый вкладыш с углублениями для размещения капилляров; 2 — капилляры; 3 — резиновый шланг

## Выполнение работы

Приводят термостат в рабочее положение ( $25,0 \pm 0,1^\circ \text{C}$ ). Размещают в отверстии крышки термостата стакан на 100 мл с 0,1 М NaI. В прибор для определения коэффициента самодиффузии, соединенный резиновыми шлангами с термостатом, на  $\frac{2}{3}$  заливают 0,1 М NaI. Закрепляют прибор так, чтобы его дно находилось на столике магнитной мешалки. Записывают номера полученных у лаборанта капилляров и их длины в рабочий журнал. Капилляры хранят в бюксе (рис. 53).

Перед заполнением капилляров радиоактивным раствором тренируются в заполнении капилляров жидкостью, используя чистую воду. При выполнении этой операции локти работающего должны упираться в поверхность стола. Капилляр держат пинцетом в левой руке, а правой рукой берут микропипетку, заполняют ее жидкостью, осторожно

вставляют оттянутый кончик микропипетки как можно глубже в капилляр и, выдавливая из нее жидкость, медленно вынимают из капилляра. В заполненном капилляре не должно оставаться пузырьков воздуха!

Далее заполняют микропипетку радиоактивным раствором и, держа капилляр над чашкой Петри, промывают его радиоактивным раствором (в ходе промывания из капилляра должно вытечь на чашку Петри 5—6 капель радиоактивного раствора). Подобное промывание капилляра необходимо для того, чтобы добиться насыщения стенок капилляра исходным раствором. Заполняют капилляр раствором. После выполнения этой операции на верхнем срезе капилляра должна остаться маленькая капелька радиоактивного раствора. Далее, держа капилляр по-прежнему пинцетом, быстро ополаскивают его в стакане с термостатированным раствором NaI. После ополаскивания капилляр помещают в пробирку с пришлифованной пробкой и активность капилляра измеряют на сцинтилляционном счетчике. Все измерения активностей капилляров в данной работе проводят в течение времени, достаточного для того, чтобы относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma=0,95$  не превышала 5%.

После измерения на радиометрической установке исходной активности капилляра  $I_0$  каждый капилляр вынимают из пробирки и с помощью микропипетки добавляют в капилляр исследуемый радиоактивный раствор в таком количестве, чтобы на верхнем срезе капилляра вновь находилась небольшая капелька раствора. Наполненные таким образом капилляры укрепляют в тefлоновом кольце 7 прибора для определения коэффициента самодиффузии (см. рис. 52). Аккуратно вносят капилляры в прибор с раствором NaI. Сначала капилляры размещают так, чтобы верхние концы капилляров оставались на 2—3 мм над поверхностью раствора (для достижения теплового равновесия между жидкостью в приборе и раствором в капиллярах). Через 5 мин капилляры погружают в раствор настолько, чтобы их верхние срезы оказались не менее чем на 6—8 мм ниже поверхности жидкости (см. рис. 52). Жидкость в приборе перемешивают магнитной мешалкой.

Опыт продолжают 3 ч. По истечении этого времени капилляры вынимают из прибора и их активность вновь измеряют на сцинтилляционном счетчике (определяют значения  $I$ ). Убеждаются в том, что для каждого капилляра  $I/I_0 \leq 0,5$ . По формуле (5.33) вычисляют коэффициент самодиффузии  $q$ . Находят среднее значение  $\bar{q}$  и вычисляют его погрешность при  $\gamma=0,95$ . Полученный результат сообщают преподавателю.

## **Работа 16. Изучение адсорбции иода на активированном угле**

Радиоактивные индикаторы широко применяют при изучении явлений адсорбции, в частности адсорбции из растворов.

Для количественной характеристики адсорбции используется изотерма адсорбции, выражающая связь между адсорбированным количеством вещества и его равновесной концентрацией в растворе при

постоянной температуре. Во многих случаях изотерма адсорбции может быть описана уравнением Лэнгмюра:

$$\Gamma = \Gamma_{\infty} \frac{c}{B + c}, \quad (5.34)$$

где  $\Gamma$  — количество адсорбированного вещества;  $\Gamma_{\infty}$  — емкость адсорбента, т. е. предельное количество вещества, которое может быть адсорбировано в монослое;  $c$  — равновесная концентрация этого же вещества в растворе;  $B$  — постоянная.

Величины  $\Gamma$  и  $\Gamma_{\infty}$  часто относят к единице массы адсорбента. Количество вещества  $\Gamma$ , поглощенное на единицу массы адсорбента, можно найти, если известны начальная активность раствора адсорбата  $I_0$ , равновесная активность того же раствора после контакта с  $m$  г адсорбента  $I_p$  и массовая удельная активность адсорбата  $I_{уд}$

$$\Gamma = \frac{I_0 - I_p}{m I_{уд}}. \quad (5.35)$$

Концентрацию адсорбата в растворе можно рассчитать по формуле

$$c = \frac{I_p}{v I_{уд}}, \quad (5.36)$$

где  $v$  — объем раствора.

В настоящей работе изучается адсорбция иода на активированном угле из водного раствора. Цель работы — проверить применимость уравнения изотермы Лэнгмюра для расчета предельной емкости адсорбента.

#### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Радиометрическая установка с детектором  $\beta$ -излучения. Секундомер. Прибор для встряхивания. Аналитические весы. Набор сит. Штатив для пробирок. Лампа для выпаривания. Пипетки на 1 — 2 мл со шприцем (2 шт.). Пробирки, градуированные на 10 мл, с притертыми пробками (5 шт.). Пробирки на 10 мл с притертыми пробками (6 шт.). Мерный цилиндр на 10 мл. Стеклянные чашечки для измерения активности.

**Реактивы.** Активированный уголь. 0,05 М раствор  $I_2$  в 0,1 М KI, 0,5 М  $Na_2SO_3$ .

**Радиоактивное вещество.** Раствор, содержащий  $^{131}I$  (см. инструкцию для лаборантов) с объемной удельной активностью  $\sim 10^4$  имп/мин · мл (такая активность необходима, если в качестве детектора используется счетчик Гейгера — Мюллера).

**Инструкция для лаборантов.** Необходимый для выполнения работы раствор меченого иода готовится лаборантом путем добавления к исходному раствору, содержащему  $^{131}I$  в форме K  $^{131}I$  — 3 капель 0,05 М раствора иода в 0,1 М KI.

#### Выполнение работы

Из исходного 0,05 М раствора иода в 0,1 М KI готовят растворы иода следующих концентраций: 0,04; 0,03; 0,02; 0,01; 0,005 М (в 0,1 М KI). Для этого отбирают в 5 градуированных пробирок на 10 мл соответственно 8, 6, 4, 2 и 1 мл исходного раствора  $I_2$ , доводят объем раствора в каждой пробирке до 10 мл 0,1 М KI и перемешивают.

Берут 6 других пробирок с притертыми пробками; в первую наливают 5 мл исходного 0,05 М иода, а в каждую из пяти остальных — по 5 мл одного из приготовленных ранее растворов. Во все пробирки добавляют пипеткой со шприцем по 1 мл активного раствора, содержащего  $^{131}\text{I}$ .

С помощью набора сит просеивают порцию активированного угля, отбирая для опытов фракцию с диаметром зерен 0,25—0,5 мм.

Берут шесть точных навесок просеянного угля (количество угля  $m$  в каждой навеске должно составлять  $\sim 25$  мг). После того как все навески приготовлены, всыпают их в пробирки с растворами иода различной концентрации, содержащими  $^{131}\text{I}$ . Пробирки закрепляют в держателе прибора для встряхивания и встряхивают в течение 1 ч. После этого пробирки вынимают из прибора для встряхивания и ставят в штатив.

Берут чистую пипетку (на кончик ее следует одеть маленький чехол из капроновой ткани, чтобы вместе с раствором не засасывались частицы угля) и отбирают из каждой пробирки 2 пробы по 0,5 мл в стеклянные измерительные чашечки; отбор проб рекомендуется проводить, переходя от пробирок с большей концентрацией иода к пробиркам с меньшей концентрацией. Перед тем как отобрать пробы из очередного раствора, промывают пипетку этим же раствором, сливая промывную жидкость в радиоактивные отходы. В чашечки прибавляют по каплям, до обесцвечивания жидкости, 0,5 М  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , после чего пробы осторожно упаривают под лампой, избегая прокаливаний. Аналогично готовят два препарата из исходного раствора, содержащего  $^{131}\text{I}$ , отбирая пробы объемом по 0,25 мл.

Активность всех препаратов измеряют таким образом, чтобы относительные флуктуации скорости счета каждого препарата  $\delta_{0,95(1)}$  не превышали 0,05.

По результатам измерения препаратов, приготовленных из исходного раствора, находят начальную активность  $I_0$  растворов адсорбата. Зная концентрации этих растворов, определяют массовую удельную активность  $I_{\text{уд}}$  каждого раствора. На основании результатов измерения препаратов, приготовленных из растворов, встряхивавшихся с адсорбентом, определяют равновесную активность каждого раствора  $I_p$ . По формуле (5.35) рассчитывают адсорбированные количества иода  $\Gamma$ , а по формуле (5.36) — соответствующие равновесные концентрации иода в растворах.

Строят кривую в координатах  $\Gamma$  —  $c$ ; находят по ней экспериментальное значение предельной емкости адсорбента  $\Gamma_{\infty(\text{эксп})}$ . Определяют также величину  $\Gamma_{\infty}$  на основании уравнения изотермы Лэнгмюра. Для этого строят график зависимости величины  $\Gamma$  от  $\Gamma/c$ . Полученная в этих координатах прямая отсекает на оси ординат отрезок, численно равный  $\Gamma_{\infty}$ . Если значение  $\Gamma_{\infty}$  найдено методом наименьших квадратов, оценивают его погрешность подобно тому, как это было описано в гл. 4 § 5.

Сравнивают величины  $\Gamma_{\infty(\text{эксп})}$  и  $\Gamma_{\infty}$ ; делают вывод о применимости уравнения Лэнгмюра для расчета предельной емкости адсорбента.

## Работа 17. Определение удельной поверхности сульфата стронция методом поверхностного изотопного обмена

Удельную поверхность различных порошков можно определять, используя реакции изотопного обмена между поверхностным слоем твердого вещества и его насыщенным раствором, содержащим радиоактивную метку. При этом необходимо, чтобы в изотопном обмене участвовали атомы, молекулы или ионы, относящиеся только к поверхностному монослою твердой фазы. Определив долю радиоактивных атомов, перешедших из раствора в этот слой при равновесии, можно найти общую массу вещества, составляющую поверхностный монослой порошка. Если эту массу разделить на общую массу порошка, выраженную в граммах, то найденная величина будет представлять собой относительную удельную поверхность порошка  $f_{\text{отн}}$ .

Пусть  $I_0$  — общая регистрируемая активность в системе,  $I_p$  — регистрируемая активность раствора при равновесии,  $s$  — растворимость исследуемого вещества, г/мл,  $v$  — объем раствора (мл),  $m$  — масса порошка, г. Тогда величина  $f_{\text{отн}}$  будет равна

$$f_{\text{отн}} = \frac{sv(I_0 - I_p)}{mI_p}. \quad (5.37)$$

Допустим, что меченые молекулы (ионы, нейтральные атомы), участвующие в изотопном обмене, имеют форму куба с длиной ребра  $\sigma$ , а плотность порошка  $\rho$ . Тогда площадь грани куба

$$\sigma^2 = \left( \frac{M}{6,02 \cdot 10^{23} \rho} \right)^{2/3}, \quad (5.38)$$

где  $M$  — масса моля исследуемого вещества в граммах.

Зная  $\sigma^2$ , можно от  $f_{\text{отн}}$  перейти к значению удельной поверхности  $S$ , выраженному в  $\text{см}^2/\text{г}$ :

$$S = 6,02 \cdot 10^{23} \sigma^2 \frac{f_{\text{отн}}}{M}. \quad (5.39)$$

С учетом (5.37) и (5.38) соотношение (5.39) можно преобразовать к виду

$$S = \frac{8,45 \cdot 10^7 \cdot sv(I_0 - I_p)}{\rho^{2/3} m I_p M^{1/3}}. \quad (5.40)$$

При определении удельной поверхности методом поверхностного изотопного обмена следует учитывать, что растворимость соединения, поверхность которого хотят определить, обычно очень мала. Изменение же концентрации радиоактивного изотопа, добавленного в насыщенный раствор, может быть связано не только с протеканием изотопного обмена, но и с адсорбцией микроколичеств меченого вещества на поверхности пипеток при отборе проб. Вследствие этого в каждом случае нужно контролировать величину доли активности, адсорбированной на стенках посуды.

Ниже описано определение удельной поверхности стабилизированных кристаллов  $\text{SrSO}_4$ .

## Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации  $\beta$ -излучения. Секундомер. Центрифуга. Прибор для встряхивания (желательно термостатированный при  $25^\circ\text{C}$ ). Лампа для выпаривания. Аналитические весы. Пипетка на 1 мл со шприцем.

**Посуда.** Центрифужные пробирки емкостью 10 мл с притертыми пробками (4 шт.). Колба на 50 мл. Мерный цилиндр на 10 мл. Бюкс. Полиэтиленовая баночка с пробкой на 50 мл. Стеклонные чашечки для измерения активности.

**Реактивы.** 0,1 н. раствор  $\text{HCl}$ . Стабилизированный порошок кристаллов  $\text{SrSO}_4$  и насыщенный при  $25^\circ\text{C}$  раствор  $\text{SrSO}_4$  в воде (см. инструкцию для лаборантов).

**Радиоактивное вещество.** Раствор  $^{89}\text{SrCl}_2$  без носителя с регистрируемой удельной активностью  $2 \cdot 10^6$  имп/мин·мл (такая удельная активность необходима, если для регистрации излучения используют счетчик Гейгера — Мюллера).

**Инструкция для лаборантов.** Все операции по получению стабилизированного порошка  $\text{SrSO}_4$  и нас. раствора  $\text{SrSO}_4$  должны быть выполнены заранее лаборантом. Для получения стабилизированных кристаллов  $\text{SrSO}_4$  50 г  $\text{SrCl}_2$  марки «ч. д. а.» или «х. ч.» растворяют в 0,5 л дистиллированной воды и при перемешивании медленно добавляют 125 мл 8 н.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . После осаждения  $\text{SrSO}_4$  жидкость с осадка сливают и осадок многократно промывают дистиллированной водой, каждый раз давая осадку отстояться и удаляя промывную жидкость. Отмытый таким образом осадок переносят в круглодонную колбу на 1 л, заливают в нее 0,5 — 0,6 л дистиллированной воды и суспензию перемешивают в течение 1 месяца или более (выключение мешалки на ночь не мешает получению нужных кристаллов и раствора). Воду каждые 4 — 5 дней меняют. Раствор, полученный в последний раз, осторожно (не взмутить осадок!) сливают и фильтруют, продавливая его через пористый фильтр № 4 сжатым воздухом. Первые порции фильтра (объемом 50—70 мл) выбрасывают, остальной фильтрат собирают в полиэтиленовую посуду, где и хранят до начала выполнения работы. Вместо фильтрация раствор можно центрифугировать в термостатированной центрифуге в течение 15 — 20 мин при 6000 об/мин.

Осадок  $\text{SrSO}_4$  из колбы переносят на стеклянный фильтр, промывают его несколько раз дистиллированной водой и 4 — 6 ч сушат при  $110^\circ\text{C}$ . Приготовленный порошок хранят в плотно закупоренной склянке.

## Выполнение работы

Получают у лаборанта в бюксе стабилизированный порошок  $\text{SrSO}_4$  (чуть больше грамма) и в полиэтиленовой баночке насыщенный при  $25^\circ\text{C}$  раствор этого соединения в воде. В колбу на 50 мл помещают около 30 мл насыщенного раствора, вносят туда же 0,1 мл раствора  $^{89}\text{SrCl}_2$  без носителя (регистрируемая удельная активность раствора в колбочке должна после разбавления составлять 3000—4000 имп/мин·мл). Доводят раствор в колбе до метки насыщенным раствором  $\text{SrSO}_4$ . Тщательно перемешивают жидкость в колбе. Для определения точного значения объемной удельной активности  $I_{уд}$  раствора в колбе пипеткой отбирают 3 порции раствора  $\text{SrSO}_4$  объемом по 0,5 мл каждая и переносят их в стеклянные чашечки. Перед отбором каждой пробы пипетку дважды промывают отбираемым раствором, промывную жидкость собирают в стаканчик и сливают в бутылку для отходов. После отбора каждой пробы пипетку также дважды промывают 0,1 н.  $\text{HCl}$  (объем обеих порций должен составлять 0,3—0,4 мл), промывной раствор присоединяют к растворам в соответствующих чашечках (точно так же поступают и при всех последующих отборах жидкости пипеткой). Растворы в чашечках осторожно упаривают под лампой и

проводят измерение активности в течение времени, достаточного для того, чтобы относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma=0,95$  не превышала 5%. Обрабатывают результаты измерений по схеме 2 (стр. 124).

Для насыщения стеклянных стенок сульфатом стронция каждую пробирку трижды промывают порциями приготовленного в колбочке раствора (объем каждой порции 1 мл); промывную жидкость сливают в бутылку для отходов. В каждую пробирку помещают точно взвешенные порции стабилизированных кристаллов  $\text{SrSO}_4$  (масса порций может колебаться в пределах от 245 до 255 мг). Во все пробирки с помощью мерного цилиндра (цилиндр заранее дважды ополаскивают отмериваемым раствором!) помещают по 5 мл нас. раствора  $\text{SrSO}_4$ , содержащего  $^{89}\text{Sr}$ . Закрывают пробирки пробками, помещают их в прибор для встряхивания ( $25^\circ\text{C}$ ) и включают прибор.

Для определения времени, необходимого для установления равновесного распределения изотопа  $^{89}\text{Sr}$  между поверхностью осадка и раствором, снимают пробирки поочередно через 5, 10, 20 и 30 мин. Осадки сразу центрифугируют в течение 15 мин при 5000 об/мин (вынуть пробки из пробирок при центрифугировании!). Из каждой пробирки отбирают три пробы объемом по 0,5 мл каждая и переносят их в стеклянные чашечки. При отборе каждой пробы пипетку промывают так, как это описано выше. Осторожно под лампой выпаривают жидкость в чашечках и измеряют их активность таким образом, чтобы относительная флуктуация скорости счета при  $\gamma = 0,95$  не превышала 5%. По полученным данным находят значение объемных удельных активностей соответствующих растворов  $I_{\text{уд}}$ . Рассчитывают погрешность определения  $I_{\text{уд}}$  при  $\gamma = 0,95$  таким же способом, как при определении начальной объемной удельной активности  $I_{\text{уд}0}$ .

Строят график в координатах объемная удельная активность раствора — время перемешивания. По графику определяют значение объемной удельной активности раствора при равновесии  $I_{\text{уд}р}$ . С помощью формулы (5.40) рассчитывают удельную поверхность  $S$  осадка  $\text{SrSO}_4$  (можно показать, что величины  $I_0$  и  $I_p$  в этой формуле можно заменить значениями  $I_{\text{уд}0}$  и  $I_{\text{уд}р}$ ). При расчете плотности  $\text{SrSO}_4$  принимают равной  $\rho = 3,96 \text{ г/см}^3$ , а растворимость  $\text{SrSO}_4$  в воде при  $25^\circ\text{C}$   $s = 1,18 \cdot 10^{-4} \text{ г/мл}$ . Используя закон накопления погрешностей, определяют погрешность определения  $S$ . При расчете погрешности считают, что при  $\gamma = 0,95$  колебания  $m$  не превышают 1%, а  $s$ ,  $\rho$  и  $v$  — 5%.

## **Работа 18. Определение коэффициентов распределения и разделения элементов при их экстракции органическими растворителями**

При помощи экстракции органическими растворителями можно разделять и очищать от примесей практически все элементы. Предположим, необходимо разделить два элемента, которые обозначим соответственно цифрами 1 и 2. Мерой разделения элементов 1 и 2 может

служить коэффициент разделения  $K_{\text{разд}}$ , который равен отношению коэффициентов распределения  $K_{p(1)}$  и  $K_{p(2)}$ :

$$K_{\text{разд}} = K_{p(1)} / K_{p(2)}. \quad (5.41)$$

Коэффициент распределения какого-либо элемента  $K_p$  равен отношению аналитических концентраций этого элемента в органической и водной фазах. Очень удобно определять коэффициенты распределения элементов при помощи радиоактивных индикаторов. В данном случае коэффициент распределения  $K_p$  равен отношению объемных удельных активностей  $I_{\text{уд.о}}$  и  $I_{\text{уд.в}}$  (т. е. отношению скоростей счета 1 мл органической и водной фаз):

$$K_p = I_{\text{уд.о}} / I_{\text{уд.в}}. \quad (5.42)$$

Доля перешедшего в органическую фазу элемента (фактор извлечения) может быть вычислена по уравнению

$$R = \frac{K_p}{K_p + \frac{v_{\text{в}}}{v_{\text{о}}}}, \quad (5.43)$$

где  $v_{\text{в}}$  и  $v_{\text{о}}$  — объем водной и органической фаз после равновесного распределения элемента между фазами.

В настоящей работе изучается зависимость коэффициентов распределения и разделения элементов от состава водной фазы. На основании выполненных исследований находят условия разделения иттрия и стронция или железа и кобальта, при которых величина  $K_{\text{разд}}$  максимальна.

## 1. РАЗДЕЛЕНИЕ СТРОНЦИЯ (II) И ИТТРИЯ (III)

Ионы  $\text{Sr}^{2+}$  и  $\text{Y}^{3+}$  образуют с 8-оксихинолином внутрикомплексные соединения, которые легко экстрагируются хлороформом и четыреххлористым углеродом. Прочность этих комплексов различна и поэтому практически полное их извлечение при экстракции происходит при разных рН. Поэтому, варьируя рН водного раствора, можно найти условия разделения данной пары элементов.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Радиометрическая установка с детектором  $\beta$ -излучения. Секундомер. Прибор для встряхивания. Лампа для выпаривания. Штатив для пробирок. Набор индикаторной бумаги «Рифан» на область рН 5 — 12.

**Посуда.** 16 пробирок для экстракции на 20 мл с шлифованными пробками. 2 пипетки со шприцем на 1 мл. Мерный цилиндр на 10 мл. Стекланные чашечки для измерения активности.

**Реактивы.** Растворы:  $10^{-3}$  М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  или  $\text{SrCl}_2$  (нейтральные);  $10^{-3}$  М  $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$  или  $\text{YCl}_3$  (нейтральные); 0,1 М 8-оксихинолина в  $\text{CHCl}_3$  или  $\text{CCl}_4$ . Буферные растворы с рН 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 (можно использовать ацетатный или любой другой универсальный буферный раствор).

**Радиоактивные вещества.** Нейтральный нитратный или хлоридный раствор, содержащий  $^{89}\text{Sr}$  без носителя с объемной удельной активностью  $(1 \div 5) \times 10^5$  имп/мин·мл. Нейтральный нитратный или хлоридный раствор, содержащий  $^{91}\text{Y}$  без носителя с объемной удельной активностью  $(1 \div 5) \times 10^5$  имп/мин·мл.

## Выполнение работы

В 8 пронумерованных пробирок для экстракции помещают по 1 мл  $10^{-3}$  М  $Y(NO_3)_3$  или  $YCl_3$ , по 1 мл раствора  $^{91}Y$  без носителя и по 8 мл соответствующего буферного раствора с рН от 5 до 12. Проверяют с помощью индикаторной бумаги рН полученных растворов. Приливают в пробирки по 5 мл 0.1 М 8-оксихинолина и закрывают их пробками. Содержимое пробирок перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин. Пробирки ставят в штатив и после расслоения растворов пипеткой со шприцем отбирают из каждой фазы по 2 пробы растворов объемом по 1 мл каждая. Пробы помещают в пронумерованные стеклянные чашечки для измерения активности. Растворы в чашечках под лампой упаривают досуха (не допускать разбрызгивания растворов при кипении!). Измеряют активность полученных препаратов таким образом, чтобы относительные флуктуации скорости счета каждого препарата  $\delta_{0,95(t)}$  не превышали 0,05. Из каждой пары параллельных результатов находят средние величины. Вычисляют значения коэффициентов распределения иттрия при различных рН.

Совершенно аналогично при тех же рН определяют коэффициенты распределения стронция. Далее вычисляют значения коэффициентов разделения иттрия и стронция  $K_{\text{разд}(Y/Sr)}$  или обратных им величин коэффициентов разделения стронция и иттрия  $K_{\text{разд}(Sr/Y)}$ . Строят график зависимости  $K_{\text{разд}(Y/Sr)}$  [или  $K_{\text{разд}(Sr/Y)}$ ] от рН водной фазы. Находят по графику значение рН, при котором величина  $K_{\text{разд}}$  максимальна. По уравнению (5.43) рассчитывают фактор извлечения лучше экстрагируемого элемента при однократной экстракции с использованием водного раствора выбранного рН. С помощью закона накопления погрешностей оценивают погрешность фактора извлечения, полагая, что погрешностями определения объемов водной и органической фаз можно пренебречь.

## 2. РАЗДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА (III) И КОБАЛЬТА (II)

Железо (III) и кобальт (II) в растворах соляной кислоты образуют хлоридные комплексы, прочность которых различна. Хлоридный комплекс железа (III) хорошо экстрагируется простыми эфирами в виде одноосновной комплексной кислоты  $HFeCl_4$ , комплекс же кобальта (II) извлекается гораздо хуже. Извлечение обоих элементов по-разному изменяется с увеличением концентрации соляной кислоты в водной фазе. В работе следует найти концентрацию соляной кислоты, при которой происходит наилучшее отделение железа от кобальта.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Радиометрическая установка со сцинтилляционным детектором  $\gamma$ -излучения (желательно, чтобы кристалл сцинтиллятора имел колодец для размещения в нем измеряемых радиоактивных препаратов). Секундомер. Прибор для встряхивания. Штатив для пробирок. Прибор для получения хлора.

**Посуда.** Набор пробирок для измерения радиоактивности растворов; 16 пробирок для экстракции на 15 — 20 мл с пришлифованными пробками; пипетки со шприцами на 1 и 5 мл; стаканчик на 100 мл; мерный цилиндр на 20 мл; стеклянная палочка.

**Реактивы.** Свежеперегнаный простой эфир (дипропиловый, диизопрпиловый, ди-н-бутиловый). Твердый  $KMnO_4$ . Растворы:  $10^{-4}$  —  $10^{-3}$  М  $FeCl_3$  в 5 н.  $HCl$ ;  $10^{-4}$  —  $10^{-3}$  М  $CoCl_2$  в 5 н.  $HCl$ ; 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 и 10 н.  $HCl$  (насыщенные хлором); 1 М  $KI$ . Раствор крахмала.

**Радиоактивные вещества.** Раствор 5 М по  $HCl$ , содержащий трехвалентное железо-59, с объемной удельной активностью  $(1 \div 5) \cdot 10^4$  имп/мин·мл и массовой не менее  $10^8$  имп/мин·г железа. Раствор 5 М по  $HCl$ , содержащий двухвалентный кобальт-60, с объемной удельной активностью  $(1 \div 5) \cdot 10^4$  имп/мин и массовой не менее  $10^8$  имп/мин·г кобальта.

## Выполнение работы

Предварительно убеждаются, что используемый эфир не содержит перекисей (перекиси легко восстанавливают трехвалентное железо в двухвалентное, которое практически не экстрагируется). Испытание проводят, перемешивая в стаканчике на 100 мл около 20 мл эфира с 20 мл 1 М  $KI$ , к которому добавлено немного раствора крахмала. По истечении 5 мин перемешивания не должно наблюдаться синего окрашивания крахмала.

В 6 пронумерованных пробирок для экстракции помещают последовательно по 4 мл 3, 4, 5, 6, 7 и 8 н. растворов  $HCl$ , насыщенных хлором. Если для экстракции предполагается использовать ди-н-бутиловый эфир, то экстракцию проводят еще из 9 и 10 н.  $HCl$ . В каждую пробирку вносят также по 1 мл раствора радиоактивного индикатора ( $^{59}Fe$ ) и по 5 мл простого эфира. Пробирки закрывают пробками и их содержимое в течение 5 мин перемешивают на приборе для встряхивания. Помещают пробирки в штатив и вынимают пробки. После расслоения растворов из каждой пробирки пипеткой со шприцем отбирают из каждой фазы по 2 пробы объемом 1 мл каждая и помещают жидкость в пронумерованные пробирки для измерения активности. Измеряют активности растворов таким образом, чтобы относительная флуктуация скорости счета каждого препарата  $\delta_{0,95(t)}$  не превышала 0,05. Из каждой пары параллельных результатов находят средние величины. Находят значения коэффициентов распределения железа для использованных растворов.

Совершенно аналогично определяют коэффициенты распределения кобальта при экстракции простым эфиром из солянокислых растворов.

Вычисляют значения коэффициентов разделения железа и кобальта  $K_{разд}(Fe/Co)$ . Строят график зависимости  $K_{разд}$  от начальной концентрации соляной кислоты в водной фазе. Находят по графику значение концентрации, при котором величина  $K_{разд}$  максимальна. По уравнению (5.43) рассчитывают фактор извлечения железа при однократной экстракции с использованием раствора соляной кислоты выбранной концентрации. Используя закон накопления погрешностей, оценивают погрешность фактора извлечения (в предположении, что погрешностями определения объемов можно пренебречь).

## Работа 19. Применение радиоактивных индикаторов при ионообменном разделении элементов

К числу наиболее эффективных методов разделения элементов в растворах относится метод ионообменной хроматографии, который основан на использовании различий в средстве ионов к адсорбенту-ионообменнику; в качестве обменника чаще всего используют синтетические ионообменные смолы — катиониты и аниониты.

Одним из способов, позволяющих увеличить эффективность ионообменных разделений, является введение в раствор лигандов, образующих комплексные соединения с разделяемыми ионами или с некоторыми из них. Особенно большое значение имеет метод ионообменной комплексобразовательной хроматографии имеет для разделения близких по свойствам элементов, так как различия в средстве к ионообменнику у незакомплексованных ионов этих элементов очень малы.

Применение радиоактивных индикаторов при разработке методик ионообменных разделений позволяет контролировать ход разделения, не прибегая к длительным операциям аналитического определения количества элементов в элюатах. За процессом разделения можно следить, например, отбирая пробы раствора, прошедшего через колонку с ионитом в измерительные чашечки, и измеряя их активность. Если в распоряжении экспериментатора имеется интегральный измерительный прибор (например, типа «ИСС»), то для контроля хода разделения отмечают показания радиометра по мере прохождения равных объемов фильтрата. Далее строят график: число миллилитров пропущенного раствора — активность на выходе из колонки; пики на этом графике соответствуют разделяемым веществам. При наличии аппаратуры автоматической регистрации активности фильтрата кривая элюирования непосредственно вычерчивается на ленте самописца.

Выбор того или иного метода контроля за ходом хроматографического разделения зависит как от имеющейся аппаратуры, так и от свойств регистрируемого излучения.

### 1. РАЗДЕЛЕНИЕ ИОНОВ $Fe^{3+}$ И $Cr^{3+}$ С ПОМОЩЬЮ КАТИОНИТА

Хром — геохимический спутник железа в природных объектах; кроме того, он входит в состав многих сплавов на основе железа. Таким образом, задача разделения этих двух элементов весьма важна в технологии и аналитической химии металлов.

Используемый в данной работе ионообменный метод разделения  $Fe^{3+}$  и  $Cr^{3+}$  основан на образовании ионом железа прочного анионного комплекса при взаимодействии с раствором пирофосфата натрия:



Этот комплекс устойчив в умеренно кислой среде, вплоть до значений рН 1, в то время как соответствующий анионный комплекс трехвалентного хрома значительно менее устойчив и уже при рН 3 полностью

распадается с образованием в растворе простых катионов хрома. Для элюирования со смолы поглощенного хрома применяют 10%-ный раствор серной кислоты.

В настоящей работе контроль за разделением железа (меченного изотопом  $^{59}\text{Fe}$ ) и хрома (меченного  $^{51}\text{Cr}$ ) осуществляется с помощью установки для автоматической регистрации активности. Для того чтобы по полученным кривым элюирования можно было оценить количества каждого из компонентов смеси, вначале проводят «калибровку» установки, пропуская через колонку известные количества тех радиоактивных растворов, из которых в дальнейшем предполагается готовить необходимые для работы смеси.

Цель работы — количественное определение железа и хрома в растворе методом ионообменной хроматографии.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Установка для автоматической регистрации активности растворов с интегрирующим прибором и самописцем. Секундомер. Шприц медицинский. Кирпичи свинцовые. Стеклянная вата. Катионит КУ-2 или Дауэкс  $50 \times 4$  в натривной форме (см. инструкцию для лаборантов). Аналитические весы.

**Посуда.** Стеклянная хроматографическая колонка. Пипетки на 2 мл (3 шт.) и на 10 мл (1 шт.). Мерные цилиндры или пробирки на 10—15 мл (2 шт.). Делительная воронка. Стаканы на 50 мл (4 шт.).

**Реактивы.** Растворы: 0,5 н.  $\text{HCl}$ , 10%-ная  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 0,1 М  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ . Индикаторная бумага (или 0,02%-ный индикатор «тимоловый синий»).

**Радиоактивные вещества.** 0,1 М  $\text{FeCl}_3$ , содержащий  $^{59}\text{Fe}$  с регистрируемой объемной удельной активностью  $\sim 1-1,5 \cdot 10^4$  имп/мин·мл (раствор I). 0,1 М  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ , содержащий  $^{51}\text{Cr}$  с регистрируемой объемной удельной активностью  $\sim 1-1,5 \cdot 10^4$  имп/мин·мл (раствор II). Контрольный раствор (смесь растворов I и II выдается преподавателем).

**Инструкция для лаборантов.** Подготовка катионита к работе проводится лаборантом в соответствии со следующей методикой. Ионит перед употреблением промывают дистиллированной водой, освобождают декантацией от мелких пылевидных частиц и на 6—8 ч оставляют набухать в крепком растворе электролита (например, в насыщенном растворе  $\text{NaCl}$ ). Набухший ионит просеивают под струей воды через сита соответствующего диаметра. Затем порцию набухшего ионита с требуемым размером зерен переносят в воронку, в носике которой находится тампон из стеклянной ваты, и обрабатывают несколько раз попеременно 2—3 н. щелочью, водой, 2—3 н.  $\text{HCl}$ , спиртом и снова водой. Таким образом подготавливают к работе катионит в Н-форме. Для приготовления катионита в иной ионной форме его обрабатывают до насыщения раствором соответствующего электролита; по завершении обработки избыток электролита обмывают водой.

### Выполнение работы

На большой кювете, покрытой листом фильтровальной бумаги, собирают прибор для ионообменного разделения (рис. 54). Укрепляют в штативе хроматографическую колонку, вставляют проточную ячейку в гнездо датчика радиометра. Над колонкой в штативе укрепляют делительную воронку, соединяемую с верхним отверстием колонки резиновой пробкой. На кювету помещают также приемник фильтра. «Стенкой» из свинцовых кирпичей экранируют хроматографическую колонку (за исключением ее бокового отвода) от датчика радиометра. Взаиморасположение колонки и датчика не изменяют до конца работы.

Приготавливают раствор, содержащий  $^{59}\text{Fe}$ , для пропускания через колонку. Для этого в стакан на 25—50 мл отбирают пипеткой со шприцем 1 мл раствора  $\text{FeCl}_3$ , содержащего  $^{59}\text{Fe}$  (раствор I), прибавляют порциями по 5—10 мл при энергичном перемешивании 0,1 М раствор пирозфосфата натрия до растворения образовавшегося вначале осадка. После добавления каждой новой порции пирозфосфата выжидают некоторое время, не произойдет ли осветление раствора; если растворение не наблюдается, вливают новую порцию пирозфосфата. Затем рН приготовленного раствора доводят до 2 (по тимоловому синему или индикаторной бумаге), добавляя по каплям 0,5 н.  $\text{HCl}$ .

Заполняют колонку катионитом, предварительно вымоченным в течение нескольких часов в воде. Для этого в нижнюю суживающуюся часть колонки вставляют тампон из стеклянной ваты\*, который служит «дном» катионитового слоя. Заполнение проводят при открытом внешнем кране (на выходе колонки ставят стакан-приемник), вводя взвесь смолы в воде небольшими порциями через воронку. В процессе заполнения необходимо следить, чтобы в колонке не оставалось пузырьков воздуха.

Далее с помощью выходного крана регулируют скорость фильтрования жидкости через колонку со смолой. Удобнее всего это делать, применяя в качестве приемника мерный цилиндр или градуированную пробирку и отмечая по секундомеру время заполнения определенного объема (например, 5 мл). При разделении элементов скорость фильтрования следует поддерживать не превышающей 0,5—0,6 мл/мин.

Установив нужную скорость фильтрования, промывают колонку небольшим объемом (15—20 мл) 0,1 М пирозфосфата натрия (при рН 2). Ставят на выходе из колонки приемник — мерный цилиндр на 10 мл или отградуированную пробирку, включают радиометрическую уста-

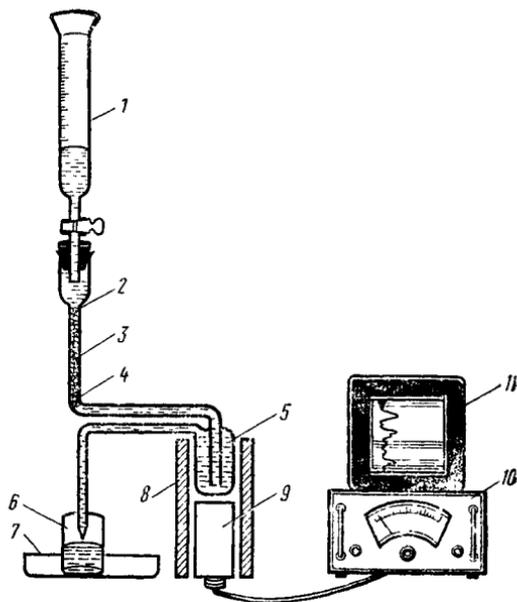


Рис. 54. Установка для ионообменного разделения элементов:

1 — бюретка; 2 — верхний уровень смолы в колонке; 3 — хроматографическая колонка с ионитом; 4 — затвор из стеклянной ваты на выходе из колонки; 5 — проточная ячейка; 6 — приемник фильтрата; 7 — кювета; 8 — защитная стенка из свинца; 9 — датчик радиометра; 10 — интегральный измерительный прибор; 11 — самописец

\* Удобно использовать колонку, в нижнюю часть которой впаяна стеклянная пористая пластинка.

новку и самописец и через делительную воронку постепенно вводят в колонку подготовленный ранее раствор, содержащий меченое железо в форме пирофосфатного комплекса (рН 2). Раствор фильтруют через колонку. Контролируют постоянство скорости фильтрования, отмечая время, в течение которого в приемнике собирается определенный объем (5—10 мл) фильтрата. После заполнения фильтратом приемник меняют (фильтрат сливают в бутылку для радиоактивных отходов). Закончив фильтрование через колонку раствора (активность на выходе должна снизиться до уровня фона), промывают смолу небольшим объемом (5—7 мл) 0,1 М пирофосфата натрия (рН 2), затем 15—20 мл воды.

Таким же образом получают на ленте самописца кривую, соответствующую вымыванию известного количества меченого раствора соли хрома. Для этого отбирают пипеткой со шприцем 1 мл 0,1 М  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ , содержащего  $^{51}\text{Cr}$  (раствор II), переносят его в делительную воронку и вводят по каплям в хроматографическую колонку. Затем вымывают хром 10%-ной  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (скорость фильтрования можно повысить до 1 мл/мин). По окончании вымывания хрома колонку промывают водой до нейтральной реакции.

После описанных предварительных операций можно приступить к разделению контрольной смеси.

Получают от преподавателя 5—10 мл контрольного раствора, добавляя в него порциями (как описано выше) 0,1 М пирофосфат натрия — до растворения образовавшегося вначале осадка и доводят рН раствора до 2. Колонку со смолой промывают 5—7 мл 0,1 М пирофосфата (рН 2), устанавливают скорость фильтрования равной 0,5—0,6 мл/мин, включают установку для автоматической регистрации радиоактивности и пропускают подготовленный раствор через колонку. Отмечают время, в течение которого в приемнике собирается 5—10 мл фильтрата (для контроля постоянства скорости фильтрования).

После того как полностью вымоется железо, колонку промывают 5—10 мл воды, увеличивают скорость фильтрования до 1 мл/мин и вымывают хром 10%-ным раствором  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . По окончании вымывания хрома промывают колонку водой. Ленту самописца с полученными кривыми вымывания клеивают в рабочий журнал.

Используя полученные на ленте самописца кривые, находят количество железа и хрома в контрольном растворе. Для этого определяют отношение площадей под кривыми, соответствующими вымыванию железа (хрома) при пропускании через колонку контрольного раствора и раствора, содержащего известное количество железа (хрома). Отношение площадей можно определить, например, следующим образом. Накладывают на хроматограмму лист кальки и копируют кривые вымывания. Вырезают участки, ограниченные кривыми вымывания и уровнем фона («пики»). Взвешивают «пики» на аналитических весах и находят отношение их масс, равное отношению площадей. Аналогичным образом находят отношение площадей пиков для хрома. Считая, что площади пиков пропорциональны количеству вещества, определяют содержание железа и хрома в контрольном растворе.

Результаты сдают преподавателю.

Щелочноземельные элементы кальций и стронций обладают близкими химическими свойствами и количественное их разделение довольно сложно. Способ разделения, используемый в данной работе, основан на различии в устойчивости комплексов, образуемых исследуемыми элементами в растворах уксуснокислого натрия.

Ввиду того что изотоп  $^{45}\text{Ca}$ , применяемый для индикации кальция, испускает  $\beta$ -излучение низкой энергии, установка для автоматической регистрации активности, использовавшаяся в работе 19, 1, в данном случае непригодна. Поэтому контроль за процессом разделения проводится путем отбора проб фильтрата в измерительные чашечки и измерения их активности.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Радиометрическая установка с торцовым счетчиком. Секундометр. Набор алюминиевых поглотителей. Лампа для выпаривания. Катионит КУ-2 (или Дауэкс  $50 \times 4$ ) в  $\text{Na}^+$ -форме. Стеклаянная вата.

**Посуда.** Та же, что в работе 19, 1. Кроме того, пробирки с притертыми пробками, градуированные на 10—15 мл (20 шт.); стеклянные чашечки для измерения активности (40 шт.).

**Реактивы.** Растворы: 0,1 М  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ; 0,1 М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ; 1,5 М и 2,0 М  $\text{CH}_3\text{COONa}$ .

**Радиоактивные вещества.**  $1 \cdot 10^{-4}$  М  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  (раствор I), содержащий  $^{45}\text{Ca}$  с регистрируемой объемной удельной активностью  $1 \cdot 10^6$  имп/мин·мл.  $1 \cdot 10^{-4}$  М  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  (раствор II), содержащий  $^{89}\text{Sr}$  с регистрируемой объемной удельной активностью  $1 \cdot 10^6$  имп/мин·мл. Контрольный раствор (смесь растворов I и II).

### Выполнение работы

Разделение проводят в хроматографической колонке, заполненной катионитом КУ-2 (или Дауэкс  $50 \times 4$ ) в  $\text{Na}^+$ -форме. Процедуры заполнения колонки набухшим в воде катионитом и установления необходимой скорости фильтрования (0,4—0,5 мл/мин) аналогичны описанным в работе 19, 1.

Получают от преподавателя контрольный раствор, через делительную воронку вводят его в верхнюю часть колонки со смолы и фильтруют раствор через смолу. Профильтровав весь контрольный раствор, колонку со смолы промывают 10—15 мл дистиллированной воды; затем пропускают 1,5 М  $\text{CH}_3\text{COONa}$ . Весь фильтрат (начиная с момента пропускания исходного раствора) собирают порциями по 5—10 мл в приемники — отградуированные пробирки на 10—15 мл. Из каждой порции фильтрата пипеткой со шприцем отбирают 2 пробы по 0,5 мл в измерительные чашечки. Пробы в чашечках выпаривают под лампой и измеряют активность сухого остатка на торцовом счетчике в течение 1—2 мин. Отбор проб, приготовление препаратов и их измерение необходимо проводить сразу же после того, как собрана очередная порция фильтрата.

Промывание колонки 1,5 М уксуснокислым натрием продолжают до тех пор, пока в пробах фильтрата активность, пройдя через максимум и снизившись почти до уровня фона, не начнет снова возрастать (что

указывает на начало вымывания стронция). Стронций окончательно вымывают 2 М уксуснокислым натрием, увеличив скорость фильтрования до 0,8 мл/мин. Активность на выходе из колонки контролируют, как и ранее, измеряя активность аликвотных проб фильтрата.

Проводят точное разбавление исходных растворов I и II таким образом, чтобы регистрируемая активность 1 мл разбавленных растворов составляла 500—5000 имп/мин (см. работу 4,16). Из каждого разбавленного раствора отбирают 2 пробы по 0,5 мл, упаривают их и измеряют активность в тех же геометрических условиях, в которых проводилось измерение остальных проб. На основании полученных результатов находят объемные удельные активности исходных растворов I и II. Зная содержание кальция и стронция в этих растворах, определяют массовые удельные активности соответствующих растворов.

По результатам измерения активности препаратов, приготовленных из аликвотных объемов раствора, прошедшего через колонку, рассчитывают активность каждой порции фильтрата. Строят кривые вымывания в координатах: число миллилитров пропущенного раствора  $\text{CH}_3\text{COONa}$  — активность порции фильтрата. Суммируют величины активности в порциях фильтрата, соответствующих вымыванию кальция, и, зная удельную активность исходного раствора I, определяют количество кальция в контрольном растворе. Аналогичную операцию проводят для определения содержания стронция в контрольном растворе.

О полноте разделения кальция и стронция может свидетельствовать, например, отсутствие примеси  $^{89}\text{Sr}$  в фильтратах, содержащих кальций. Определение радиохимической чистоты  $^{45}\text{Ca}$  в порциях фильтрата, соответствующих вымыванию кальция, можно выполнить, используя различие в проникающей способности  $\beta$ -излучения  $^{45}\text{Ca}$  и  $^{89}\text{Sr}$ . Из объединенных фильтратов, содержащих кальций, осаждают последний (например, в виде оксалата по методике, описанной на стр. 160 для осаждения оксалата стронция). Готовят сухой препарат и измеряют его активность, прикрыв алюминиевым поглотителем, толщина которого равна максимальному пробегу  $\beta$ -частиц  $^{45}\text{Ca}$ . Если регистрируемая активность практически не отличается от фона, можно считать, что кальций отделен от стронция полностью.

Результаты работы сдают преподавателю. Все фильтраты сливают в бутылку для радиоактивных отходов. Деактивируют посуду.

## **Работа 20. Использование радиоактивных индикаторов для определения состава и констант образования комплексных соединений методом ионного обмена**

Знание состава и свойств комплексных ионов важно для решения практических задач (таких, как нахождение оптимальных условий разделения элементов при экстракции, соосаждении, ионном обмене и т. п.) и для теории комплексообразования.

Для определения состава и констант комплексообразования успешно используется, в частности, метод катионного обмена, при котором изучается распределение ионов элемента  $M^{x+}$  между катионитом и раствором в зависимости от концентрации комплексообразующего лиганда  $A^{y-}$ . Расчеты наиболее просты в том случае, когда в растворе образуется только один комплекс состава  $MA_n$ , не поглощаемый катионитом. При этих условиях константа образования комплекса  $K_{обp}$  равна

$$K_{обp} = \frac{\frac{K_{p,о}}{K_p} - 1}{[A^{y-}]^n}, \quad (5.44)$$

где  $K_{p,о}$  и  $K_p$  — определяемые экспериментально коэффициенты распределения элемента  $M$  (равные отношению равновесных концентраций  $M$  в фазе ионита и в растворе) в отсутствие комплексообразователя и при данной концентрации комплексообразующего лиганда  $[A^{y-}]$  соответственно.

Логарифмирование соотношения (5.44) приводит к следующему уравнению:

$$\lg \left( \frac{K_{p,о}}{K_p} - 1 \right) = \lg K_{обp} + n \lg [A^{y-}]. \quad (5.45)$$

Таким образом, экспериментальные данные, представленные в координатах  $\lg \left( \frac{K_{p,о}}{K_p} - 1 \right) - \lg [A^{y-}]$ , должны дать прямую. Тангенс угла наклона этой прямой равен  $n$  (числу лигандов, связанных в комплекс), а отрезок, отсекаемый на оси ординат, равен  $\lg K_{обp}$ .

Использование радиоактивных индикаторов значительно упрощает расчет  $K_{обp}$ . Так как количество меченого элемента  $M$  можно брать малым (концентрация раствора  $\sim 10^{-4} - 10^{-3}$  моль/л), оказывается возможным пренебречь изменением концентрации комплексообразователя  $A$  в растворе за счет образования комплекса  $MA_n$ , т. е. концентрацию  $[A]$  в равновесном растворе можно считать равной исходной концентрации  $[A]$ . Кроме того, использование радиоактивного индикатора существенно упрощает нахождение коэффициентов распределения  $K_{p,о}$  и  $K_p$ , которые вычисляют, используя соотношение

$$K_p \text{ (или } K_{p,о}) = \frac{I_n - I_p}{I_p} \cdot \frac{v \cdot \gamma}{m}, \quad (5.46)$$

где  $I_n$  и  $I_p$  — начальная и равновесная регистрируемая активность аликвоты раствора;  $m$  — навеска ионита,  $g$ ;  $v$  — объем раствора, мл.

Цель настоящей работы — определение состава и констант образования комплексных соединений кальция и стронция с лимонной

или винной кислотой. Из литературы известно, что в каждом рассматриваемом случае в растворе (при соответствующем рН) образуется только один комплекс и, следовательно, для расчетов применим обсуждавшийся выше метод (так называемый метод Шуберта).

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Радиометрическая установка с торцовым счетчиком. Секундомер. Лампа для выпаривания. Термостатированный прибор для встряхивания. рН-Метр. Набор сит. Весы. Шприц медицинский.

**Посуда.** Бюретки на 25 мл (3 шт.). Микробюретка. Пипетки на 10 мл и на 1 мл (2 шт.). Колбы мерные на 50 мл (5 шт.). Пробирки на 10 мл с притертыми пробками (10 шт.). Стеклоянные чашечки для измерения активности.

**Реактивы.** Катионит КУ—2 × 6 (или × 8) в Na<sup>+</sup>-форме (фракция с размером зерен 0,25—0,5 мм) — см. инструкцию для лаборантов. Растворы: 0,05 М лимонной кислоты; 0,1 М винной кислоты; 0,1 н. HCl; 0,05 и 0,1 М NaOH; 0,5 и 1,0 М NaCl (рН 7—7,2); 0,1 М CaCl<sub>2</sub>; 0,1 М SrCl<sub>2</sub>.

**Радиоактивные вещества.** 10<sup>-4</sup> М раствор SrCl<sub>2</sub>, содержащий <sup>89</sup>Sr с регистрируемой объемной удельной активностью ~100 000 имп/мин·мл. 10<sup>-4</sup> М раствор CaCl<sub>2</sub>, содержащий <sup>45</sup>Ca с регистрируемой объемной удельной активностью ~100 000 имп/мин·мл.

**Инструкция для лаборантов.** Подготовка катионита к работе описана в инструкции для лаборантов к работе 19,1. Перед проведением опытов вымоченную смолу следует поместить в колонку, обработать до насыщения 0,16 М NaCl (рН 7,0), затем отмыть дистиллированной водой от хлорид-ионов, перенести в чашку Петри, высушить при температуре не выше 80° С и просеять.

### Выполнение работы

Перед началом работы все колбы, пробирки и пипетки, предназначенные для активных растворов, должны быть несколько раз ополоснуты 0,1 М неактивным раствором SrCl<sub>2</sub> (или CaCl<sub>2</sub>), а затем тщательно промыты дистиллированной водой.

#### 1. ИЗУЧЕНИЕ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИИ СТРОНЦИЯ И КАЛЬЦИЯ С ЛИМОННОЙ КИСЛОТОЙ

Все опыты выполняют при постоянной концентрации ионов натрия равной 0,16 г-ионов/л.

В колбу емкостью 50 мл (колба № 1) наливают из бюретки 16 мл 0,5 М NaCl, добавляют с помощью пипетки со шприцем 1 мл 10<sup>-4</sup> М SrCl<sub>2</sub>, содержащего <sup>89</sup>Sr с общей активностью около 10<sup>5</sup> имп/мин, приливают 15—20 мл дистиллированной воды и измеряют рН. После установления при помощи 0,1 н. NaOH или HCl нужного значения рН (7—7,2) раствор в колбе доводят водой до метки.

Берут еще 4 мерные колбы на 50 мл (№ 2—5), наливают в каждую из них из микробюретки соответственно по 1, 1,5, 2 и 2,5 мл 0,05 М лимонной кислоты и по 5 мл воды. Для нейтрализации лимонной кислоты добавляют эквивалентные объемы раствора щелочи, т. е. в колбу № 2—3 мл, в колбу № 3—4,5 мл, в колбу № 4—6 мл, в колбу № 5—7,5 мл 0,05 М NaOH. Доводят растворы в каждой колбе до того же зна-

чения рН, что и в колбе № 1, после чего приливают из бюретки в колбу № 2 15,7 мл, в колбу № 3—15,55 мл, в колбу № 4—15,4 мл и в колбу № 5 — 15,25 мл 0,5 М NaCl с рН 7—7,2 (в тех случаях, когда требуемые объемы указаны с точностью до 0,05 мл, их можно отбирать, устанавливая мениск посередине между соседними делениями бюретки). Затем в каждую колбу добавляют по 1 мл  $10^{-4}$  М  $\text{SrCl}_2$ , меченного  $^{89}\text{Sr}$ , доводят объемы растворов в колбах водой до метки и хорошо перемешивают.

В десять пробирок с притертыми пробками отвешивают по 50 мг катионита КУ-2 (в  $\text{Na}^+$ -форме)\*. Из каждой колбы вносят по 10 мл раствора (при помощи пипетки, предварительно промытой этим же раствором) в 2 пробирки: из колбы № 1 — в пробирки № 1 и 2, из колбы № 2 — в пробирки № 3 и 4 и т. д. Все пробирки закрепляют в держателе термостатированного ( $25^\circ\text{C}$ ) прибора для встряхивания и встряхивают в течение 3 ч.

Из растворов в колбах отбирают по 2 параллельные пробы (по 0,5 мл) в чашечки для измерения активности и выпаривают растворы досуха под лампой.

По окончании встряхивания пробирок выжидают несколько минут, чтобы смола осела, затем отбирают из каждой пробирки 2 пробы по 0,5 мл, переносят их в измерительные чашечки и выпаривают досуха.

Измеряют активность всех полученных препаратов таким образом, чтобы относительные флуктуации скоростей счета при 95%-ной доверительной вероятности не превышали 0,05.

Из результатов опытов по формуле (5.46) находят  $K_p$  и  $K_{p,0}$  при различных концентрациях комплексообразователя [A]. Строят график зависимости  $\lg \left( \frac{K_{p,0}}{K_p} - 1 \right)$  от  $\lg [A]$ . Найденное из графика значение  $n$  (угловой коэффициент прямой) округляют до целого числа. Используя полученное значение  $n$ , по формуле (5.44) для каждой концентрации аниона-комплексообразователя [A] рассчитывают константу образования  $K_{об,р}$ . Вычисляют среднее значение  $K_{об,р}$  и оценивают погрешность найденной величины.

Определение состава и константы образования комплексного соединения кальция с лимонной кислотой проводят таким же образом.

Сравнивая константы образования аналогичных комплексных соединений кальция и стронция, делают заключение о влиянии размера центрального атома на устойчивость комплексов,

## 2. ИЗУЧЕНИЕ КОМПЛЕКСНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТРОНЦИЯ И КАЛЬЦИЯ С ВИННОЙ КИСЛОТОЙ

Работа выполняется так же, как 20, 1. Приготавливаемые в мерных колбах на 50 мл растворы должны иметь составы, указанные в табл. 24.

\* Если для работы используют смолу определенной марки, то порцию смолы можно отбирать с помощью специального мерника, изготовленного из капиллярной трубочки.

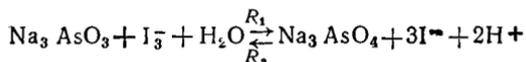
Состав растворов, используемых при изучении комплексных соединений стронция и кальция с винной кислотой

Раствор	Объем добавляемого раствора, мл				
	Колба № 1	Колба № 2	Колба № 3	Колба № 4	Колба № 5
1,0 М NaCl	8	7,0	6,5	6,0	5,5
$10^{-4}$ М SrCl <sub>2</sub> , содержащий <sup>89</sup> Sr (или $10^{-4}$ М CaCl <sub>2</sub> , содержащий <sup>45</sup> Ca)	1	1	1	1	1
0,1 М винная кислота	—	5	7,5	10	12,5
0,1 н. NaOH	—	10	15	20	25
Вода	41	27	20	13	6

Процедура опытов и обработка полученных результатов аналогичны описанным в работе 20,1.

## Работа 21. Изучение кинетики восстановления $\text{AsO}_4^{3-}$ иодид-ионами

Использование радиоактивной метки позволяет определять константу скорости обратной реакции при равновесии, что невозможно сделать неизотопными методами. В данной работе в качестве примера рассмотрено определение константы скорости  $k_c$  восстановления  $\text{AsO}_4^{3-}$ -ионов иодид-ионами при равновесии для следующей реакции:



где  $R_1$  и  $R_2$  — соответственно скорости прямой и обратной реакции.

Если взять стехиометрическую смесь реагентов и в некоторый момент времени добавить в раствор микроколичества  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$ , меченного радиоактивным изотопом мышьяка, то скорость появления активности в  $\text{AsO}_4^{3-}$ -ионе будет подчиняться уравнению кинетики гомогенного изотопного обмена, и для  $R_1$  можно записать:

$$R_1 = \frac{\ln 2 [\text{AsO}_3^{3-}] [\text{AsO}_4^{3-}]}{\tau_{1/2} \{[\text{AsO}_3^{3-}] + [\text{AsO}_4^{3-}]\}}, \quad (5.47)$$

где  $\tau_{1/2}$  — период полуобмена.

Из опытов, проведенных неизотопными методами и описанных в литературе, следует, что скорость восстановления ионов  $\text{AsO}_4^{3-}$  в условиях, далеких от равновесия, подчиняется уравнению

$$R_2 = k_c [\text{AsO}_4^{3-}] [\text{I}^-] [\text{H}^+], \quad (5.48)$$

где  $k_c$  — константа скорости, равная  $0,057 \text{ л}^2/\text{моль}^2 \cdot \text{мин}$ .

Так как при равновесии  $R_1 = R_2$ , то, приравнявая выражения (5.47) и (5.48), получаем выражение

$$k_c = \frac{\ln 2 [\text{AsO}_3^{3-}]}{\tau_{1/2} \{[\text{AsO}_3^{3-}] + [\text{AsO}_4^{3-}]\} [\text{H}^+] [\text{I}^-]}, \quad (5.49)$$

с помощью которого можно определить величину  $k_c$  при равновесии. Для этого сначала находят значение  $\tau_{1/2}$ , а затем по формуле (5.49) рассчитывают  $k_c$ .

Цель данной работы заключается в определении  $k_c$  в равновесных условиях и сравнении найденного значения с величиной, отвечающей неравновесным условиям.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации излучения радиоактивных изотопов мышьяка  $^{76}\text{As}$  или  $^{74}\text{As}$ . Секундомер. Прибор для встряхивания (желательно термостатированный при  $25^\circ \text{C}$ ). Аналитические весы. Разборные воронки для фильтрования (2 шт.). Пипетка на 1 мл со шприцем. Пипетки на 5 мл со шприцем (2 шт.). Сосуд со льдом.

**Посуда.** Пробирки с пришлифованными пробками на 10 мл (3 шт.). Колба на 25 мл (1 шт.). Стаканы на 50 мл (12 шт.). Стеклянные палочки (2 шт.).

**Реактивы.** KI. Ацетон. Растворы: магnezияльная смесь, 1 н. HCl, 0,5 М  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$ , 0,5 М  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$ , 1%-ный KBrO<sub>3</sub>, конц. и разб. (1 : 10) аммиак.

**Радиоактивное вещество.** 0,5 М  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$ , меченный радиоактивным изотопом  $^{76}\text{As}$  или, лучше, более долгоживущим изотопом  $^{74}\text{As}$ . Объемная удельная активность раствора должна составлять около  $5 \cdot 10^4$  имп/мин · мл (если измерения проводятся с помощью счетчика Гейгера — Мюллера).

### Выполнение работы

В мерную колбу на 25 мл вносят с помощью пипетки по 5 мл 0,5 М  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$ , 1 н. HCl и 0,5 М меченого  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$  (для отбора радиоактивного раствора используется специальная пипетка). Водой доводят объем смеси до метки и получают, таким образом, раствор 0,1 М по  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$ , 0,1 М по  $\text{Na}_3\text{AsO}_4$  и 0,2 М по HCl.

В пробирку с притертой пробкой помещают 5 мл приготовленного раствора и перемешивают жидкость в пробирке на аппарате для встряхивания в течение 4 ч. Затем из пробирки берут 2 пробы по 0,5 мл и каждую пробу переносят в охлаждаемый ледяной водой стаканчик, содержащий 3 мл дистиллированной воды, 5 мл магnezияльной смеси и 2 мл конц. раствора аммиака. Через 15 мин выпавший осадок  $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$  отфильтровывают на разборной воронке. (С целью экономии времени фильтрование осадков в данном случае и везде далее проводят параллельно на двух воронках.) Промывают каждый осадок

10 мл холодного разб. (1 : 10) раствора аммиака, а затем 5 мл ацетона. Препараты сушат на воздухе, затем измеряют их активность в течение 5 мин. Делают вывод о ходе изотопного обмена мышьяком между  $\text{AsO}_3^{3-}$  и  $\text{AsO}_4^{3-}$ -ионами в отсутствие иода.

В две оставшиеся пробирки с притертыми пробками помещают по 168 мг твердого KI (навески берут с точностью до 0,1 мг), затем в каждую пробирку наливают по 5 мл раствора из колбы и включают секундомер\*. Пробирки помещают в прибор для встряхивания. Из этих пробирок каждые 30 мин в течение 2,5 ч берут три пробы по 0,5 мл каждая и проводят осаждение  $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$ , как уже описано. Из осадков готовят препараты для измерения активности. Измеряют регистрируемые активности каждого препарата в течение 1 мин и находят среднее значение  $I$  для каждого момента времени.

Определяют активность  $I_\infty$ , которая будет приходиться на  $\text{AsO}_4^{3-}$ -ион в 0,5 мл раствора при равномерном распределении изотопа. Для этого из мерной колбы с исходным раствором отбирают 3 пробы по 0,25 мл каждая и помещают их в стаканы, где уже находится по 5 мл 1%-ного раствора  $\text{KBrO}_3$ .  $\text{BrO}_3^-$ -ион полностью окисляет  $\text{AsO}_3^{3-}$ -ионы в  $\text{AsO}_4^{3-}$ -ионы. Затем в стаканах по описанной методике проводят осаждение  $\text{MgNH}_4\text{AsO}_4$ , осадки фильтруют и готовят препараты для измерения активности, проводят измерение каждого препарата по 1 мин, из найденных значений определяют  $I_\infty$ .

По полученным данным рассчитывают степени обмена  $F$  [формула (5.10); концентрации  $x$  и  $x_\infty$  заменяют соответствующими значениями скоростей счета]. Строят график зависимости  $\lg(1 - F)$  от  $t$  и определяют период полураспада  $\tau_{1/2}$ . По формуле (5.49) рассчитывают константу скорости реакции восстановления  $\text{AsO}_3^{3-}$ -ионов иодид-ионами.

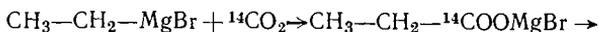
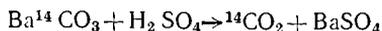
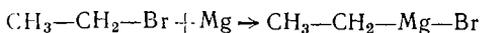
Если значение  $\tau_{1/2}$  определено методом наименьших квадратов, то, найдя погрешность  $\tau_{1/2}$  и считая, что погрешности концентраций при  $\gamma=0,95$  равны 5%, по закону накопления погрешностей можно оценить погрешность  $k_c$ . Сравнивают значение  $k_c$ , полученное в данной работе и найденное неизотопными методами в неравновесных условиях.

## Работа 22. Синтез пропионовой кислоты, меченной $^{14}\text{C}$ в карбоксиле

Большинство меченых соединений, в том числе органических, получают методами химического синтеза, разработанными для соответствующих неактивных соединений; вводимый радиоактивный изотоп находится в одном из исходных продуктов синтеза. Химический синтез — основной метод, с помощью которого можно обеспечить введение радиоактивной метки в строго определенное место синтезируемой молекулы. Так, например, пропионовую кислоту, меченную  $^{14}\text{C}$  в кар-

\* Эту часть работы начинают выполнять после того, как первую пробирку (без KI) поместят на аппарате для встряхивания.

боксиле, можно получить исходя из Ва  $^{14}\text{CO}_3$  в результате следующих реакций:



Цель работы — получение меченной  $^{14}\text{C}$  пропионовой кислоты и оценка выхода меченого продукта.

Работа должна проводиться в защитных очках, в перчаточной герметичной камере с соблюдением всех требований техники безопасности, которые необходимы при работе с летучими и газообразными радиоактивными продуктами.

### Оборудование и реактивы

**Оборудование и материалы.** Установка для регистрации активности с торцовым счетчиком. Секундомер. Перчаточный бокс для работы с бета-активными веществами. Прибор для синтеза меченной  $^{14}\text{C}$  пропионовой кислоты (рис. 55). Прибор для перегонки с паром летучих веществ (рис. 56). Два сосуда Дьюара на 500 мл. Лампа для выпаривания. Форвакуумный насос. Газовая горелка или электроплитка. Стекловолоконная вата. Жидкий азот.

**Посуда.** Делительная воронка на 50—100 мл. Мерные колбы на 25 и 100 мл. Фарфоровая чашка. Бюретка на 50 мл. Пипетки на 20 мл (2 шт.). Стаканы на 100 мл (2 шт.). Стекловолоконные измерительные чашечки.

**Реактивы.** Индикатор эрнхром черный (тв.).  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Охлаждающая смесь ( $-20^\circ\text{C}$ ) в кристаллизаторе (поваренная соль со льдом 1 : 3 по весу.) Буферная смесь ( $\text{pH} \sim 9\text{—}10$ ) (10 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  и 50 мл 25% аммиака в 500 мл воды). Пропионовая кислота. Растворы:  $\text{HCl}$  (1 : 4), конц. и 2 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ; 2 М  $\text{NaOH}$ ; 0,05 М трилон Б; 0,02% фенолфталеин. Реактив Гриньяра (см. инструкцию для лаборантов).

**Радиоактивное вещество.**  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$  с известной массовой удельной активностью (1—10 мкКи/г).

**Инструкция для лаборантов.** Реактив Гриньяра ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{MgBr}$  в абсолютном эфире) готовится лаборантом по следующей методике.

В трехгорлую колбу на 500 мл, снабженную механической мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой, помещают 7,4 г стружки магния, высушенной предварительно в сушильном шкафу при  $120^\circ\text{C}$  в течение 10—15 мин. Холодильник и капельную воронку закрывают хлоркальциевыми трубками, после чего к стружке магния приливают 300 мл абсолютного диэтилового эфира. В капельную воронку помещают раствор 22,7 мл свежеперегнанного бромистого этила и 100 мл су-

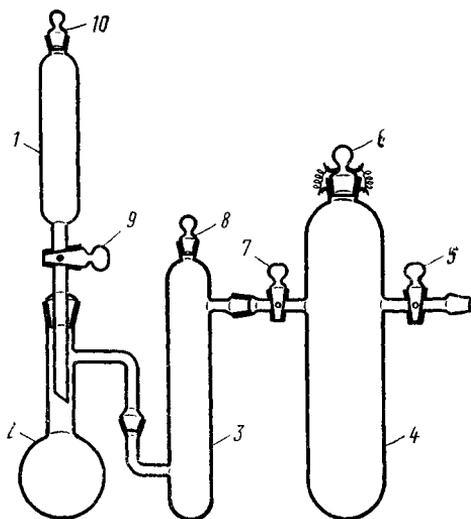


Рис. 55. Прибор для синтеза меченной  $^{14}\text{C}$ -пропионовой кислоты:

1 — воронка, 2 — колба; 3 — поглотительная трубка, 4 — реакционный сосуд; 5, 7, 9 — краны, 6, 8, 10 — пробки

хого эфира; включают мешалку и вводят в колбу 10—15 мл этого раствора. Если через несколько минут реакция не начнется (легкое кипение эфира), колбу слегка нагревают на водяной бане. Если реакция не начнется и в этом случае, к реакционной смеси добавляют несколько кристалликов элементарного иода (0,1—0,2 г). Начало реакции определяют по исчезновению окраски и помутнению раствора. Далее оставшийся раствор бромистого этила вводят в реакционную колбу с такой скоростью, чтобы поддерживалось постоянное ки-

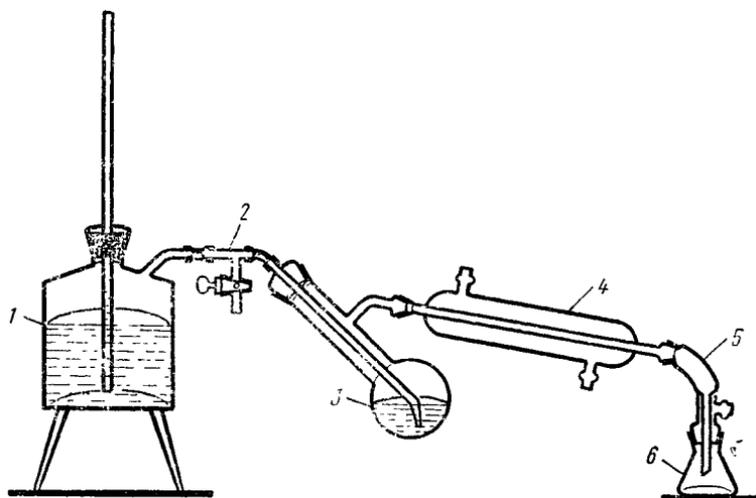


Рис. 56. Прибор для перегонки с паром  
1 — паровик; 2 — тройник с краном; 3 — колба; 4 — холодильник; 5 — алонж;  
6 — приемник

пение эфира. После добавления всего эфирного раствора бромистого этила реакционную смесь подогревают на водяной бане в течение 1 ч. По окончании реакции реактив Гриньяра переносят в колбу с притертой пробкой и хранят в темном месте.

### Выполнение работы

Получают от лаборанта готовый реактив Гриньяра и определяют его концентрацию. Для этого 10 мл реактива Гриньяра обрабатывают в делительной воронке трижды 20 мл воды, подкисленной соляной кислотой (необходимо предотвратить образование гидроксида магния). Водную фракцию отделяют и помещают в мерную колбу на 100 мл. Водой доводят раствор до метки. Из колбы в стакан берут пипеткой две порции по 20 мл, добавляют 10—15 мл буферной смеси, несколько миллиграммов индикатора — эриохрома черного и титруют магний 0,05 М трилоном Б. В точке эквивалентности фиолетовая окраска индикатора переходит в синюю. Вычисляют концентрацию реактива Гриньяра.

В реакционный сосуд 4 прибора для получения меченой пропионовой кислоты (см. рис. 55) помещают такое количество реактива Гриньяра, чтобы в нем содержалось  $2,5 \cdot 10^{-2}$  моль этилмагнийбромида

$C_2H_5MgBr$ . Перекрывают краны 5 и 7 и закрывают сосуд 4 пробкой 6. Пробка закрепляется пружинами, она должна надежно закрывать сосуд и выдерживать заметное избыточное давление в реакционном сосуде 4. В колбу 2 осторожно насыпают 2 г ( $\sim 10^{-2}$  моль) меченого  $^{14}C$  карбоната бария с известной массовой удельной активностью. Поглотительную трубку 3 заполняют пятиокисью фосфора, нанесенной на стеклянную вату. Закрывают кран 9 и в воронку 1 вливают 30 мл конц.  $H_2SO_4$ . Проверяют надежность соединений всех частей прибора. Присоединяют прибор через кран 5 к вакуумному насосу.

Приступают к синтезу меченой пропионовой кислоты. Замораживают реактив Гриньяра в сосуде 4 жидким азотом, открывают кран 7 (кран 9 закрыт!) и, осторожно открывая кран 5, откачивают прибор до остаточного давления  $10^{-1}$  —  $10^{-2}$  мм рт. ст. (Кран 5 следует открывать очень медленно, чтобы порошок радиоактивного карбоната бария не увлекался током откачиваемого воздуха и не попал в соединительную трубку.) Закрывают кран 5 и осторожно по каплям вводят 20—25 мл концентрированной серной кислоты в колбу 2 (в воронке 1 должно остаться 5—10 мл  $H_2SO_4$ ). Образовавшийся меченый  $CO_2$  вымораживают жидким азотом в сосуде 4. Последние порции газа удаляют слабым нагреванием колбы (на сетке!) горелкой в течение 10—15 мин.

Прекращают нагревание колбы 2. Закрывают кран 7, отсоединяют реакционный сосуд от прибора и вынимают его из сосуда Дьюара с жидким азотом. Сразу же помещают реакционный сосуд в кристаллизатор с охлаждающей смесью ( $-20^\circ C$ ).

После того как содержимое реакционного сосуда растает, осторожно встряхивают его в течение 10—15 мин. (Внимание! Краны не должны открываться!) Затем осторожно открывают краны 5 и 7 и вынимают пробку 6. Через верхнее отверстие в реакционный сосуд вводят 20 мл 2 М  $H_2SO_4$ . Эфир удаляют струей воздуха, а остаток переносят в колбу прибора для перегонки с паром (см. рис. 56). В эту же колбу вводят 5—6 г твердого  $Ag_2SO_4$ . Содержимое колбы встряхивают несколько раз. Далее проводят перегонку с паром меченой пропионовой кислоты. Перегонку прекращают, когда в приемник собирается 250—300 мл конденсата. Конденсат титруют по фенолфталеину 2 М  $NaOH$ . Исходя из данных титрования вычисляют полученное количество пропионовой кислоты.

Раствор пропионата натрия упаривают на песчаной бане до 15—20 мл, добавляют одну каплю немеченой пропионовой кислоты (для нейтрализации возможного избытка щелочи) и помещают раствор в мерную колбу на 25 мл. Водой доводят раствор до метки.

Из полученного раствора берут три пробы по 0,5—1 мл и помещают в стеклянные измерительные чашечки. Растворы в чашечках осторожно упаривают досуха.

Активность полученных препаратов измеряют на установке с торцовым счетчиком. Измерения и обработку результатов проводят в соответствии со схемой 2 (стр. 124). Общую продолжительность измерений выбирают таким образом, чтобы относительная флуктуация результата  $\delta_{0,95(t)}$  не превышала 5%. Учитывая геометрический коэффициент [его можно оценить по формуле (3.16)] и вводя поправки на ослабление

[формула (3.9)] и самоослабление [формула (3.11)] излучения  $^{14}\text{C}$ , вычисляют абсолютную активность препаратов. Оценивают выход продукта по активности. Пользуясь законом накопления погрешностей, рассчитывают погрешность абсолютной активности синтезированной пропионовой кислоты для  $\gamma = 0,95$ , полагая, что при 95%-ной вероятительной вероятности относительные погрешности коэффициентов ослабления  $\delta_{0,95(K)}$  и самоослабления  $\delta_{0,95(S)}$  равны  $\delta_{0,95(K)} = \delta_{0,95(S)} = 0,015$ , а погрешностями значений геометрического коэффициента и кратности разбавления можно пренебречь.

Оставшийся раствор меченого пропионата натрия помещают в фарфоровую чашку и упаривают досуха. Сухое вещество переносят в пробирку, наклеивают этикетку с названием препарата, датой изготовления, массой, абсолютной активностью и фамилией изготовителя.

Препарат сдают преподавателю.

Прибор и всю посуду промывают сначала разбавленной соляной кислотой и водой, а затем небольшим количеством спирта.

## Работа 23. Изучение механизма окисления пропионовой кислоты

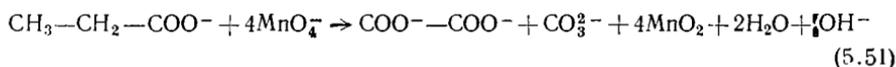
Использование органических соединений, содержащих радиоактивную метку в фиксированном положении, позволяет идентифицировать место разрыва или образования химических связей, определить, какое из двух или нескольких альтернативных направлений реакции реализуется в действительности и т. д.

В данной работе в качестве примера рассмотрено изучение механизма окисления пропионовой кислоты.

С помощью неизотопных методов было найдено, что окисление пропионовой кислоты дихроматом калия в сильноокислой среде протекает по следующему уравнению:



Перманганат калия в щелочной среде окисляет пропионовую кислоту до оксалат- и карбонат-ионов:



Уравнения (5.50) и (5.51) не вскрывают механизма протекания каждой реакции. Для понимания механизма процесса необходимо выяснить, где происходит разрыв связи в углеродной цепочке (иначе говоря, каково происхождение углерода  $\text{CO}_2$  или  $\text{CO}_3^{2-}$ -иона). Проводя окисление дихроматом и перманганатом калия пропионовой кислоты, меченой  $^{14}\text{C}$  в карбоксиле, и изучая распределение радиоактивного углерода между продуктами реакции, можно сделать вывод о поведении карбоксильного углерода в каждом отдельном случае.

Перед выполнением данной работы желательно проведение «холодного» (без активности) опыта.

## 1. ОКИСЛЕНИЕ ДИХРОМАТОМ КАЛИЯ В КИСЛОЙ СРЕДЕ

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** Счетная установка для регистрации  $\beta$ -излучения  $^{14}\text{C}$ . Секундомер. Весы. Прибор для окисления пропионовой кислоты (рис. 57). Баллон со сжатым азотом, снабженный редуктором. Прибор для перегонки с паром (см. рис. 56). Разборная воронка для фильтрования. Лампа для выпаривания. Пипетка на 1 мл со шприцем.

**Посуда.** Фарфоровая чашка на 100 мл. стакан на 100 мл. Фарфоровая ступка. Мерные цилиндры на 10 мл (2 шт.) Стеклянная чашечка (2 шт.). Стеклянная палочка.

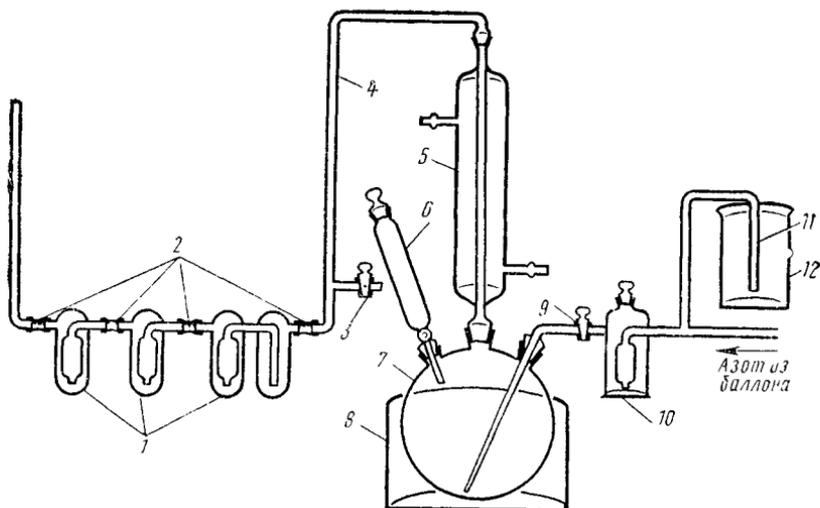


Рис. 57. Прибор для окисления пропионовой кислоты:

1 — промывалки, 2 — соединительные резиновые шланги; 3 — кран; 4 — соединительная стеклянная трубка, 5 — обратный холодильник, 6 — капельная воронка, 7 — трехгорлая реакционная колба, 8 — водяная баня, 9 — кран, 10 — промывалка с 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 11 и 12 — соответственно трубка и стакан манометра

**Реактивы.**  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Растворы: 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 2 н.  $\text{NaOH}$  (без  $\text{CO}_3^{2-}$ -иона), 0,2 М  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , фенолфталеин.

**Радиоактивное вещество.** 0,1 М пропионовая кислота, меченная  $^{14}\text{C}$  в карбоксиле, в 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$  с удельной активностью около 1 мкКи/мл.

### Выполнение работы

Приводят прибор для перегонки с паром (см. рис. 56) в рабочее состояние. Собирают прибор для окисления пропионовой кислоты (рис. 57). Промывалки 1 на одну четверть заполняют 2 н.  $\text{NaOH}$  (без  $\text{CO}_3^{2-}$ -иона) и плотно соединяют их с помощью резинового шланга 2. В реакционную колбу 7 вносят 0,5 г мелко истертого (в фарфоровой ступке)  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  и вливают туда же 5 мл 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . В промывалку 10, служащую для контроля скорости газового потока, наливают немного 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . В воронку 6 вводят 5 мл 0,1 М меченой пропионовой кислоты в 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$  и закрывают воронку пробкой.

Через редуктор и маностат, состоящий из стакана с водой 12 и трубки 11, присоединяют собранный прибор к баллону со сжатым азотом.

Открывают вентиль баллона (трубка 11 вынута из стакана 12) и регулируют скорость газового потока сначала редуктором, а затем — глубиной погружения трубки 11 в стакан с водой 12. Добиваются такой скорости азота, чтобы в склянке 10 можно было считать пузырьки. Отмечают уровень погружения трубки 11 и перекрывают баллон.

Закрывают кран 9 и при открытом кране 3 вводят в колбу 7 из капельной воронки меченую пропионовую кислоту. Промывают капельную воронку 15 мл 9 М  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Пускают воду в обратный холодильник 5. Кран 3 закрывают и нагревают содержимое колбы на кипящей водяной бане (кран 9 по-прежнему закрыт). Для того чтобы при подливании холодной воды в баню не происходило засасывания раствора из склянок 1 в трубку 4 и сосуд 7, воду следует подливать небольшими порциями.

По истечении 3 ч, не прекращая нагревания, начинаем пропускать через прибор азот. Для этого сначала вынимают трубку 11 из стакана 12, открывают баллон, осторожно погружают трубку 11 на заранее установленный уровень. Пропускают азот 30 мин (при этом кран 3 закрыт, а кран 9 открыт). В результате образовавшийся в ходе реакции  $\text{CO}_2$  будет поглощен раствором  $\text{NaOH}$  в склянках 1.

Прекращают пропускание воздуха; отсоединяют реакционную колбу от прибора и ее содержимое переносят в колбу прибора для перегонки с паром. К этому моменту вода в парообразователе должна сильно кипеть. Перегонку с паром продолжают до тех пор, пока в приемнике не соберется 30 мл конденсата. В конденсате содержится образовавшаяся при окислении пропионовой кислоты уксусная кислота. К конденсату добавляют 3—4 капли фенолфталеина и прикапывают 2 н.  $\text{NaOH}$ , пока конденсат не станет розовым. Полученный раствор переносят в фарфоровую чашку и упаривают под лампой до объема 1—2 мл. Оставшийся раствор переносят в стандартную стеклянную чашечку. Выпаривают раствор досуха под лампой (осторожно! не должно быть разбрызгивания!).

Содержимое склянок 1 переносят в стакан на 100 мл и осаждают  $\text{BaCO}_3$ , добавляя к раствору 10 мл 0,2 М  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ . Выпавший осадок отфильтровывают на разборной воронке через бумажный фильтр «синяя лента». Слегка влажный фильтр приклеивают к диску из картона и осторожно сушат под лампой.

Измеряют активности двух полученных препаратов в течение 5 мин каждый. На основании результатов опыта делают вывод о поведении карбоксильного углерода пропионовой кислоты при окислении в кислой среде.

## 2. ОКИСЛЕНИЕ ПЕРМАНГНАТОМ КАЛИЯ В ЩЕЛОЧНОЙ СРЕДЕ

### Оборудование и реактивы

**Оборудование.** То же, что и в работе 23,1 (за исключением прибора для перегонки с паром). Центрифуга. Кювета со льдом (снегом).

**Посуда.** Стаканы на 250 и на 100 мл. Фарфоровая ступка. Мерные цилиндры на 10 мл (2 шт.). Стеклянная палочка.

**Реактивы.**  $\text{KMnO}_4$ . Растворы: 2 н.  $\text{NaOH}$  (не содержащий  $\text{CO}_3^{2-}$ -иона), 30%-ный  $\text{H}_2\text{O}_2$  (пергидроль), конц.  $\text{HCl}$ , 0,2 М  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , 1 М  $\text{CaCl}_2$ , индикатор метиловый красный.

**Радиоактивное вещество.** 0,1 М пропионовая кислота, меченная  $^{14}\text{C}$  в карбоксиле, в 2 н. NaOH (свободном от  $\text{CO}_3^{2-}$ -ионов) удельной активностью около 5 мкКи/мл.

### Выполнение работы

Собирают прибор для окисления пропионовой кислоты (см. рис. 57). В реакционную колбу 7 насыпают 0,30 г мелкоистертого в фарфоровой ступке  $\text{KMnO}_4$ . Помещают в капельную воронку 5 мл 2 н. NaOH (постоянно используется раствор, свободный от  $\text{CO}_3^{2-}$ -ионов). Поглотительные склянки 1 оставляют пустыми и не присоединяют их к прибору. Устанавливают, как это описано в работе 23,1, требуемый ток азота через прибор и в течение 10 мин пропускают азот, удаляя из прибора  $\text{CO}_2$ . Присоединяют к прибору на резиновом шланге одну из промывалок 1, на одну четверть наполненную 2 н. NaOH.

Закрывают кран 9 и из капельной воронки 6 в колбу 7 вводят ранее налитый в нее 2 н. NaOH, а затем 4 мл раствора меченой пропионовой кислоты в 2 н. NaOH. Промывают воронку 15 мл 2 н. NaOH.

Реакционную колбу 7 в течение 2 ч нагревают на кипящей водяной бане 8. Затем прекращают нагревание и переносят содержимое колбы в стакан на 250 мл (содержимое промывалки 1 сливают в отходы). Стакан с раствором охлаждают снегом и для осаждения  $\text{MnO}_2$  осторожно, при перемешивании, добавляют 20 мл пергидроля. Выпавшую двуокись марганца отделяют центрифугированием.

Прозрачный раствор переносят вновь в реакционную колбу 7, присоединяют ее к прибору и продувают его азотом для удаления  $\text{CO}_2$  (при включении тока азота руководствуются методикой, приведенной в работе 23,1). На одну четверть заполняют поглотительные склянки 2 н. NaOH. Продолжая пропускать азот через прибор (кран 3 закрыт!), в реакционную колбу 7 из делительной воронки 6 приливают 6—7 мл конц. HCl. Поглощение выделившегося  $\text{CO}_2$  происходит в течение 30 мин.

Прекращают ток азота через прибор, отсоединяют промывалки 1 и их содержимое переносят в стакан на 100 мл. Осаждают  $\text{BaCO}_3$ , добавляя 10 мл 0,2 М  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ .

Реакционную колбу отсоединяют и ее содержимое переносят в стакан на 250 мл. Прикапывают туда же 5—6 капель индикатора метилового красного и добавляют 2 н. NaOH до изменения окраски индикатора. Для осаждения  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  в щелочной раствор вводят 10 мл 1 М  $\text{CaCl}_2$ . Содержимое стакана охлаждают снегом (льдом) в течение 30—40 мин.

Полученные осадки карбоната бария и оксалата кальция отфильтровывают на разборной воронке для фильтрования через плотный фильтр («синяя лента»). Слегка влажные осадки приклеивают к картонным дискам, а затем осторожно высушивают их под лампой. Измеряют активности обоих препаратов в течение 5 мин каждый.

На основании полученных результатов делают вывод о распределении карбоксильного углерода пропионовой кислоты между карбонат- и оксалат-ионами.

# **РАДИОАКТИВНЫЕ ИНДИКАТОРЫ В ХИМИИ**

## **Проведение эксперимента и обработка результатов**

---

Допущено  
Министерством высшего и среднего  
специального образования СССР  
в качестве учебного пособия  
для студентов университетов,  
обучающихся  
по специальности «Химия»



# Расчетные задачи

## 1. Радиоактивность

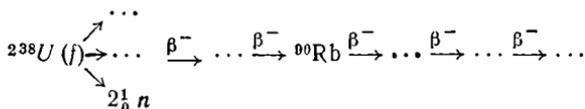
1. Вычислите энергию связи, приходящуюся на нуклон (в МэВ), в ядрах  $^{12}\text{C}$ ,  $^{32}\text{P}$ ,  $^{133}\text{Cs}$  и  $^{238}\text{U}$ . Массы атомов изотопов соответственно равны 12,00000, 31,97391, 132,90509 и 238,05076. Масса электрона — 0,00055. Изменением массы за счет выделения энергии при образовании атомов из ядер и электронов можно пренебречь.

2. На каждые 1000 актов распада радиоактивного изотопа в среднем приходится 943  $\alpha$ -частицы с энергией 4,777 МэВ, 57  $\alpha$ -частиц с энергией, 4,589 МэВ и 57  $\gamma$ -квантов с энергией 0,188 МэВ. Постройте схему распада изотопа, если известно, что полная энергия распада 4,777 МэВ.

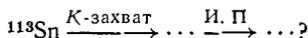
3. Постройте схему распада радиоактивного изотопа, испускающего  $\beta$ -частицы с  $E_{\max} = 0,271, 0,462, 1,560$  МэВ и  $\gamma$ -кванты с  $E_{\gamma} = 0,191, 1,098$  и 1,289 МэВ, если известно, что полная энергия распада составляет 1,560 МэВ.

4. Постройте схему распада радиоактивного изотопа, испускающего  $\alpha$ -частицы с энергией 4,195 (77%) и 4,145 (23%) МэВ и  $\gamma$ -кванты с энергией 0,050 МэВ. Полная энергия распада 4,195 МэВ.

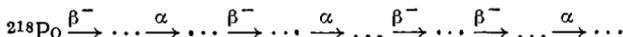
5. Впишите недостающие члены цепочки:



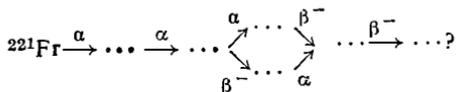
6. Какие изотопы образуются в результате превращений:



7. Укажите изотопы, образующиеся в ряду



8. Какие изотопы возникают в результате превращений:



9. Сколько  $\alpha$ -и  $\beta$ -частиц образуется при переходе:



10. Считая, что на образование одной пары ионов затрачивается 34 эВ, найдите полное число пар ионов, создаваемых  $\alpha$ -частицей с начальной энергией 4,2 МэВ. Приблизительно оцените величину пробега в воздухе (см)  $\alpha$ -частиц такой энергии.

11. Определите величину максимального пробега в алюминии  $\beta$ -частиц  $^{89}\text{Sr}$ , пользуясь графиком, таблицей и эмпирическими формулами.

12. Определите максимальную энергию  $\beta$ -спектра, если известно, что максимальный пробег  $\beta$ -частиц в алюминии составляет 62 мг/см<sup>2</sup>.

13. Были получены следующие данные по ослаблению в алюминии  $\beta$ -частиц неизвесного изотопа:

Толщина поглотителя, мг/см <sup>2</sup> . . . . .	20	42	64	86	109	131	153	176	193	220	242	264	287	309	331	359
Регистрируемое детектором число частиц (вместе с фоном) . . . . .	13	876	8235	5086	3213	1922	1220	699	409	197	110	56	38	26	21	19

Постройте кривую ослабления в полулогарифмических координатах. Определите максимальную энергию  $\beta$ -частиц по слою половинного ослабления и величине максимального пробега.

14. Снят начальный участок кривой ослабления  $\beta$ -частиц радиоактивного изотопа. Результаты (за вычетом фона) следующие:

Толщина алюминия, мг/см <sup>2</sup>	3,3	4,7	6,1	7,5	8,9
Регистрируемое детектором число частиц . . . . .	2510	1720	1213	837	568

Определите максимальную энергию  $\beta$ -частиц этого изотопа.

15. Рассчитайте, каков пробег в воздухе (в см при комнатной температуре и нормальном давлении)  $\beta$ -излучения <sup>90</sup>Y.

16. Определите, в какой степени будет ослаблено излучение <sup>89</sup>Sr стенками счетчика ядерных частиц, если толщина стенок составляет 60 мг/см<sup>2</sup>.

17. Препарат, содержащий смесь изотопов <sup>35</sup>S и <sup>48</sup>Ca, был покрыт слоем алюминия, достаточным для поглощения излучения <sup>35</sup>S. Подсчитайте, как ослабится при этом излучение <sup>48</sup>Ca.

18. Параллельные моноэнергетические пучки  $\alpha$ -частиц и электронов проходят через экраны, толщина которых равна половине пробега для каждого вида излучения. Как изменится при этом число  $\alpha$ -частиц и электронов? Как изменится в условиях данной задачи число  $\beta$ -частиц, имеющих непрерывный энергетический спектр? (Дайте количественные ответы).

19. Определите энергию  $\gamma$ -квантов, если известно, что слой половинного ослабления  $\gamma$ -излучения в алюминии составляет 1,9 см.

20. Вычислите, насколько будет ослаблено  $\gamma$ -излучение <sup>65</sup>Zn стенками стеклянного (плотность 2,7 г/см<sup>3</sup>) счетчика, толщина которых составляет 0,325 г/см<sup>2</sup>.

21. Рассчитайте толщину защитной стенки из свинца, достаточную для 500-кратного ослабления  $\gamma$ -излучения с энергией 1,25 МэВ.

22. Определите массу 1 Ки <sup>40</sup>K и 1 Ки <sup>42</sup>K.

23. Определите удельную активность <sup>238</sup>U.

24. Абсолютная активность 1 мг естественной смеси изотопов самария за счет распада радиоактивных ядер <sup>147</sup>Sm, составляет 1194 расп/мин. Определите период полураспада <sup>147</sup>Sm, принимая во внимание, что содержание этого изотопа в естественной смеси 15,07%.

25. Рассчитайте активность (в Ки) трития, занимающего при нормальных условиях объем, равный 1 см<sup>3</sup>.

26. Какой максимальный промежуток времени можно затратить на транспортировку иода-131, если уменьшение активности за время транспортировки не должно превышать 20%.

27. Приготовлен препарат <sup>32</sup>P. За какой промежуток времени распадается 3% изотопа и через какой промежуток времени останется 3% изотопа?

28. В препарате содержится 10<sup>14</sup> ядер изотопа <sup>35</sup>S. Определите активность (в Ки) препарата. Какое число ядер <sup>35</sup>S распадется за месяц?

29. Можно ли, используя раствор радиоактивного вещества, удельная активность которого 0,5 мКи/л, а концентрация — 25 мг/мл, получить образец удельной активностью 100 мКи/г?

30. Какое количество радиоактивного вещества удельной активностью 5 мКи/мл следует взять, чтобы приготовить 250 мл раствора того же вещества удельной активностью 0,5 мКи/мл?

31. Чему равна средняя продолжительность жизни изотопа, если за 2 суток распадется 30% от его начального количества?

32. Радиоактивный препарат содержит 100 мКи  $^{64}\text{Cu}$  и 20 мКи  $^{32}\text{P}$ . Через какое время активности обоих изотопов в препарате сравняются между собой?

33. Измерение активности препарата, содержащего изотоп  $^{80}\text{Br}$  ( $T_{1/2} = 18$  мин), начали через 7 мин после приготовления. В течение 10 следующих минут непрерывной регистрации было зарегистрировано 54 820 импульсов. Определите регистрируемую активность препарата (число импульсов в 1 мин) в момент приготовления.

34. Определите период полураспада изотопа на основании следующих данных:

Время, дни . . . . .	1	2	4	6	9	12	15
Регистрируемая активность без фона, имп/мин . . . . .	522	479	400	340	261	198	156

Пользуясь табл. П.1, определите, о каком изотопе может идти речь в данном случае.

35. Оцените периоды полураспада изотопов на основании следующих данных:

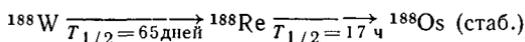
Время, мин . . . . .	2	4	8	12	22	32	52	72
Регистрируемая активность без фона, имп/мин . . . . .	3259	3133	2942	2680	2510	2321	2124	1850

36. Определите период полураспада дочернего изотопа, накапливающегося из долгоживущего изотопа, на основании приведенных результатов ( $a_2/a_1$  — отношение активностей дочернего и материнского изотопов в момент времени  $t$ ):

Время $t$ , дни . . . . .	1	2	3	4	6	9	12	15	18	22	26	30	30 $\infty$
$a_2/a_1$ . . . . .	0,166	0,304	0,420	0,516	0,663	0,804	0,886	0,934	0,962	0,981	0,991	0,996	1,00

Пользуясь табл. П.1, идентифицируйте изотоп.

37. Учитывая схемы превращения:



определите, через какой промежуток времени в препарате  $^{188}\text{W}$  накопится 80% от равновесного количества  $^{188}\text{Re}$ .

38. Определите время накопления максимального количества  $^{112}\text{Ag}$  ( $T_{1/2} = 3,2$  ч), образующегося из  $^{112}\text{Pd}$  ( $T_{1/2} = 21$  ч).

39. Приготовлен препарат  $^{140}\text{Ba}$ , свободный от продуктов распада, с начальной активностью 12 мКи. Определите активность препарата через 5 суток.

40. Соотношение постоянных распада материнского и дочернего изотопов отвечает случаю векового равновесия. Материнский изотоп предварительно очищен от дочернего. Удалось провести только 2 измерения активности дочернего изотопа, накапливающегося из материнского. Первое измерение было сделано через 3 ч, а второе — через 6 ч. Измеренная активность составила соответственно 1820 и 3410 имп/мин. Оцените период полураспада дочернего изотопа. Какова будет регистрируемая активность по достижении векового равновесия?

41. Через какое время активность  $^{90}\text{Y}$ , находящегося в равновесии со  $^{90}\text{Sr}$ , уменьшится в 8 раз?

42. Как уменьшится  $\alpha$ -активность  $^{238}\text{U}$  за время, по прошествии которого активность каждого из дочерних продуктов будет отличаться от равновесной не более чем на 0,1%?

43. 1 г чистого радия вместе с короткоживущими продуктами распада выделяет в год  $172 \text{ мм}^3$  гелия, измеренного при нормальных условиях. Пользуясь этими данными, найдите значение числа Авогадро.

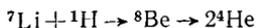
44. Рассчитайте количество  $^{210}\text{Po}$ , находящегося в равновесии с 1 г  $^{238}\text{U}$ .

45. Какие ядерные реакции возможны при облучении  $\text{KMnO}_4$  медленными нейтронами радий-бериллиевого источника?

46. По каким ядерным реакциям можно получить: а)  $^{35}\text{S}$ , б)  $^{60}\text{Co}$ , в)  $^{82}\text{Br}$ ? Какие в каждом случае возможны радиоактивные примеси?

47. Какие радиоактивные изотопы и по каким реакциям можно получить исходя из серы?

48. Определите энергию  $\alpha$ -частиц, полученных по реакции



принимая массы равными:  $m_{\text{H}} = 1,007273$ ,  $m_{{}^7\text{Li}} = 7,016008$ ,  $m_{{}^8\text{Be}} = 8,0053119$  и  $m_{{}^4\text{He}} = 4,002603$ .

49. При делении ядра урана-235 на два осколка наряду с двумя нейтронами образовалось радиоактивное ядро  $^{140}\text{Xe}$ . Изотопом какого элемента является второй осколок? В результате каких радиоактивных превращений он переходит в стабильный изотоп?

50. Изотоп  $^{194}\text{Ir}$  ( $T_{1/2} = 19 \text{ ч}$ ) получают облучением стабильного иридия медленными нейтронами по реакции  $^{193}\text{Ir}(n, \gamma)^{194}\text{Ir}$ . Рассчитайте, каково сечение этой реакции, если после облучения мишени толщиной 0,1 мм и площадью  $1 \text{ см}^2$  в течение 19 мин активность  $^{194}\text{Ir}$  составила 93 мкКи. Плотность потока нейтронов примите равной  $10^{10}$  нейтронов/см $^2$ ·с.

## 2. Регистрация излучения. Влияние свойств исследуемого изотопа и условий измерения на величину регистрируемой активности

51. В ионизационную камеру каждую секунду попадает 1000  $\alpha$ -частиц, испускаемых препаратом  $^{210}\text{Po}$ . Считая, что энергия  $\alpha$ -частиц полностью поглощается в камере, рассчитайте ионизационный ток насыщения. Какой должна быть величина нагрузочного сопротивления, чтобы падение напряжения на нем составляло 0,5 В?

52. Сила тока насыщения, протекающего через ионизационную камеру, в которую введен  $^{222}\text{Rn}$ , составляет  $1,8 \cdot 10^{-9}$  А. Сила тока, протекающего через камеру при отсутствии в ней радиоактивного препарата (фон камеры),  $5,5 \cdot 10^{-11}$  А. Рассчитайте абсолютную активность радона в микрокюри (при расчете следует принять, что все  $\alpha$ -частицы поглощаются внутри камеры).

53. На радиометрической установке измерили скорости счета четырех радиоактивных препаратов, располагая каждый из них в предназначенном для него гнезде измерительной кассеты, имеющей четыре ячейки. Скорости счета оказались равными соответственно 5600; 5800; 6900 и 7100 имп/мин. Затем в таких же условиях измерили общую скорость счета  $I_{\text{общ}}$ , обусловленную четырьмя препаратами при их одновременном измерении на установке, которая составила 25 000 имп/мин. Скорость счета, обусловленная фоном,  $I_{\text{ф}} = 50$  имп/мин. Считая, что при измерении скоростей счета отдельных препаратов регистрируются все импульсы, определите разрешающее время установки.

54. Имеется раствор, содержащий  $^{32}\text{P}$ , с объемной удельной активностью 10 мкКи/мл. Какой объем этого раствора следует взять, чтобы, разбавив его в колбе на 50 мл, получить раствор с объемной скоростью счета 1000 имп/мин · мл (измерения активности проводятся на счетчике СТС-6 с толщиной стенок 60 мг/см $^2$ ; геометрический коэффициент примите равным 0,05)?

55. С помощью счетчика СТС-6, толщина стенок которого 60 мг/см $^2$ , в идентичных условиях зарегистрирована одинаковая скорость счета при измерении двух препаратов, первый из которых испускает  $\gamma$ -кванты с энергией 2 МэВ,

а второй —  $\beta$ -частицы такой же максимальной энергии. Препараты находились на расстоянии 60 мм от счетчика. Рассчитайте, как отличаются абсолютные активности этих препаратов. При расчете пренебречь рассеянием излучения от подложки и самоослаблением излучения в материале препаратов.

56. Можно ли регистрировать торцовым счетчиком с толщиной окна 1 мг/см<sup>2</sup> излучение препарата <sup>14</sup>C, расположенного на расстоянии 20 см от детектора (условия нормальные)?

57. Можно ли проводить измерение скоростей счета препаратов, содержащих тритий, на торцовом счетчике с толщиной окна 1,4 мг/см<sup>2</sup>?

58. Может ли торцовый счетчик с толщиной окна 3 мг/см<sup>2</sup> регистрировать излучение препарата <sup>35</sup>S, расположенного на расстоянии 100 мм от детектора (воздух находится при нормальных условиях)?

59. Какая доля попавших в счетчик  $\beta$ -частиц не будет сосчитана, если радиометрическим прибором с разрешающим временем  $5 \cdot 10^{-6}$  мин зарегистрировано 10 000 имп/мин?

60. На торцовом счетчике измеряется радиоактивность препарата Са<sub>3</sub>(<sup>32</sup>РO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> толщиной 30 мг/см<sup>2</sup>. Рассчитайте значение поправочного коэффициента самоослабления для этого препарата.

61. На торцовом счетчике проводят измерение активности препарата <sup>45</sup>СаСО<sub>3</sub> толщиной 17 мг/см<sup>2</sup> и Са<sup>14</sup>СО<sub>3</sub> толщиной 5 мг/см<sup>2</sup>. В каком случае значение поправочного коэффициента самоослабления больше?

62. На радиометрической установке со счетчиком Гейгера — Мюллера выполнены два измерения скорости счета препарата с постоянной активностью. Оба измерения проводили при напряжениях на счетчике, соответствующих области плато счетной характеристики: первое — при 1750 В, а второе — при 1900 В. Скорость счета, определенная в первом измерении, составила 15 700 имп/мин (без фона). Наклон плато 0,04% на 1 В. Разрешающее время радиометрической установки  $\tau = 1,6 \cdot 10^{-4}$  с. Определите, что больше: число незарегистрированных импульсов, обусловленное наличием разрешающего времени, или разность скоростей счета препарата, вызванная изменением напряжения на счетчике.

63. На счетчике СТС-6 с толщиной стенок 60 мг/см<sup>2</sup> измерена скорость счета, обусловленная радиохимически чистым препаратом <sup>90</sup>Sr, которая оказалась равной 16 500 имп/мин (без фона). Рассчитайте число импульсов, не зарегистрированных в данном случае из-за наличия разрешающего времени установки ( $\tau = 2,5 \cdot 10^{-6}$  мин), и число  $\beta$ -частиц, поглощенных в стенках счетчика.

64. На торцовом счетчике Т-25-БФЛ (диаметр окна 25 мм) провели измерения двух радиоактивных препаратов. Первый имел диаметр 10 мм и был расположен на расстоянии 45 мм от окна счетчика; второй, находящийся на расстоянии 16 мм от счетчика, имел диаметр 5 мм. В каком случае препарат можно считать точечным? Для точечного препарата рассчитайте значение геометрического коэффициента.

65. В строго идентичных условиях проведены измерения активности двух препаратов <sup>45</sup>Са одинакового диаметра. Толщина первого препарата 120 мг/см<sup>2</sup>, второго — 200 мг/см<sup>2</sup>. Скорости счета оказались соответственно равны 2000 и 3000 имп/мин. Каково отношение абсолютных активностей препаратов?

66. В строго идентичных условиях проведены измерения активности двух препаратов <sup>185</sup>W одинакового диаметра. Толщина первого 250 мг/см<sup>2</sup>, второго — 150 мг/см<sup>2</sup>; скорости счета соответственно 5000 и 10 000 имп/мин. Чему равно отношение удельных активностей этих препаратов?

67. При измерении препарата природного калия (содержащего <sup>40</sup>K) на счетчике СТС-6 с толщиной стенок 60 мг/см<sup>2</sup> зарегистрирована скорость счета 170 имп/мин. Величина фона составляет 40 имп/мин, геометрический коэффициент  $\eta = 0,054$ . Считая, что поправки на обратное рассеяние и на коэффициент самоослабления равны 1, рассчитайте содержание калия в препарате.

68. На счетчике Т-25-БФЛ с толщиной окна 2 мг/см<sup>2</sup> предполагается провести регистрацию скорости счета препарата <sup>59</sup>Fe с абсолютной активностью, 0,2 мкКи. Толщина препарата 0,1 мг/см<sup>2</sup>, величина геометрического коэффициента  $\eta = 0,045$ . Для приготовления препарата использована подложка из тон-

кой органической пленки. Препарат будет находиться на расстоянии 45 мм от окна счетчика. Рассчитайте ожидаемую величину скорости счета. Нужно ли вводить в результаты измерения поправку на разрешающее время, равное  $3,4 \cdot 10^{-4}$  с?

69. Схема распада радиоактивного изотопа  $^{56}\text{Mn}$  имеет вид, показанный на рис. 58. Препарат  $^{56}\text{Mn}$  толщиной  $1 \text{ мг/см}^2$  нанесен на подложку из папиросной бумаги. Скорость счета этого препарата, измеренная с помощью счетчика СТС-6 (толщина стенок  $60 \text{ мг/см}^2$ ), равна  $148 \text{ имп/мин}$ . Геометрический коэффициент  $\eta = 0,24$ . Расстояние от препарата до счетчика 30 мм. Найдите абсолютную активность препарата.

### 3. Радиационная безопасность

70. На расстоянии 2 м от источника, содержащего  $^{60}\text{Co}$ , скорость счета, измеренная сцинтилляционным детектором с кристаллом  $\text{NaI}(\text{Tl})$  диаметром 40 мм и высотой 25 мм, составляет  $5170 \text{ имп/мин}$  (без фона). Рассчитайте дозу, создаваемую в этой точке пространства  $\gamma$ -излучением  $^{60}\text{Co}$  за 3 ч.

71. С помощью счетчика Гейгера — Мюллера, имеющего площадь  $60 \text{ см}^2$  и толщину катода  $352 \text{ мг/см}^2$ , найдено, что скорость счета, создаваемая излучением точечного источника  $^{59}\text{Fe}$ , составляет  $500 \text{ имп/с}$ . Определите мощность дозы, создаваемой  $\gamma$ -излучением  $^{59}\text{Fe}$  в области, где расположен детектор.

72. Рассчитайте, какая плотность потока моноэнергетических  $\gamma$ -квантов с  $E = 1 \text{ МэВ}$  необходима для создания экспозиционной дозы мощностью  $1 \text{ Р/с}$ .

73. Не пользуясь графиком, приведенным на рис. 1, определите величину гамма-постоянной для  $^{51}\text{Cr}$ .

74. Определите гамма-постоянную для изотопов:  $^{95}\text{Nb}$ , испускающего  $\gamma$ -кванты с энергией  $0,768 \text{ МэВ}$  (100%), и  $^{224}\text{Ra}$ , испускающего  $\gamma$ -кванты с энергией  $0,241 \text{ МэВ}$  (4,17%).

75. Найдите гамма-постоянную для изотопа  $^{24}\text{Na}$ .

76. Рассчитайте, какова мощность дозы на расстоянии  $0,5 \text{ м}$  от точечного образца  $^{65}\text{Zn}$  активностью  $8 \text{ мКи}$ . При расчете следует учесть, что при аннигиляции позитрона образуется в среднем  $2 \gamma$ -кванта с энергией  $0,51 \text{ МэВ}$  каждый.

77. Определите, какую дозу создает точечный образец  $^{60}\text{Co}$  активностью  $5 \text{ мКи}$  на расстоянии  $0,5 \text{ м}$  в течение 6 ч.

78. Активность препарата, содержащего  $^{56}\text{Mn}$ , измеряли счетчиком СТС-6 (толщина стенок  $60 \text{ мг/см}^2$ ), причем геометрический коэффициент составлял  $0,2$ . Регистрируемая скорость счета (за вычетом фона) оказалась равной  $2000 \text{ имп/мин}$ . Рассчитайте дозу, создаваемую на расстоянии  $0,5 \text{ м}$  от такого препарата за 2 ч.

79. Рассчитайте активность (в  $\text{мКи}$ ) образцов  $^{60}\text{Co}$  и  $^{65}\text{Zn}$ , если известно, что гамма-эквивалент каждого из них равен  $1 \text{ мг-экв радия}$ .

80. Рассчитайте мощность дозы (в  $\text{мкР/с}$ ), создаваемой на расстоянии  $1 \text{ м}$  от источника, гамма-эквивалент которого равен  $0,5 \text{ мг-экв радия}$ .

81. Найдите отношение активностей препаратов  $^{59}\text{Fe}$  и  $^{131}\text{I}$ , имеющих одинаковую величину гамма-эквивалента.

82. Определите, чему равна доза, создаваемая за 6 ч на расстоянии  $2 \text{ м}$  от образца  $^{65}\text{Zn}$ , гамма-активность которого соответствует  $5 \text{ мг-экв радия}$ .

83. Оцените активность образца  $^{59}\text{Fe}$ , заключенного в свинцовый контейнер с толщиной стенки  $5 \text{ см}$ , если известно, что мощность дозы, измеренная у поверхности контейнера, составляет  $0,8 \text{ мкР/с}$ .

84. Образец  $^{32}\text{P}$  помещен в алюминиевый контейнер, выполненный в виде цилиндра, с толщиной стенки  $2 \text{ мм}$ . Скорость счета на поверхности контейнера, измеренная торцовым счетчиком Гейгера — Мюллера со слюдяным окном ди-

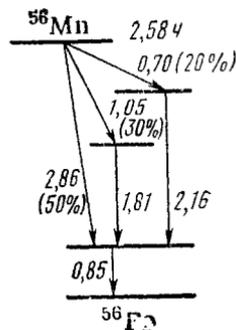


Рис. 58. Схема распада  $^{56}\text{Mn}$  (некоторые энергии  $\gamma$ -квантов на схеме опущены в целях упрощения задачи)

аметром 20 мм и толщиной 5 мг/см<sup>2</sup>, равнялась 10 000 имп/мин (без фона). Оцените дозу, полученную рукой работника, который нес этот контейнер в течение 10 мин?

85. Определите мощность дозы, получаемую участком кожи при облучении точечным источником <sup>204</sup>Tl активностью 1 мКи, расположенным на расстоянии 10 см.

86. Определите дозу, создаваемую за 20 мин β- и γ-излучением образца <sup>59</sup>Fe активностью 2 мКи на расстоянии 5 см.

87. Имеется образец <sup>60</sup>Co, гамма-эквивалент которого равен 2 мг-экв радия. Рассчитайте дозу, создаваемую за полтора часа β-и γ-излучением этого образца на расстоянии 1 м.

88. Работу с источником <sup>56</sup>Mn активностью, 2,5 мКи предполагается проводить без защитного экрана на расстоянии 30 см от источника. Какова максимальная продолжительность работы, если доза, полученная экспериментатором, не должна превышать 0,1 бэр?

89. Определите наименьшее расстояние от источника <sup>65</sup>Zn активностью 10 мКи, на котором можно находиться без защитного экрана в течение 1 ч, если величина полученной дозы не должна превышать 2,8 бэр.

90. Рассчитайте, с каким количеством радиоактивного изотопа (в мг-экв радия) можно постоянно (в течение года) работать, не используя защитный экран, на расстоянии 30 см от источника, если продолжительность рабочей недели 36 ч.

91. Вычислите мощность дозы (мкР/с), создаваемой за экраном неколлимированным источником <sup>131</sup>I активностью 0,5 мКи, если свинцовый экран толщиной 3,0 см расположен на расстоянии 20 см от источника.

92. Определите, обеспечит ли свинцовый экран толщиной 8,3 см снижение мощности дозы от источника <sup>60</sup>Co до 0,8 мкР/с, если мощность дозы без экрана 80 мкР/с (см. пример 10).

93. Проверьте, достаточен ли слой 10,1 см свинца для того, чтобы обеспечить безопасную работу в течение года на расстоянии 25 см от источника <sup>59</sup>Fe активностью 100 мКи, если каждую неделю предполагается работать с радиоактивностью по 20 ч (см. пример 11).

94. Рассчитайте толщину защитного экрана из свинца, необходимого для того, чтобы снизить дозу, создаваемую в течение 6-часового рабочего дня на расстоянии 0,5 м от источника <sup>124</sup>Sb активностью 10 мКи, до уровня 0,017 бэр/дн.

95. Найдите толщину свинцового экрана для источника <sup>131</sup>I, если требуемая кратность ослабления равна 150.

96. Радиометром «ТИСС» с блоком для измерения β-активности (эффективная поверхность детектора 150 см<sup>2</sup>, толщина стенки счетных трубок 60 мг/см<sup>2</sup>) при проверке чистоты стола, на котором проводилась работа с изотопом <sup>32</sup>P, была зарегистрирована скорость счета 1 000 имп/мин (без фона). Определите, превышает ли загрязнение предельно допустимый уровень, если принять, что геометрический коэффициент равен 0,2.

97. Предполагается перегнать 40 мл воды, меченной тритием. Общая активность жидкости 100 мКи. К какому классу работ относится эта операция?

98. Разрешается ли в соответствии с «Основными санитарными правилами» (ОСП-72) работать с сухим открытым препаратом <sup>90</sup>SrCO<sub>3</sub> активностью 2 мКи в лаборатории III класса?

99. Какую максимальную активность иода-131 можно хранить в лаборатории III класса?

## 4. Изотопный обмен

100. К 30 мл насыщенного при 25° С раствора K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, содержащего 10 г кристаллов K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, добавили 0,1 мл насыщенного раствора K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, содержащего <sup>35</sup>S с общей активностью 6,6 · 10<sup>4</sup> имп/мин. Смесь 12 ч перемешивали при 25° С, а затем измерили активность 1 мл раствора, которая оказалась равной 2000 имп/мин · мл. Условия всех измерений радиоактивности идентичны. Наступило ли равновесие изотопа <sup>35</sup>S в кристаллах и растворе? Растворимость K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> при 25° С 12,05 г на 100 г воды, плотность насыщенного при этой температуре раствора K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,08 г/см<sup>3</sup>.

101. Неактивный образец  $\text{BaCO}_3$  массой 0,58 г внесли в ампулу объемом 20  $\text{см}^3$ , наполненную  $\text{CO}_2$  при давлении 900 мм рт. ст. и при температуре 20°C. Двуокись углерода содержала изотоп  $^{14}\text{C}$  и имела удельную активность 8000 имп/мин ·  $\text{см}^3$ . Ампулу запаяли и нагрели до 300°C, а затем охладили до 20°C и вновь измерили активность  $\text{CO}_2$ , которая оказалась равной 7500 имп/мин ·  $\text{см}^3$ . Рассчитайте степень обмена и определите удельную активность (в имп/мин ·  $\text{см}^3$ )  $\text{CO}_2$  при равномерном распределении изотопа  $^{14}\text{C}$  в системе.

102. Для синтеза 80 мл меченого иодом-131 третиного иодистого бутила использовали реакцию изотопного обмена неактивного трет- $\text{C}_4\text{H}_9\text{I}$  с 0,2 г  $\text{Na}^{131}\text{I}$  удельной активностью 8 · 10<sup>5</sup> имп/мин · г. С какой максимальной удельной активностью (имп/мин · мл) можно получить трет- $\text{C}_4\text{H}_9\text{I}$ ? Плотность трет- $\text{C}_4\text{H}_9\text{I}$  1,37 г/ $\text{см}^3$ .

103. Проведено изучение изотопного обмена  $^{131}\text{I}$  между изо- $\text{C}_3\text{H}_7\text{I}$  и  $\text{Na}^{131}\text{I}$  в 90%-ном этанольном растворе при концентрации каждого вещества 0,1 М и при температурах 40, 60 и 80°C. Периоды полуобмена  $\tau_{1/2}$  оказались равны соответственно 6,27 · 10<sup>4</sup>, 6,88 · 10<sup>3</sup> и 1,67 · 10<sup>3</sup> с. Найдите энергию активации процесса.

104. Изучен изотопный обмен атомами брома-82 в растворе между  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{BrCOOH}$  и  $\text{LiBr}$  при 22°C и при концентрации каждого из веществ, равной 0,333 М. Вся исходная активность содержалась в  $\text{LiBr}$ , причем удельная активность исходного 0,333 М раствора  $\text{Li}^{82}\text{Br}$  составляла 8900 имп/мин · мл. Результаты измерений удельной активности раствора  $\text{CH}_3\text{CH}_2^{82}\text{BrCOOH}$ , проведенных по истечении времени  $t$  с момента начала обмена, следующие:

Время с момента начала обмена $t$ , мин . . .	10	25	40	50	60	70	90	100
Удельная активность $I_t$ , имп/мин · мл . . . .	748	1968	2416	2799	3168	3333	3693	3849

Значения удельной активности растворов  $\text{CH}_3\text{CH}_2^{82}\text{BrCOOH}$  приведены к моменту времени, в который измеряли исходную удельную активность раствора  $\text{Li}^{82}\text{Br}$ . Условия всех измерений идентичны между собой. Определите период полуобмена и константу скорости бимолекулярной реакции изотопного обмена.

## 5. Особенности поведения радиоактивных веществ

105. В 50 мл раствора  $^{133}\text{BaCl}_2$  без носителя удельной активностью 0,5 мКи/мл внесли 2 г мелкокристаллического стабилизированного (т. е. неспособного к перекристаллизации) осадка  $\text{BaSO}_4$ . Рассчитайте, насколько понизится удельная активность раствора за счет первичной адсорбции  $^{133}\text{Ba}$  на осадке  $\text{BaSO}_4$ , если средний диаметр частиц  $\text{BaSO}_4$  5 · 10<sup>-4</sup> см, плотность 4,5 г/ $\text{см}^3$ , а площадь, занимаемая одной молекулой  $\text{BaSO}_4$  на поверхности, 2 · 10<sup>-15</sup>  $\text{см}^2$ . Для простоты следует принять, что не происходит дополнительного растворения  $\text{BaSO}_4$ , так как равновесие при первичной адсорбции устанавливается очень быстро, а растворение  $\text{BaSO}_4$  — сравнительно медленный процесс.

106. В 50 мл насыщенного при 25°C раствора  $\text{PbI}_2$ , меченого  $^{131}\text{I}$ , внесли 2,5 г мелкодисперсного стабилизированного осадка  $\text{PbI}_2$ . Рассчитайте, во сколько раз понизится удельная активность исходного раствора за счет первичной адсорбции  $^{131}\text{I}$  на кристаллах осадка, если средний диаметр внесенных частиц  $\text{PbI}_2$  6 · 10<sup>-4</sup> см, плотность 6,16 г/ $\text{см}^3$ , растворимость в воде при 25°C — 1,6 ммоль/л, а площадь, занимаемая одной молекулой  $\text{PbI}_2$  на поверхности, 2,5 · 10<sup>-15</sup>  $\text{см}^2$ .

107. В 100 мл насыщенного при 30°C раствора  $\text{CaSO}_4$  внесли 3 г стабилизированного мелкодисперсного осадка  $^{133}\text{BaSO}_4$  удельной активностью 10 мКи/г. Рассчитайте, какова будет объемная удельная активность раствора после установления адсорбционного обменного равновесия и достижения равновесной растворимости  $\text{BaSO}_4$ , если средний диаметр исходных частиц  $\text{BaSO}_4$  2 × 10<sup>-4</sup> см, растворимость  $\text{CaSO}_4$  при 30°C 0,209 г в 100 мл воды, а растворимость при 30°C  $\text{BaSO}_4$  в 100 мл насыщенного раствора  $\text{CaSO}_4$  1,7 · 10<sup>-9</sup> г. Плотность  $\text{BaSO}_4$  4,5 г/ $\text{см}^3$ , а коэффициент  $D$ , характеризующий переход  $\text{CaSO}_4$ ,

на поверхность  $\text{BaSO}_4$ , равен 0,1. Площадь, занимаемую на поверхности  $\text{BaSO}_4$  одной молекулой  $\text{BaSO}_4$  ( $\text{CaSO}_4$ ), примите равной  $1,8 \cdot 10^{-15} \text{ см}^2$ . Для простоты следует считать, что растворение шарообразных частиц  $\text{BaSO}_4$  происходит равномерно по всей их поверхности.

108. Какое количество (в мКи)  $^{95}\text{Nb}$  без носителя может максимально адсорбироваться на  $1 \text{ см}^2$  поверхности стекла при мономолекулярной адсорбции, если площадь одного иона  $^{95}\text{Nb}$ , занимаемая им на поверхности стекла,  $8 \cdot 10^{-15} \text{ см}^2$ ? (В состав каждого иона входит по одному атому  $^{95}\text{Nb}$ ).

109. Во сколько раз понизится удельная активность нейтрального раствора церия -144 в результате адсорбции, если 100 мл раствора  $^{144}\text{CeCl}_3$  без носителя удельной активностью 2 мКи/мл приведены в соприкосновение с поверхностью стекла площадью 45  $\text{см}^2$ . В результате адсорбции стекло может быть покрыто плотным мономолекулярным слоем ионов  $\text{Ce}^{3+}$ , а площадь, занимаемая при этом одним ионом  $\text{Ce}^{3+}$ , равна  $9 \cdot 10^{-16} \text{ см}^2$ .

110. В 100 мл насыщенного при  $25^\circ \text{C}$  раствора  $\text{KCl}$ , который содержал 5 мКи радиоактивного  $^{86}\text{Rb}$  без носителя, ввели 5 г мелкозернистых кристаллов  $\text{KCl}$ . Рассчитайте, какова будет удельная активность твердой фазы после установления в системе истинного термодинамического равновесия, если 1 мл насыщенного раствора  $\text{KCl}$  при  $25^\circ \text{C}$  содержит 0,29 г соли, а коэффициент сокращения  $D$  (отношение количества  $^{86}\text{Rb}$  в 1 г осадка к его количеству в 1 г соли в растворе) равен 0,1.

111. Для некоторой системы микрокомпонент — макрокомпонент —  $\text{H}_2\text{O}$  известно, что величина коэффициентов сокращения  $D = \Lambda = 4$ . Проведены две независимые кристаллизации макрокомпонента из равных объемов его насыщенного раствора, содержащего равные количества микрокомпонента. Количество макрокомпонента, перешедшее в осадок, в обоих случаях оказалось одинаковым (равно  $1/2$  от первоначально имевшегося в растворе). В первом случае кристаллизация проведена таким образом, что микрокомпонент оказался распределенным в кристаллах гомогенно (равновесное распределение по Хлопину), во втором случае — в соответствии с логарифмическим распределением Дёрнера — Госкинса. Рассчитайте, в каком случае в осадок перейдет большее количество микрокомпонента.

112. Определите, подчиняется ли процесс осаждения на платиновом катоде радиоактивного  $^{210}\text{Pb}$  ( $\text{RaD}$ ) уравнению Нернста, если критические потенциалы осаждения свинца, определенные для его  $10^{-6}$  и  $10^{-10}$  М растворов при  $18^\circ \text{C}$ , оказались соответственно  $+0,044$  и  $+0,16$  В. Нормальный электродный потенциал свинца  $E_0 = -0,13$  В.

113. Рассчитайте, каков критический потенциал осаждения  $^{115m}\text{Cd}$  при  $25^\circ \text{C}$  из  $5 \cdot 10^{-7}$  М  $^{115m}\text{Cd}$  ( $\text{NO}_3$ )<sub>2</sub> на платиновом электроде, если процесс осаждения подчиняется уравнению Нернста, а нормальный электродный потенциал кадмия  $E_0 = -0,40$  В.

114. При облучении атомов  $^{81}\text{Br}$  медленными нейтронами протекает ( $n, \gamma$ ) реакция и испускаются  $\gamma$ -кванты с энергией 5,1 МэВ. Определите, будет ли разорвана химическая связь брома с молекулой при образовании изотопа  $^{82}\text{Br}$ , если первоначально атом брома входил в состав а) молекулы  $\text{HBr}$  (энергия связи 2,2 эВ), б) молекулы  $\text{C}_2\text{H}_5 \text{ Br}$  (энергия связи  $\text{C—Br}$  2,6 эВ).

115. При облучении  $\text{C}_3\text{H}_7\text{Cl}$  медленными нейтронами протекает ядерная реакция  $^{37}\text{Cl}$  ( $n, \gamma$ ) $^{38}\text{Cl}$ , сопровождающаяся испусканием  $\gamma$ -квантов с энергией 6,2 МэВ. Определите, во сколько раз после эффекта отдачи атома  $^{38}\text{Cl}$  энергия поступательного движения молекулы  $\text{C}_3\text{H}_7\text{Cl}$  будет отличаться от энергии, пошедшей на ее возбуждение. Будет ли при этом разорвана связь  $\text{C—Cl}$ , энергия которой 3,1 эВ?

## 6. Методы выделения, разделения и концентрирования радиоактивных изотопов

116. Найдите коэффициент распределения радиоактивного вещества при экстракции по следующим данным: объемы водной и органической фаз равны соответственно 8 и 3 мл; скорость счёта (за вычетом фона) 0,5 мл исходного раствора 1700 имп/мин, а скорость счёта 1,0 мл водного раствора после установле-

ния экстракционного равновесия 1000 имп/мин. Определите значение фактора извлечения радиоактивного вещества в органическую фазу при однократной экстракции.

117. В результате экстракции радиоактивного вещества из 10 мл водного раствора 8 мл органического растворителя радиоактивность водной фазы уменьшилась в 3 раза. Рассчитайте коэффициент распределения радиоактивного вещества.

118. Коэффициент распределения радиоактивного вещества при экстракции органическим растворителем равен 2,5. Экстрагирование из 5 мл водного раствора проводили двумя способами: однократно 40 мл экстрагента и четырехкратно порциями по 10 мл экстрагента. Рассчитайте, какая доля радиоактивного вещества останется в водном растворе в каждом случае.

119. Проводится экстракция радиоактивного вещества из 12 мл водного раствора порциями органического экстрагента по 4 мл. Определите, сколько нужно провести последовательных экстракций, чтобы обеспечить значение фактора извлечения радиоактивного вещества, равное 98%, если коэффициент распределения 3,6.

120. Коэффициент распределения радиоактивного вещества А при экстракции органическим растворителем 3,0, а коэффициент распределения вещества В в тех же условиях 1,2. Рассчитайте, какое значение фактора обогащения вещества А по сравнению с В в экстракте может быть получено в результате проведения одной и пяти последовательных экстракций (объемы органической и водной фаз считать равными).

121. Коэффициенты распределения веществ А и В между водной и органической фазами, соответственно,  $K_{p(A)} = 3,0$  и  $K_{p(B)} = 0,08$ . Определите фактор обогащения вещества А по отношению к веществу В в экстракте и вещества В по отношению к веществу А в рафинате при однократной экстракции и при четырех последовательных экстракциях, если объемы органической и водной фаз равны.

122. Известно, что коэффициент распределения радиоактивного вещества А между водной и органической фазами равен 4,0, а коэффициент распределения вещества В — 0,1. Рассчитайте число последовательных экстракций, которые нужно провести для того, чтобы доля вещества В в рафинате была не менее 0,95, а доля вещества А не превышала 0,01, если объем водной фазы — 40 мл, а объем органической фазы — 20 мл.

123. Определите коэффициент распределения  $^{144}\text{Ce}$  между анионитом и водно-ацетоновым раствором азотной кислоты, если при распределении микроколичеств  $^{144}\text{Ce}$  между 0,05 г анионита и 10 мл раствора ( $t = 25^\circ\text{C}$ ) активность 1,0 мл исходного раствора составляла 1000 имп/мин, а активность 0,5 мл равновесного раствора — 380 имп/мин.

124. Найдите, чему равен коэффициент распределения радиоактивного изотопа между ионитом и раствором, если удельная активность раствора после установления равновесия стала в 4 раза меньше удельной активности исходного раствора. Объем раствора равен 10 мл, количество ионита 0,5 г.

## 7. Применение радиоактивных изотопов в аналитической химии

125. Рассчитайте, какова чувствительность определения изотопов  $^{212}\text{Pb}$  ( $T_{1/2} = 10,7$  ч) и  $^{115}\text{In}$  ( $T_{1/2} = 6 \cdot 10^{14}$  лет), если известно, что с помощью радиометрической установки, имеющейся в распоряжении экспериментатора, можно надежно регистрировать скорость счета 10 имп/мин над фоном, а коэффициент регистрации равен 0,08.

126. Процедура определения количества  $\alpha$ -радиоактивного изотопа методом микроавтордиографии заключается в том, что эмульсию пропитывают анализируемым раствором, а через некоторый промежуток времени (время экспозиции) фотопластинку проявляют и подсчитывают среднее число треков в объеме поля зрения микроскопа. Оцените минимальную концентрацию  $^{238}\text{U}$ , кото-

рию можно определить методом автордиографии, если анализируемый раствор содержит равновесные количества  $^{238}\text{U}$  и  $^{234}\text{U}$ , время экспозиции 3 сут., объем поля зрения микроскопа  $2,25 \cdot 10^{-7} \text{ см}^3$ , а среднее число треков в объеме поля зрения должно быть не меньше 10. Концентрацию радиоактивного вещества в эмульсии примите равной концентрации его в растворе.

127. Радиоактивный изотоп  $^{40}\text{K}$ , содержание которого в природной смеси изотопов калия составляет 0,012%, характеризуется схемой распада, показанной на рис. 59. Оцените чувствительность определения калия по радиоактивности  $^{40}\text{K}$ , если коэффициент регистрации равен 0,25, а скорость счета, которую можно надежно зарегистрировать с помощью имеющегося детектора, составляет 30 имп/мин.

128. Найдите чувствительность определения лютеция по излучению его радиоактивного изотопа  $^{176}\text{Lu}$ , характеризующегося следующими табличными данными:  $T_{1/2} = 2,4 \cdot 10^{10}$  лет; содержание в природной смеси изотопов лютеция 2,6%, тип излучения  $\beta^-$ ,  $\gamma$ ; энергия излучения: 0,215 МэВ ( $\beta^-$ ), 0,180 МэВ ( $\gamma$ ), 0,270 МэВ ( $\gamma$ ). Измерения проводят при помощи торцового счетчика Гейгера — Мюллера с окном толщиной 2 мг/см<sup>2</sup>. Геометрический коэффициент равен 0,3. В качестве подложки используют диски из тантала толщиной 1 мм. Фон составляет 20 имп/мин. Надежно можно измерять скорость счета препарата, вдвое меньшую, чем фон.

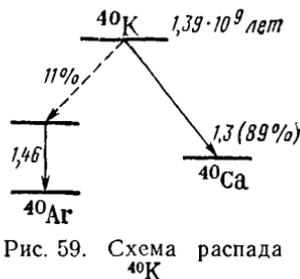


Рис. 59. Схема распада  $^{40}\text{K}$

129. В распоряжении экспериментатора имеется цилиндрический счетчик Гейгера — Мюллера с толщиной стенок 60 мг/см<sup>2</sup>. Порошковую пробу анализируемого вещества, содержащего калий, помещали в кювету площадью 40 см<sup>2</sup>, распределяя вещество равномерным слоем. Кювету располагали в измерительном домике таким образом, что геометрический коэффициент составлял 0,19. Скорость счета пробы массой 20 г оказалась равна (за вычетом фона) 95 имп/мин. Рассчитайте процентное содержание калия в анализируемой пробе.

130. Анализируемый раствор содержал природную смесь изотопов урана в равновесии с короткоживущими продуктами распада. Активность препарата, приготовленного из 0,45 мл анализируемого раствора, измеряли с помощью счетчика Гейгера — Мюллера, толщина стенок которого 60 мг/см<sup>2</sup>. Скорость счета препарата при геометрическом коэффициенте, равном 0,22, составила 200 имп/мин (без фона). Полагая, что эффектами самоослабления, ослабления в воздухе и обратного рассеяния излучения можно пренебречь, определите концентрацию урана (г/л) в анализируемом растворе.

131. Вычислите процентное содержание урана в пробе, если при измерении  $\beta$ -насыщенных слоев образцового и анализируемого веществ были зарегистрированы скорости счета (без фона) 980 и 1250 имп/мин соответственно. Содержание урана в образцовом веществе составляет 8%.

132. Определение калия по  $\beta$ -излучению  $^{40}\text{K}$  в порошковых пробах хлоридов проводили методом относительных измерений. Скорости счета (без фона) трех образцовых препаратов, содержавших 1,0, 1,5 и 2,0% калия, были равны соответственно 240, 340 и 436 имп/мин. Измеренные в тех же условиях скорости счета трех препаратов, которые были приготовлены из анализируемой пробы, за вычетом фона составляли 333, 362, 345 имп/мин. Толщина всех измеряемых препаратов была выше слоя насыщения для  $\beta$ -излучения  $^{40}\text{K}$ . Найдите процентное содержание калия в анализируемой пробе.

133. Для определения содержания тория в руде проводили относительные измерения по  $\gamma$ -излучению. Скорости счета (вместе с фоном) препарата, приготовленного из 12,5 г образцового вещества с содержанием тория 0,8%, были равны 1200 имп/мин, а скорость счета препарата, приготовленного из 7,8 г анализируемого вещества, составляла 4850 имп/мин. Фон радиометрической установки 70 имп/мин. Найдите процентное содержание тория в анализируемой пробе.

134. Если по содержанию урана и общему химическому составу образцовое вещество значительно отличается от анализируемой пробы, то для определения урана методом относительных измерений смешивают известные количества

образцового и анализируемого веществ с каким-нибудь неактивным наполнителем (например, с измельченным известняком). 0,5 г образцового вещества, содержащего 53% урана, смешали с 15 г наполнителя, а 1 г анализируемого вещества — с 2 г наполнителя. Регистрируемые активности обеих смесей (без фона) были равны соответственно 6450 и 1760 имп/мин. Рассчитайте процентное содержание урана в анализируемом веществе.

135. Методом относительных измерений определяли торий по торону. Активность воздуха, продуваемого через барботеры с образцовым раствором, содержащим 0,027 г тория, и с анализируемым раствором, измеряли с помощью сцинтилляционного счетчика; она оказалась равной (за вычетом фона) 676 и 1245 имп/мин соответственно. Найдите содержание тория в анализируемом растворе.

136. Рассчитайте чувствительность определения изотопа  $^{60}\text{Co}$ , если коэффициент регистрации излучения  $^{60}\text{Co}$  на используемой радиометрической установке 0,2, а активность, которую можно измерить достаточно надежно, равна 25 имп/мин (над фоном). Сравните полученный результат с чувствительностью определения кобальта, меченного изотопом  $^{60}\text{Co}$ , если при тех же условиях измерения удельная активность вещества (в расчете на элемент) равна 25 мКи/г.

137. Определите, какое минимальное количество углерода, серы и брома может быть обнаружено, если для проведения анализов используются вещества, меченные радиоактивными изотопами  $^{14}\text{C}$ ,  $^{35}\text{S}$  и  $^{82}\text{Br}$  соответственно, причем регистрируемая удельная активность в каждом случае составляет  $10^6$  имп/мин · г элемента, а скорость счета, которую можно достаточно надежно измерить, равна 50 имп/мин.

138. Оцените чувствительность определения углерода (меченного радиоактивным изотопом  $^{14}\text{C}$ ), серы (меченной изотопом  $^{35}\text{S}$ ) и брома (меченной изотопом  $^{82}\text{Br}$ ), если для измерения активности используется торцовый счетчик с диаметром окна 30 мм и толщиной слюды 3 мг/см<sup>2</sup>. Препараты, которые можно рассматривать как «точечные», расположены на расстоянии 40 мм от окна счетчика. В качестве подложек используются тонкие органические пленки. Удельная активность в каждом случае 0,25 мКи/г элемента, а регистрируемая активность, которую можно надежно измерить, равна 50 имп/мин.

139. Ставится задача определения количества меди в растворах, содержащих  $\sim 10^{-5}$  г меди в 1 л, с помощью  $^{64}\text{Cu}$ . Для измерения активности располагают установкой с коэффициентом регистрации 0,04. Предполагается измерять активность 10 мл раствора. Для надежной регистрации минимальная регистрируемая активность должна быть не меньше 100 имп/мин. Рассчитайте минимальное значение удельной активности: а) в имп/мин · мл и б) в мКи/г меди.

140. Для оценки методом радиоактивных индикаторов толщины цинкового электролитического покрытия на металлических дисках диаметром 12 мм использовался раствор  $^{65}\text{ZnCl}_2$  без носителя с объемной удельной активностью 864 000 имп/мин · мл. Перед электролизом к 20 мл электролита (0,1 н. по отношению к цинку) добавили 0,1 мл радиоактивного раствора  $^{65}\text{ZnCl}_2$ . После электролиза несколько раз измерили активность диска. Среднее регистрируемое значение скорости счета составило 498 имп/мин. Все измерения активности проводились в идентичных условиях. Определите толщину покрытия (плотность цинка 7,0 г/см<sup>3</sup>).

141. Для определения степени сосаждения циркония с сульфидом висмута к раствору, содержащему 20 ммоль висмута, прибавили  $^{95}\text{ZrCl}_4$  с удельной активностью 738 000 имп/мин · моль. После пропускания сероводорода в кислой (3 н. HCl) среде в осадке обнаружена активность, равная 2952 имп/мин. Определите отношение циркония и висмута в осадке, полагая, что висмут осажден количественно.

142. С помощью радиоактивного изотопа  $^{65}\text{Zn}$  контролировали степень очистки некоторой соли от примеси цинка. Цинк удаляли из раствора соли путем сосаждения с коллектором. К исходному раствору прибавили 1 мл 0,0232 М раствора  $^{65}\text{ZnCl}_2$  с удельной активностью  $8,6 \cdot 10^8$  имп/мин · моль. После удаления цинка активность раствора составила  $I_p = 18$  имп/мин (без фона). Определите, во сколько раз уменьшилось содержание цинка в растворе.

143. При анализе методом изотопного разбавления раствора, содержащего ионы стронция, к раствору добавили 1,5 мл 0,2 М раствора  $^{89}\text{SrCl}_2$  с удель-

ной активностью  $2,7 \cdot 10^6$  имп/мин · моль. Осадив часть стронция в виде сульфата, нашли, что удельная активность полученного осадка равна  $9,3 \cdot 10^5$  имп/мин · моль. Определите количество стронция в анализируемой пробе.

144. Для определения кобальта методом изотопного разбавления в стаканы № 1 и 2 поместили 2 и 5 мл пробы соответственно. В стакан № 3 прибавили 10 мл 0,2 н.  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ , меченного  $^{59}\text{Co}$ , с объемной удельной активностью 630 имп/мин · мл. Этот же раствор и в том же количестве был прибавлен в стакан № 1 и 2. В стакан № 3 по каплям добавляли 1%-ный спиртовой раствор диметилглиоксима и нашли объем, необходимый для полного осаждения металла. Точно такие же объемы реагента прибавили в стаканы № 1 и 2. Найдите нормальность раствора кобальта, если активности осадков, выделенных из стаканов № 1, 2, 3, составили соответственно, 2100, 1033 и 6300 имп/мин.

145. К раствору, содержащему неизвестное количество  $\text{NaI}$ , прибавили 0,1 мл 0,01 н.  $\text{Na}^{131}\text{I}$  с объемной удельной активностью 3 240 000 имп/мин · мл и 5 мл 0,01 н.  $\text{AgNO}_3$ . Активность осадка составила 2760 имп/мин. Определите массу  $\text{NaI}$  в пробе, если известно, что иодид-ион выделен не полностью.

146. Для определения содержания нафталина в угле к 10 г пробы прибавили 10 мг нафталина, меченного  $^{14}\text{C}$ , с общей активностью  $10^6$  имп/мин. После нагревания в замкнутом объеме и тщательного перемешивания смеси из нее выделили часть нафталина массой 120 мг и активностью 240 000 имп/мин. Определите процентное содержание нафталина в угле.

147. Определите массу бария в сплаве его со стронцием на основании данных анализа методом изотопного разбавления. К раствору анализируемой смеси бария и стронция (стакан № 1) было прибавлено некоторое количество раствора  $^{133}\text{Ba}$  без носителя. Такой же объем радиоактивного раствора был добавлен к смеси, содержащей 2 мл 0,5 н.  $\text{BaCl}_2$  и некоторое количество  $\text{Sr}$  (стакан № 2). Из каждого раствора была выделена часть бария в виде хромата. При этом массы осадков составили 100 и 161 мг, а их активности оказались равны 940 и 1240 имп/мин, соответственно.

148. Для определения содержания иодид-ионов в растворе методом изотопного разбавления к 10 мл анализируемого раствора прибавили 1 мл раствора,  $^{131}\text{I}$  без носителя. Такой же объем активного раствора прилили в другой стакан, содержащий 10 мл 0,05 н.  $\text{NaI}$ . К обоим растворам прилили по 4 мл 0,05 н.  $\text{AgNO}_3$ . Активность отфильтрованных осадков оказалась равной, соответственно, 4200 имп/мин и 8820 имп/мин. Найдите нормальность анализируемого раствора, учитывая, что иодид-ион в исследуемой пробе осажден не полностью.

149. Для определения церия методом изотопного разбавления отобрали 3 пробы раствора по 10 мл, добавили в каждую по 1 мл раствора  $^{141}\text{Ce}$  (количеством носителя в растворе  $^{141}\text{Ce}$  практически можно пренебречь) и осадили церий в виде оксалата, прибавив 1,2 и 10 мл 0,3 н. щавелевой кислоты. Для определения величины добавленной активности к раствору, содержащему 20 мг-экв церия, прилили 1 мл того же раствора  $^{141}\text{Ce}$  и 3 мл 0,3 н. раствора щавелевой кислоты. Определите среднее содержание церия в пробе, если активности осадков, полученных при использовании 1, 2, 3 и 10 мл осадителя, равны, соответственно, 1220, 2408, 1560 и 3180 имп/мин (без фона).

150. Для определения количества сульфат-иона к раствору прибавили 100 мг  $\text{BaCl}_2$ , осадок  $\text{BaSO}_4$  отфильтровали и к фильтрату прибавили 100 мг радиоактивного  $\text{BaCl}_2$ , содержащего  $^{140}\text{Ba}$  (очищенный от дочернего  $^{140}\text{La}$ ) общей активностью 6650 имп/мин. Из полученного раствора выделили часть  $\text{BaSO}_4$ . Измерения показали, что активность 20 мг этого осадка составляет 618 имп/мин. Определите содержание сульфат-ионов в исходном растворе.

151. К двум одинаковым объемам анализируемого раствора церия добавили соответственно 3 и 5 мл раствора  $^{144}\text{CeCl}_3$ , содержащего 20 мкг церия в 1 мл. Прибавлением одинакового, но недостаточного для полного осаждения церия количества плавиковой кислоты выделили осадки, активность которых (измеренная спустя 3 ч после выделения) составила 3350 и 4870 имп/мин. Определите содержание церия в пробе.

152. Для определения магния его осадили 10 мл 0,1 н.  $(\text{NH}_4)_2\text{H}_3\text{PO}_4$  с удельной активностью 1000 имп/мин · мг фосфора. Отношение  $\text{Mg} : \text{PO}_4$

в осадке равно 1 : 1. Активность фильтра оказалась равной 16 600 имп/мин. Определите массу магния в растворе.

153. К раствору соли бария объемом 10 мл прибавили 10 мл 0,01 М.  $\text{Na}_2^{35}\text{SO}_4$  с объемной удельной активностью 2400 имп/мин·мл. Активность 2 мл фильтрата, отделенного от осадка, составила 1440 имп/мин. Определите молярную концентрацию бария в анализируемом растворе.

154. Проводили определение титана методом радиометрического титрования. Анализируемый раствор содержал Ti (IV), меченный изотопом  $^{51}\text{Ti}$ , с объемной удельной активностью 2870 имп/мин·мл. К 10 мл этого раствора добавили 2,7 мл 0,05 н.  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ . Активность 1 мл раствора, полученного после отделения осадка, 1650 имп/мин (в значения регистрируемой активности введены поправки на фон). Рассчитайте содержание титана в анализируемой пробе.

155. В две центрифужные пробирки внесено по 3 мл анализируемого раствора  $\text{AgNO}_3$  и прибавлено в первую 3, а во вторую 6 мл 0,2 н.  $\text{Na}^{131}\text{I}$ . Объем растворов доведен водой до 10 мл. Осадки отцентрифугированы и из каждой пробирки отобраны пробы раствора объемом по 1 мл. Среднее значение активности проб составило (за вычетом фона) 920 и 3760 имп/мин соответственно. Определите концентрацию раствора  $\text{AgNO}_3$ .

156. Проводили радиометрическое титрование ртути, меченной изотопом  $^{203}\text{Hg}$ , раствором диэтилдитиокарбамата натрия ( $\text{NaL}$ ) в слабокислой среде, встряхивая порции по 10 мл анализируемого раствора с равным объемом органической фазы. Органическую фазу готовили смешиванием титрованного раствора  $\text{NaL}$  (0,37 моль/л) в  $\text{CCl}_4$  с  $\text{CCl}_4$  таким образом, чтобы общий объем органической фазы в каждом опыте составлял 10 мл. Продукт реакции  $^{203}\text{HgL}_2$  накапливался в органической фазе. Получены следующие результаты:

Объем титрованного раствора Диэтилдитиокарбамата натрия, мл	Активность фаз, имп/мин (без фона)	
	органической	водной
1	900	2020
2	1740	1254
3	2664	341
4	2996	0
5	3020	0
6	3002	0

Определите точку эквивалентности на основании данных измерения активности органической и водной фазы и рассчитайте содержание ртути (в г) в анализируемой пробе.

157. Рассчитайте чувствительность определения меди методом нейтронного активационного анализа при облучении образца потоком нейтронов  $4,3 \cdot 10^{11}$  нейтронов/см<sup>2</sup>·с, если с помощью имеющейся аппаратуры можно надежно регистрировать активность порядка  $3 \cdot 10^{-4}$  мкКи. В природной смеси изотопов меди содержится  $^{63}\text{Cu}$  (69,09%) и  $^{65}\text{Cu}$  (30,91%), а эффективные сечения ( $n, \gamma$ )-реакций для этих изотопов составляют соответственно 4,3 и 2,1 барна. Периоды полураспада образующихся изотопов  $^{64}\text{Cu}$  и  $^{66}\text{Cu}$  соответственно равны 12,8 ч и 5,1 мин.

158. Оцените отношение регистрируемых активностей радиоактивных изотопов натрия, рубидия и цезия, образующихся при облучении нейтронами в течение месяца металлического натрия, содержащего 10<sup>-4</sup>% рубидия и 10<sup>-7</sup>% цезия. Поток нейтронов составляет 10<sup>13</sup> нейтронов /см<sup>2</sup>·с. Минимальная активность, которую можно надежно зарегистрировать, равна 45 имп/мин, коэффициент регистрации — 0,1.

159. Для активационного анализа диспрозия облучили нейтронами два образцовых и один анализируемый препарат. Активности образовавшегося изотопа  $^{165}\text{Dy}$  ( $T_{1/2} = 2,36$  ч), приведенные к одинаковому моменту времени, составили:

Препарат	Содержание диспрозия, г	Активность, имп/мин
№ 1	1,0	1830
№ 2	0,01	170
Анализируемый	x	540

Определите содержание диспрозия в анализируемом препарате.

160. Для определения содержания  $Q_x$  европия в окиси гадолиния измерены активности анализируемого и образцовых препаратов равной массы. Получены следующие значения скоростей счета  $I$ , отнесенные к одинаковому моменту времени:

Содержание европия $Q$ ,									
%	$Q_x$	0,002	0,010	0,027	0,046	0,060	0,077	0,10	
$I$ , имп/мин	620	75	180	460	850	980	1290	1380	

Найдите процентное содержание европия в анализируемой пробе.

161. Для определения содержания серебра в старинной монете ее облучали тепловыми нейтронами в течение 10 мин. Предварительно было установлено, что возбужденная активность принадлежит изотопу  $^{108}\text{Ag}$  с  $T_{1/2} = 2,3$  мин. Измерение начали через 3 мин после конца облучения, продолжительность измерения составляла 5 мин, общее число зарегистрированных импульсов (без фона) было равно 4560. В тех же условиях был облучен образцовый препарат с содержанием серебра 12,4%. Измерение было начато через 3 мин после окончания облучения и продолжалось 4 мин; всего было зарегистрировано 2370 имп (без фона). Определите содержание серебра и в монете.

162. Для определения примеси молибдена в двуокиси германия анализируемую пробу и образец сравнения, содержащий 8,6 мкг Мо, облучали нейтронами в одинаковых условиях. Облученные препараты растворили и для определения радиоактивности молибдена воспользовались методом изотопного разбавления. Для этого к растворам прибавили по 100 мг Мо и выделили часть молибдена добавлением  $\alpha$ -бензоиноксима и азотной кислоты. Активность и масса выделенных препаратов приведены в таблице:

Облученный объект	Содержание Мо, мкг	Масса молибдена в выделенном препарате, мг	Активность выделенной части молибдена, имп/мин
Анализируемая проба . . .	$m_x$	45	6400
Образец сравнения . . .	8,6	62	5740

Рассчитайте массу молибдена в анализируемой пробе.

163. При определении бора по поглощению нейтронов найдено, что ослабление потока нейтронов, проходящего через образцовый препарат с содержанием бора 0,6 г, составляет 0,72, а ослабление потока нейтронов, проходящего через анализируемый препарат, равно 0,58. Найдите массу бора в анализируемом препарате.

164. Определение содержания железа в руде проводили методом обратного рассеяния  $\beta$ -излучения. Скорость счета образцового препарата, содержащего 5,8% железа, составила 4200 имп/мин, а анализируемой пробы — 5760 имп/мин. Полагая на этом участке линейную зависимость скорости счета от содержания железа  $Q$ , определите  $Q_x$  для анализируемой пробы.

## 8. Применение радиоактивных изотопов в неорганической, физической и органической химии

165. Для определения растворимости  $\text{SrMoO}_4$  в воде при  $17^\circ\text{C}$  использовали препарат, меченный изотопом  $^{89}\text{Sr}$ , с удельной активностью  $1,3 \cdot 10^7$  имп/мин · г. После установления равновесия в растворе оказалось, что активность  $^{89}\text{SrMoO}_4$ , содержащегося в 2 мл, составляет 5280 имп/мин. Измерения активности  $\text{SrMoO}_4$ , находившегося в растворе, проводили в тех же условиях, что и измерения активности исходного вещества, но по истечении 16 дней. Найдите молярную растворимость  $\text{SrMoO}_4$  в воде при  $17^\circ\text{C}$ .

166. Для определения растворимости  $\text{CaF}_2$  в воде предполагается использовать осадок, полученный из  $\text{CaCl}_2$ , который содержал радиоактивный изотоп  $^{45}\text{Ca}$ . Какую минимальную массовую удельную активность должен иметь исходный  $^{45}\text{CaCl}_2$ , если ориентировочное значение растворимости  $\text{CaF}_2$   $2 \cdot 10^{-5}$  г/мл и необходимо, чтобы регистрируемая активность остатка, полученного выпариванием не более 10 мл раствора  $\text{CaF}_2$ , составляла по меньшей мере 2000 имп/мин? Коэффициент регистрации  $\phi$  равен 0,2.

167. Определение растворимости  $\text{CoS}$  в 0,1 М водном растворе  $\text{KNO}_3$  при  $18^\circ\text{C}$  проводили, используя соединение, меченное радиоактивным изотопом  $^{60}\text{Co}$ . Удельная активность взятого  $^{60}\text{CoS}$   $5,26 \cdot 10^7$  имп/мин · г. В ходе определения растворимости каждый час отбирали пробу жидкости объемом 5 мл каждая. После отделения частиц осадка измеряли активность высущенных проб в одинаковых условиях. При этом были получены следующие результаты (в порядке отбора проб): 628, 760, 850, 890, 920, 960, 1005, 1020, 985, 992, 1017 и 998 имп/мин. Какова растворимость  $\text{CoS}$  в воде (мг/мл) при указанных условиях? Определите величину произведения растворимости  $\text{CoS}$  при указанной температуре.

168. Установите, можно ли определить точное значение растворимости  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  в воде при  $25^\circ\text{C}$ , если приближенно растворимость  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  равна  $5 \cdot 10^{-7}$  г/мл, а для получения  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  предполагается использовать  $\text{FeCl}_3$ , меченный радиоактивным изотопом  $^{59}\text{Fe}$ . В продаже имеются растворы  $^{59}\text{FeCl}_3$  с содержанием иона  $\text{Fe}^{3+}$  в 1 мл не менее 3 мг и удельной активностью от 1 до 10 мКи/мл. Максимальный объем пробы для измерения активности раствора не должен превышать 10 мл. Регистрацию излучения предполагается проводить с помощью счетчика СТС-6 (толщина стенок 60 мг/см<sup>2</sup>) в условиях, когда геометрический коэффициент 0,05, а поправочные коэффициенты обратного рассеяния и самоослабления равны 1. Минимальная скорость счета каждой пробы (без фона) должна составлять 200 имп/мин.

169. Для определения растворимости  $\text{BaCO}_3$  в воде нужно синтезировать 100 мг карбоната, меченного радиоактивным изотопом  $^{140}\text{Ba}$ . Регистрационная удельная активность исходного  $^{140}\text{BaCO}_3$  должна составлять  $2 \cdot 10^6$  имп/мин · г. В распоряжении экспериментатора имеется очищенный раствор  $^{140}\text{BaCl}_2$  без носителя с удельной активностью 25 мКи/мл. Коэффициент регистрации излучения при измерении активности проб  $\phi = 0,2$ . Какое количество исходного раствора  $^{140}\text{BaCl}_2$  требуется для синтеза нужного осадка  $^{140}\text{BaCO}_3$ ? Каким путем наиболее целесообразно отобрать это количество раствора?

170. При центрифугировании, которое проводится при  $25^\circ\text{C}$ , нужно отделить от водного раствора все частицы с размером  $\geq 4 \cdot 10^{-5}$  см. Скорость центрифугирования составляет 5000 об/мин, плотность частиц  $1,042$  г/см<sup>3</sup>. Расстояние от оси вращения до поверхности раствора в центрифужной пробирке и до дна пробирки соответственно 5 и 12 см. Рассчитайте минимальное время центрифугирования, принимая во внимание, что частицы имеют шарообразную форму, вязкость раствора равна вязкости чистой воды при  $25^\circ\text{C}$  и составляет  $8,94 \cdot 10^{-3}$  пуаз, а плотность раствора  $0,998$  г/см<sup>3</sup>.

171. Рассчитайте, во сколько раз при центрифугировании минимальное время, необходимое для полного удаления из раствора частиц с размером  $\geq 3 \cdot 10^{-4}$  см, больше времени, необходимого для полного удаления из того же раствора аналогичных частиц с размером  $\geq 9 \cdot 10^{-3}$  см.

172. Проведено определение растворимости  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  в воде при  $4^\circ\text{C}$  методом Михеева, причем в качестве радиоактивного индикатора был выбран радио-

активный изотоп  $^{86}\text{Rb}$ . Из литературы известно, что  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  и  $\text{Rb}_2\text{PtCl}_6$  представляют собой изоморфные соли. Общий объем раствора составлял 200 мл. Полученные результаты измерения активности проб графически показаны на рис. 60. Используя результаты опытов, определите молярную растворимость  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  в воде при  $4^\circ\text{C}$ .

173. Для определения произведения растворимости  $\text{TlCl}$  использован радиоактивный препарат  $^{204}\text{TlCl}$  удельной активностью 520 000 имп/мин · г. В качестве растворителя применен 0,2 М  $\text{KClO}_4$  в воде. Равновесная удельная активность раствора при  $25^\circ\text{C}$  оказалась равной 1560 имп/мин · мл (без фона). Рассчитайте произведение растворимости  $\text{TlCl}$  в воде при  $25^\circ\text{C}$ .

174. Давление насыщенного пара над твердым  $\text{FeCl}_3$  при  $60^\circ\text{C}$  определяли статическим методом с использованием двухсекционной ампулы, которую по

истечении определенного времени переплавляли по перетяжке. Взятый для опытов  $\text{FeCl}_3$ , меченный радиоактивным изотопом  $^{59}\text{Fe}$ , имел удельную активность 7 · 10<sup>5</sup> имп/мин · г. Активность паров, сконденсировавшихся в отпаянной части ампулы (объем которой составлял 300 мл), оказалась равной 820 имп/мин (без фона). Рассчитайте давление пара над твердым  $\text{FeCl}_3$  при  $60^\circ\text{C}$ , приняв, что пары  $\text{FeCl}_3$  состоят при этой температуре из димерных молекул.

175. Давление насыщенных паров  $\text{I}_2$  определяли статическим методом, измеряя с помощью радиометра радиоактивное излучение, проникающее через

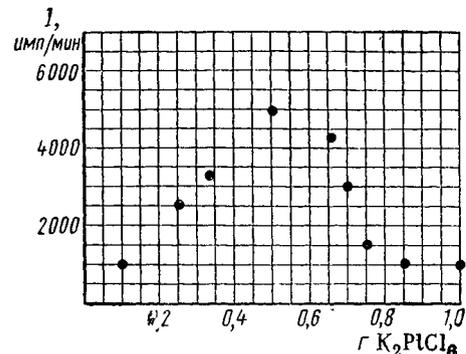


Рис. 60. Изменение активности раствора по мере добавления в него  $\text{K}_2(^{86}\text{Rb}_2)\text{PtCl}_6$

стенки нагревательной печи. В качестве радиоактивного индикатора служил изотоп  $^{131}\text{I}$ . Калибровку прибора (определение зависимости между регистрируемой активностью пара и концентрацией атомов иода в паре) проводили с помощью элементарного иода, меченного  $^{131}\text{I}$ . В ходе этих опытов в стеклянную ампулу помещали порцию иода и измеряли скорости счета, соответствующие равновесным давлением пара над твердым иодом при 60,2, 70,5, 80,5, 91,1 $^\circ\text{C}$ , которые оказались равными соответственно 67, 126, 217, и 397 имп/с (без фона). Из литературы известно, что пар над твердым иодом состоит из молекул состава  $\text{I}_2$ , а зависимость давления насыщенного пара над твердым иодом от температуры в интервале 25—95 $^\circ\text{C}$  описывается уравнением

$$\lg p \text{ (мм рт. ст.)} = 8,884 - \frac{2843}{T},$$

где  $T$  — температура, К.

В ходе дальнейших опытов в ту же ампулу помещали количество брома, точно соответствующее тому, которое было необходимо для количественного превращения иода в  $\text{I}_2$ . Для того чтобы реакция протекала полностью, ампулу 10 ч нагревали при  $50^\circ\text{C}$ . Образовавшийся  $\text{I}_2$  отгоняли на дно ампулы, укрепляли ампулу в приборе (положение ампулы в нем строго фиксировалось) и находили скорости счета, отвечающие равновесию при температурах 38,2, 46,1, 65,9 $^\circ\text{C}$ , которые оказались равными соответственно 172, 274 и 589 имп/с (в эти результаты внесены поправки на фон и на распад атомов  $^{131}\text{I}$ ). По полученным результатам рассчитайте давление паров  $\text{I}_2$  при трех указанных температурах, приняв, что пар состоит только из молекул состава  $\text{I}_2$ , а их диссоциация в указанных условиях столь мала, что ею можно пренебречь.

176. Определение давления пара над твердым цинком при  $252^\circ\text{C}$  проводили методом Кнудсена. Использованный цинк содержал радиоактивный индикатор  $^{65}\text{Zn}$  и имел удельную активность 4,6 · 10<sup>8</sup> имп/мин · г. Активность пара, испарившегося в камере за 4 ч через отверстие диаметром 4,4 · 10<sup>-2</sup> см, соста-

вила 1150 имп/мин. Коэффициент Клаузинга в данном случае равен 0,325. Рассчитайте давление пара цинка при 252° С, приняв, что его пары одноатомны.

177. Для изучения самодиффузии атомов меди на чистую поверхность монокристалла меди толщиной 2,5 см нанесли электролизом тонкий слой меди, содержащий атомы радиоактивного изотопа  $^{64}\text{Cu}$ . Образец в течение  $4,1 \cdot 10^4$  с выдерживали при 1336 К, а затем измеряли концентрацию радиоактивных атомов в слоях, расположенных на различном расстоянии от поверхности. Результаты измерений оказались следующими:

Глубина слоя, $l \cdot 10^{-2}$ см . . .	1,5	2,0	2,7	3,3	4,4	5,5
Удельная активность слоя, имп/мин·г (все результаты измерений приведены к одному моменту времени) . . . . .	750	540	320	180	45	10

Так как глубина снятых слоев значительно меньше общей толщины использованного монокристалла, можно принять, что в данном случае имеет место диффузия в полубесконечный слой. Определите по результатам опыта коэффициент самодиффузии атомов меди.

178. Капиллярным методом с использованием радиоактивного изотопа  $^{36}\text{Cl}$  определяли коэффициент самодиффузии иона  $\text{Cl}^-$  в 1 М водном растворе  $\text{LiCl}$  при 15° С. Длина использованного капилляра 2,2 см, начальная активность раствора в капилляре 8000 имп/мин, опыт продолжался 30 ч, активность раствора в капилляре по окончании опыта 3190 имп/мин. Найдите коэффициент самодиффузии иона  $\text{Cl}^-$ .

179. Капиллярным методом с использованием радиоактивного изотопа  $^{36}\text{Cl}$  предстоит определить коэффициент самодиффузии иона  $\text{Cl}^-$  в 0,5 М  $\text{CsCl}$  при 30° С. Какова должна быть минимальная продолжительность опыта, если предполагаемое значение коэффициента самодиффузии  $2 \cdot 10^{-5}$  см<sup>2</sup>/с, а в распоряжении имеются капилляры длиной 25 мм?

180. Капиллярным методом предполагается определять коэффициенты самодиффузии галогенид-ионов в водном растворе. Имеются капилляры длиной 0,8 и 4,2 см. При использовании каких капилляров минимальная продолжительность опытов будет меньшей? Во сколько раз? По каким причинам может оказаться необходимым использование капилляров, работа с которыми требует больших затрат времени?

181. В среде 0,5 н.  $\text{HCl}$  при 25° С коэффициент диффузии иона, содержавшего полоний, оказался равным  $9,2 \cdot 10^{-6}$  см<sup>2</sup>/с. Определите заряд иона, если его подвижность равна  $0,7 \cdot 10^{-3}$ .

182. В 50 мл насыщенного при 20° С водного раствора  $\text{PbI}_2$  внесли 0,53 г хорошо стабилизированного осадка  $\text{PbI}_2$  и затем добавили 1 каплю раствора  $\text{K}^{131}\text{I}$  (без носителя), активность которой  $4 \cdot 10^6$  имп/мин. Жидкости с осадком перемешивали и каждые 5 мин определяли удельные объемные активности раствора, которые оказались в порядке отбора проб): 6800, 6340, 6018, 5950, 5964, 5947, 5971, 5942 имп/мин · мл (без фона). Считая, что в изотопном обмене участвует только один поверхностный слой осадка, найдите его удельную поверхность. При расчетах плотность  $\text{PbI}_2$  примите равной 6,16 г/см<sup>3</sup>, а растворимость при 20° С —  $6,3 \cdot 10^{-4}$  г/мл.

183. Для определения поверхности осадка  $\text{Ce}(\text{IO}_3)_4$  использовали 100 мл насыщенного при 20° С водного раствора этого соединения, содержавшего радиоактивный изотоп  $^{141}\text{Ce}$ , с удельной активностью 5600 имп/мин · мл. В раствор вносили 0,35 г неактивного осадка  $\text{Ce}(\text{IO}_3)_4$  и далее суспензию перемешивали. Каждые 10 мин отбирали пробы жидкой фазы и определяли удельную активность раствора. При этом были получены следующие результаты (в порядке отбора проб): 4800, 4600, 4450, 4400, 4365, 4331, 4300, 4270 и 4235 имп/мин · мл (с учетом фона). Приняв, что в первой (быстрой) стадии обмена участвуют только ионы церия, входящие в поверхностный монослой частиц твердой фазы, определите относительную удельную поверхность использованного осадка. При расчетах растворимость  $\text{Ce}(\text{IO}_3)_4$  в воде при 20° С примите равной  $1,5 \cdot 10^{-4}$  г/мл.

184. Для определения константы устойчивости комплекса  $\text{Sr}^{2+}$  с гликолятионом  $[\text{SrGluk}]^+$  при 20° С в водном растворе использовали метод Шуберта. В ка-

честве радиоактивного индикатора брали раствор  $^{90}\text{SrCl}_2$  (без носителя). В каждом случае количество катионита, взятого для опыта, составляло 0,1 г, а объем раствора 20 мл. Для поддержания в растворе постоянной ионной силы, равной 2,0, использовали  $\text{NaClO}_4$ , нужное значение pH поддерживали с помощью раствора аммиака. При изучении распределения  $^{90}\text{Sr}$  в отсутствие комплексообразователя исходная удельная активность раствора составляла 7200 имп/мин. После добавления смолы и установления равновесия удельная активность раствора падала до 1800 имп/мин·мл. В присутствии комплексообразователя (гликолята натрия), концентрация которого 0,01 моль/л, удельная активность раствора до прибавления смолы была равна 6570 имп/мин·мл, а после добавления смолы и достижения равновесия — 1800 имп/мин·мл. Оцените из этих данных величину константы образования комплекса  $[\text{SrGluk}]^+$ .

185. Определение состава и константы образования комплекса  $\text{Ca}^{2+}$  с анионом малоновой кислоты  $\text{CH}_2(\text{COO})_2^-$  при  $20^\circ\text{C}$  и pH 8,5 проводили методом Шуберта, так как из литературных данных можно было заключить, что в данном случае образуется только один комплекс. Роль радиоактивного индикатора играл изотоп  $^{45}\text{Ca}$ . В каждом опыте использовали по 50 мл раствора и по 0,2 г катионита, взятого в натриевой форме. Для поддержания в растворе постоянной ионной силы, равной 1,0 использовали  $\text{KClO}_4$ . При изучении распределения  $^{45}\text{Ca}$  между смолой и раствором в отсутствие комплексообразователя исходная удельная активность раствора составила 6580 имп/мин·мл, а удельная активность раствора после добавления смолы и установления равновесия — 740 имп/мин·мл. В опытах с использованием комплексообразователя удельная активность исходных растворов во всех случаях была равна 7896 имп/мин·мл. Результаты измерения активности растворов после добавления смолы оказались следующими:

Концентрация малоната калия в растворе, моль/л . . . . .	0,052	0,1	0,14	0,23	0,35	0,55
Удельная активность раствора после достижения равновесия, имп/мин·мл . . . . .	1945	2634	3170	3908	4598	5378

Определите состав комплекса и величину его константы образования.

186. Для изучения комплекса цинка с ацетат-ионом при  $18^\circ\text{C}$  и pH 8,5 применили метод Шуберта, так как на основании литературных данных ожидали, что ион  $\text{Zn}^{2+}$  дает с ионом  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  только один комплекс. В качестве радиоактивной метки использовали изотоп  $^{65}\text{Zn}$ . Для создания в растворе постоянной ионной силы, равной 1,0, использовали  $\text{NaClO}_4$ , нужное значение pH устанавливали раствором аммиака. В каждом опыте брали равные объемы растворов и равные количества катионита в натриевой форме. В ходе опытов была найдена следующая зависимость доли поглощенного цинка от концентрации комплексообразователя в растворе:

Концентрация $\text{CH}_3\text{COONa}$ , моль/л . . . . .	0	0,025	0,05	0,08	0,16	0,32
Равновесная доля цинка, перешедшая на катионит из раствора (по отношению к исходному содержанию цинка в растворе), % . . . . .	86,5	74,0	64,5	56,2	41,6	27,5

На основании результатов опыта определите состав комплекса и величину его константы нестойкости.

187. Определение чисел переноса ионов в 100%-ной  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , меченной радиоактивным изотопом  $^{35}\text{S}$ , проводили в электролитической ячейке, зоны анода и катода которой были отделены от центральной зоны пористыми перегородками. До начала электролиза в зоне у анода содержалось 0,125, а в зоне у катода—

0,110 моля  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , исходная удельная активность в центральной зоне ячейки 8250 имп/мин · мл. В ходе электролиза через ячейку было пропущено 600 Кл электричества. После завершения электролиза удельные активности в анодной и катодной зонах составили (с учетом диффузии) соответственно 8 и 211 имп/мин · мл. Так как перенос радиоактивной  $^{35}\text{S}$  из центральной зоны в анодную и катодную зоны был незначительным, можно считать, что удельная активность кислоты в центральной зоне оставалась все время одинаковой. Определите числа переноса катионов и анионов, принимавших участие в электролизе.

188. Для определения числа переноса аниона в 0,132 М водном растворе  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , меченной радиоактивным изотопом  $^{32}\text{P}$ , использовали электролитическую ячейку, описанную в задаче 187. До начала электролиза в анодной зоне содержалось 20,65 ммольей  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , а удельная активность раствора в центральной зоне ячейки составляла 5000 имп/мин · мл. В ходе электролиза через ячейку было пропущено 620 Кл электричества. Удельная активность раствора в анодной зоне по окончании электролиза стала равной 100 имп/мин · мл (с учетом поправки на диффузию). Определите число переноса аниона, считая, что в ходе электролиза удельная активность раствора в центральной зоне ячейки практически не меняется.

189. В серии последовательных превращений получают меченный по углероду-14 хлорбензол. Требуется получить 30 г хлорбензола удельной активностью 0,3 мКи/г. Какова должна быть общая активность взятого для синтеза углерода-14 (в мКи), если химический выход меченого хлорбензола 67%, а радиохимический выход 63%?

190. Исходя из  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$  синтезируют пропионовую кислоту, меченную в карбоксиле углеродом-14. Скорость счета препарата, содержащего 60 мг исходного вещества, составляла 400 имп/мин. Какова будет молярная удельная активность меченой пропионовой кислоты, если выход кислоты 70%?

191. Для изучения механизма окисления использовали фумаровую кислоту, меченную углеродом-14 в обоих карбоксилах, причем удельная активность карбоксильного углерода составляла 4000 имп/мин на 1 мг углерода. В результате окисления фумаровой кислоты  $\text{KMnO}_4$  получили окись углерода удельной активностью 2665 имп/мин на 1 мг углерода, воду и неактивную органическую кислоту. На основании полученных данных определите место разрыва связей в исходной молекуле и укажите, какая органическая кислота образуется при окислении фумаровой кислоты.

192. 4,65 г пропионовой кислоты, меченной углеродом-14, были подвергнуты окислению  $\text{KMnO}_4$  в щелочном растворе. По окончании реакции оксидативные осадки в форме  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ , а  $\text{CO}_2$  поглотили раствором  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ . Скорость счета препарата  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  массой 10,7 мг составила 1400 имп/мин, а скорость счета препарата  $\text{BaCO}_3$  массой 16,4 мг — 600 имп/мин. Какова вероятность разрыва связи  $\text{CH}_2 - \text{COO}$  в молекуле пропионовой кислоты при окислении в щелочной среде?

## 9. Обработка результатов измерения радиоактивности

193. Истинное значение регистрируемой скорости счета (имп/мин) равно 1230, а среднее квадратическое отклонение — 35. Найдите границы такого симметричного интервала, в который результат отдельного измерения может попасть с вероятностью 0,99.

194. Определите границы симметричного интервала, за пределами которого при многократном повторении наблюдений может оказаться лишь 10% результатов, если известно, что истинное значение скорости счета фона 25 имп/мин, а среднее квадратическое отклонение равно 5.

195. Было выполнено 10 измерений регистрируемой активности препарата продолжительностью по 1 мин и получены следующие значения скоростей счета: 1332; 1318; 1367; 1349; 1420; 1389; 1296; 1328; 1350; 1314 имп/мин. Рассчитайте для этой выборки среднее арифметическое, выборочную дисперсию и соответствующее ей среднее квадратическое отклонение, а также среднее квадрати-

ческое отклонение, обусловленное статистическим характером радиоактивного распада. Сопоставьте последнее значение с приближенными значениями  $\sigma_{\text{Пюассона}}$ , которые можно вычислить по данным отдельных измерений.

196. Из одного и того же радиоактивного раствора были приготовлены четыре одинаковых радиоактивных препарата. Их измерения, проводившиеся в идентичных условиях (каждый препарат измерялся 2 мин), дали следующие значения скоростей счета: 731, 755, 864, 778 имп/мин. Рассчитайте относительное выборочное квадратическое отклонение, характеризующее суммарное рассеяние результатов эксперимента, и относительное квадратическое отклонение, обусловленное флуктуациями числа распадающихся ядер.

197. Известно, что рассеяние результатов при регистрации радиоактивности обусловлено только статистическим характером распада, а среднее число импульсов, регистрируемых детектором за время  $t$  (малое по сравнению с периодом полураспада измеряемого изотопа), равно 10. Рассчитайте вероятность того, что число импульсов  $N$ , сосчитанных за время отдельного измерения, будет не более 4.

198. Рассчитайте суммарную скорость счета препарата с фоном и скорость счета фона, а также соответствующие значения абсолютных и относительных квадратических флуктуаций, если при измерении препарата с фоном за 5 мин было зарегистрировано 2735 имп, а при измерении фона — 373 имп за 15 мин.

199. При измерении фона в течение 10 мин было зарегистрировано 312 имп. Найдите доверительный интервал для истинного значения скорости счета фона при доверительной вероятности  $\gamma = 0,99$ , если известно, что распределение числа регистрируемых прибором импульсов подчиняется закону Пуассона.

200. Изучая счетную характеристику детектора ядерных частиц, изменяли напряжение через 25 В и при каждом значении напряжения в течение 1 мин измеряли регистрируемую активность образца. На участке плато (400—500 В) были получены следующие результаты, соответствующие возрастающим значениям напряжения: 4320; 4380; 4300; 4230; 4290 имп/мин. Рассчитайте и нанесите на график доверительные интервалы для истинных значений скоростей счета при 95%-ной доверительной вероятности. Можно ли считать истинную скорость счета на плато постоянной?

201. Результаты определения железа в присутствии алюминия и хрома методом изотопного разбавления следующие: 79,4; 78,9; 85,6; 87,9; 80,6 мг  $\text{FeCl}_3$ . Найдите абсолютное и относительное отклонение среднего при 95%-ной доверительной вероятности.

202. При определении геометрического коэффициента счетной установки с помощью различных эталонных образцов получены значения: 0,052; 0,048; 0,051; 0,053. Каким образом следует записать результат измерений, если принятый уровень доверительной вероятности равен 0,95?

203. По данным задач 195 и 196 проверьте, подчиняются ли результаты измерений распределению Пуассона, и постройте доверительные интервалы для средних значений скоростей счета, совместимые с результатами эксперимента при 95%-ной доверительной вероятности.

204. Проведено 20 измерений скорости счета препарата продолжительностью по 1 мин. Получены следующие результаты: 361; 377; 436; 405; 378; 371; 372; 351; 339; 385; 380; 351; 381; 378; 370; 361; 337; 354; 346; 359 имп/мин. Рассчитайте доверительный интервал для среднего значения скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma = 0,99$ .

205. На основании данных, приведенных в задаче 198, определите скорость счета препарата за вычетом фона и абсолютную квадратическую флуктуацию этой величины.

206. С какой относительной погрешностью (соответствующей 95%-ной доверительной вероятности) будет измерен препарат со скоростью счета 10 имп/мин при фоне 20 имп/мин, если каждое измерение препарата с фоном и фона проводилось в течение 20 мин?

207. При измерении фона в течение 7 мин было зарегистрировано 308 имп, а при измерении препарата вместе с фоном — 4284 имп за 17 мин. Рассчитайте, чему равна скорость счета препарата без фона, а также абсолютную и относительную флуктуации скорости счета препарата при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$ .

208. Найдите отношение регистрируемых активностей двух образцов, а также погрешность этого отношения, соответствующую 95%-ной доверительной вероятности, если скорость счета первого образца вместе с фоном измерялась в течение 15 мин и оказалась равной 375 имп/мин, скорость счета второго образца с фоном измерялась в течение 3 мин и составила 1009 имп/мин. При измерении фона в течение 5 мин была получена скорость счета 31 имп/мин.

209. Для определения объемной удельной активности исходного раствора использовали образец, приготовленный из 0,28 мл раствора, разбавленного в  $10^4$  раз. При измерении этого образца на 4л-счетчике в течение 15 мин было зарегистрировано 8287 имп, а при измерении фона — 130 имп за 4 мин. Далее из исходного раствора отбирали по 0,20 мл для приготовления образцовых радиоактивных препаратов. Рассчитайте, с какой точностью (при 95%-ной доверительной вероятности) будет установлена абсолютная активность образцовых препаратов, если принять, что относительная погрешность отбора проб при  $\gamma = 0,95$  не превышает 2% и погрешностью разведения можно пренебречь.

210. Проверьте, оптимальным ли образом выбрана продолжительность измерений в опытах, результаты которых приведены в задачах 198 и 207.

211. Определите оптимальную продолжительность измерений препарата с фоном и фона, если суммарная скорость счета препарата с фоном приблизительно 1300 имп/мин, скорость счета фона равна примерно 30 имп/мин, а относительная флуктуация результата при 95%-ной доверительной вероятности не должна превышать 2%.

212. Фон установки колеблется около 25 имп/мин. Рассчитайте продолжительность измерений препарата с фоном и фона, необходимую для того, чтобы получить результат с точностью 1% при доверительной вероятности  $\gamma = 0,95$ , если скорость счета препарата а) 25 имп/мин; б) 100 имп/мин; в) 1000 имп/мин.

213. Скорость счета препарата 1000 имп/мин при уровне фона 50 имп/мин. Рассчитайте оптимальную продолжительность измерений, если при доверительной вероятности  $\gamma = 0,99$  требуется получить значения скорости счета препарата за вычетом фона с точностью а) 1%; б) 2%; в) 5%.

214. Получены следующие значения суммарной скорости счета препарата с фоном  $I_c$ , и скорости счета фона  $I_\phi$  в зависимости от напряжения дискриминации  $U_d$ :

$U_d$ , В . . . . .	13	23	27	44	56
$I_c$ (имп/мин) . . . . .	38 606	38 617	37 354	29 941	26 885
$I_\phi$ (имп/мин) . . . . .	778	125	122	96	76

Найдите оптимальное значение порога дискриминации.

215. При изучении условий работы сцинтилляционного счетчика варьировали напряжение на ФЭУ, коэффициент усиления и уровень дискриминации. На основании приведенных ниже результатов выберите рабочий режим.

Напряжение на ФЭУ, В	Уровень дискриминации, В	Коэффициент усиления	$I_c$ , имп/мин	$I_\phi$ , имп/мин
950	5	50	20 930	230
950	5	500	38 660	860
950	15	50	300	80
950	15	500	29 880	310
1050	5	50	33 300	350
1050	5	500	86 480	49 860
1050	15	50	13 700	210
1050	15	500	37 400	520

216. При выполнении активационного анализа образца, содержащего марганец, были получены следующие данные:

Время от момента снятия с облучения, мин . . . . .	21	40	59	78	97
Скорость счета, имп/мин . . . . .	437	398	370	340	313

Рассчитайте период полураспада образовавшегося изотопа и величину регистрируемой активности в момент снятия с облучения, а также погрешности определения этих величин, соответствующие 95%-ной доверительной вероятности.

217. Исследовали давление насыщенного пара  $p$  двуокиси ниобия, используя радиоактивный индикатор  $^{95}\text{Nb}$ . Получены следующие значения  $p$  в зависимости от температуры  $T$ :

$T$ , К . . . . .	1761	1817	1863	1999	
$p$ , мм рт.ст . . . . .	$1,03 \cdot 10^{-6}$	$4,41 \cdot 10^{-6}$	$2,06 \cdot 10^{-5}$	$4,05 \cdot 10^{-5}$	
$T$ , К . . . . .	1935	1965	1996	2037	2067
$p$ , мм рт.ст . . . . .	$7,32 \cdot 10^{-5}$	$1,19 \cdot 10^{-4}$	$2,85 \cdot 10^{-4}$	$8,41 \cdot 10^{-4}$	$1,18 \cdot 10^{-3}$

Определите параметры уравнения  $\lg p = a + \frac{b}{T}$  и соответствующие погрешности при 95%-ной доверительной вероятности.

218. В литературе описаны три критерия выбора оптимального режима радиометрической аппаратуры. Предполагается, что оптимальный режим представляет собой такую совокупность радиотехнических характеристик аппаратуры, при которой достигает максимального значения одна из следующих функций:

$$K_1 = \frac{I}{I_{\Phi}}, \quad K_2 = \frac{I^2}{I_{\Phi}}, \quad K_3 = (\sqrt{I_c} - \sqrt{I_{\Phi}})^2,$$

где  $I$  определяется как разность скорости счета препарата с фоном  $I_c$  и скорости счета фона  $I_{\Phi}$ .

Рассчитайте значения относительных погрешностей каждой из указанных функций при 95%-ной доверительной вероятности для случаев: а)  $I = 1000$ ,  $I_{\Phi} = 100$  и б)  $I = 1000$ ,  $I_{\Phi} = 10$ . При вычислениях можно предполагать, что рассеяние результатов измерения обусловлено лишь статистическим характером радиоактивного распада, а продолжительность измерений препарата с фоном и фона в каждом случае равна 1 мин.

219. Активационный анализ может быть выполнен абсолютным или относительным способом. При абсолютном варианте активационного анализа массу определяемого элемента рассчитывают по формуле

$$m = \frac{I A_{\Gamma-\text{ат}} 100}{N_{\Lambda} q \varphi \Phi_0 \sigma (1 - e^{-\lambda t_1}) e^{-\lambda t_2}},$$

где  $I$  — значение регистрируемой активности облученного образца;  $\varphi$  — коэффициент регистрации;  $A_{\Gamma-\text{ат}}$  — грамм-атомная масса активированного изотопа;  $N_{\Lambda}$  — число Авогадро;  $q$  — процентное содержание активированного изотопа в природной смеси изотопов, образующих данный элемент;  $\Phi_0$  — поток бомбардирующих частиц;  $\sigma$  — эффективное сечение ядерной реакции;  $\lambda$  — постоянная распада активированного изотопа;  $t_1$  — продолжительность облучения;  $t_2$  — время между окончанием облучения и измерением образца.

При проведении активационного анализа относительным способом количество определяемого элемента находят по формуле

$$m = \frac{I}{I_{\text{ст}}} m_{\text{ст}},$$

где  $m_{ст}$  — содержание элемента в стандартном образце, облучаемом в месте с анализируемым;  $I$  и  $I_{ст}$  — регистрируемые активности анализируемого и стандартного образцов.

Некоторые (далеко не все) погрешности, которые могут отягощать результаты активационного анализа, приведены в таблице:

Источник погрешности	Относительная погрешность при 95%-ной доверительной вероятности, %	Источник погрешности	Относительная погрешность при 95%-ной доверительной вероятности, %
Масса анализируемой пробы	1	Постоянная распада образующегося изотопа	До 10
Масса стандартного образца	2	Продолжительность облучения (<1 мин)	3
Величина потока нейтронов	5	Калибровка счетчика	3
Эффективное сечение ядерной реакции	До 30	Измерение скорости счета	4

Пользуясь данными таблицы, найдите относительные погрешности определения процентного содержания элемента в пробе, соответствующие 95%-ной доверительной вероятности, для: а) относительного варианта активационного анализа; б) абсолютного варианта, если время облучения  $t_1$  очень велико по сравнению с периодом полураспада  $T_{1/2}$  образующегося изотопа (например,  $t_1 > 10 T_{1/2}$ ); в) абсолютного варианта, если время облучения  $t_1 < 1$  мин и мало по сравнению с  $T_{1/2}$ . Предполагается что измерение активности образцов проводится в момент окончания облучения.

220. Требуется, чтобы относительная флуктуация скорости счета препарата при 95%-ной доверительной вероятности не превышала 3%, а общее время измерения препарата с фоном и фона было не более 5 мин. Рассчитайте, какими должны быть скорости счета измеряемого препарата в тех случаях, когда фон составляет 30; 300; 3000 имп/мин.

# Литература

---

## К главе 1

- Иванов В. И. Курс дозиметрии. М., Атомиздат, 1970.
- Моисеев А. А., Иванов В. И. Справочник по дозиметрии и радиационной гигиене. М., Атомиздат, 1973.
- Кимель Л. Р., Мошкович В. П. Защита от ионизирующих излучений. Справочник. М., Атомиздат, 1972.
- Нормы радиационной безопасности НРБ-69. М., Атомиздат, 1972.
- Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП-72. М., Атомиздат, 1973.
- Защитное оборудование и приспособления для работы с радиоактивными веществами. М., Госатомиздат, 1961.
- Городинский С. М. Средства индивидуальной защиты для работ с радиоактивными веществами. М., Атомиздат, 1973.
- Тарасенко Н. Ю., Ходырева М. А., Воробьев А. М. Защита и очистка кожных покровов от радиоактивных загрязнений. М., «Медицина», 1972.

## К главам 2 — 3

- Злобинский Б. М. Безопасность работ с радиоактивными веществами. М., Металлургиздат, 1961.
- Коробков В. И., Лукьянов В. Б. Методы приготовления препаратов и обработка результатов измерений радиоактивности. М., Атомиздат, 1973.
- Лукьянов В. Б. Измерение и идентификация бета-радиоактивных препаратов. М., Госатомиздат, 1963.

## К главе 4

- Коробков В. И., Лукьянов В. Б. Методы приготовления препаратов и обработка результатов измерений радиоактивности. М., Атомиздат, 1973.
- Доерфель К. Статистика в аналитической химии. М., «Мир», 1969.
- Налимов В. В. Применение математической статистики при анализе вещества. М., Физматгиз, 1960.

## К главе 5

- Лукьянов В. Б., Бердоносков С. С., Богатырев И. О., Заборенко К. Б., Иофа Б. З. Радиоактивные индикаторы в химии. Основы метода. М., «Высшая школа», 1975.
- Руководство к практическим занятиям по физическим основам радиохимии. Под ред. Ан. Н. Несмеянова. М., «Химия», 1971.

Руководство к практическим занятиям по радиохимии. Под ред. Ан. Н. Несмеянова. М., «Химия», 1968.

Лабораторные работы по радиохимии. Под ред. И. А. Коршунова. М., «Высшая школа», 1970.

Герфорт Л. и Кох Г. Практикум по радиохимии. М., ИЛ, 1963.

#### К главе 6

Лукьянов В. Б., Бердонос С. С., Богатырев И. О.,  
Заборенко К. Б., Иофа Б. З. Радиоактивные индикаторы  
в химии. Основы метода. М., «Высшая школа», 1975.

## ПРИЛОЖЕНИЯ\*

Таблица П.1

Характеристика некоторых радиоактивных изотопов\*\*

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	$^3\text{H}$ , Т	$^6\text{Li} (n, \alpha) \text{T}$ ; 70	12,26 года	$\beta^-$	0,0176	100	Нет	—
6	$^{14}\text{C}$	$^{14}\text{N} (n, p) ^{14}\text{C}$ ; 1,81	5568 лет	$\beta^-$	0,158	100	Нет	—
11	$^{22}\text{Na}$	$^{24}\text{Mg} (d, \alpha) ^{22}\text{Na}$	2,58 года	$K (11\%)$ $\beta^\pm (89\%)$	0,540	89	1,275 0,511	100 180
11	$^{24}\text{Na}$	$^{23}\text{Na} (n, \gamma) ^{24}\text{Na}$ ; 0,53	14,9 ч	$\gamma$ $\beta^-$	1,400	100	2,75 1,37	100 100
15	$^{32}\text{P}$	$^{31}\text{P} (n, \gamma) ^{32}\text{P}$ ; 0,172 $^{32}\text{S} (n, p) ^{32}\text{P}$ ; 0,154	14,5 дня	$\beta^-$	1,711	100	Нет	—
16	$^{35}\text{S}$	$^{35}\text{Cl} (n, p) ^{35}\text{S}$ ; 0,19	87 дней	$\beta^-$	0,167	100	Нет	—
17	$^{36}\text{Cl}$	$^{35}\text{Cl} (n, \gamma) ^{36}\text{Cl}$ ; 30	$3,08 \cdot 10^5$ лет	$\beta^- (98,3\%)$ $K (1,7\%)$	0,714	98,3	Нет	—
19	$^{40}\text{K}$	Естественный (0,012% в природной смеси изотопов)	$1,39 \cdot 10^9$ лет	$K (11\%)$ $\beta^- (89\%)$	1,300	89	1,46	11
19	$^{42}\text{K}$	$^{41}\text{K} (n, \gamma) ^{42}\text{K}$ ; 1,2	12,46 ч	$\beta^-$ $\gamma$	3,550 1,900	~82 ~18	1,52 Другие	18 0,4
20	$^{45}\text{Ca}$	$^{44}\text{Ca} (n, \gamma) ^{45}\text{Ca}$ ; 0,72	153 дня	$\beta^-$	0,256	100	Нет	—

\* Периодическая система элементов с обозначением массовых чисел стабильных, долгоживущих радиоактивных и важнейших искусственных радиоактивных изотопов, а также ряды радиоактивных превращений с указанием периодов полураспада отдельных изотопов приведены на форзацах книги.

\*\* В столбцах 2 и 4 в скобках указаны короткоживущие дочерние изотопы и их периоды полураспада; сведения об излучении в этих случаях относятся к равновесной смеси материнского и дочернего изотопов.

Таблица П.1 (продолжение)

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов, на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
24	$^{51}\text{Cr}$	$^{50}\text{Cr}(n, \gamma)^{51}\text{Cr}$ ; 16	27,8 дней	$K$ $\gamma$	—	—	0,325	9
25	$^{52}\text{Mn}$	$^{52}\text{Cr}(p, n)^{52}\text{Mn}$ $^{52}\text{Cr}(d, 2n)^{52}\text{Mn}$	5,7 дня	$K$ (67%) $\beta^+$ (33%) $\gamma$	0,580	33	1,434 1,332 1,246; 1,214 1,07 0,935 0,744 0,511 Другие	100 6 9 3 84 82 58 5
25	$^{56}\text{Mn}$	$^{55}\text{Mn}(n, \gamma)^{56}\text{Mn}$ ; 13	2,58 ч	$\beta^-$ $\gamma$	2,860 1,050 0,700	50 30 20	2,12 1,81 0,845 Другие	14,5 25,5 98,8 2
26	$^{59}\text{Fe}$	$^{58}\text{Fe}(n, \gamma)^{59}\text{Fe}$ ; 0,98 $^{59}\text{Co}(n, p)^{59}\text{Fe}$ ; 0,006	45,0 дня	$\beta^-$ $\gamma$	1,560 0,462 0,271	0,3 54 46	1,29 1,10 0,192 Другие	44 56 2,5 1
27	$^{58}\text{Co}$	$^{58}\text{Ni}(n, p)^{58}\text{Co}$ ; 0,225	71,3 дня	$K$ (~86%) $\beta^+$ (14,5%) $\gamma$	0,485	14,5	0,805 0,511 Другие	100 29 2
27	$^{60}\text{Co}$	$^{59}\text{Co}(n, \gamma)^{60}\text{Co}$ ; 36,6	5,27 года	$\beta^-$ $\gamma$	0,309	~100	1,333 1,172	100 99

Таблица П.1 (продолжение)

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
29	$^{64}\text{Cu}$	$^{63}\text{Cu}(n, \gamma)^{64}\text{Cu}$ ; 4,3	12,8 ч	$K$ (43%) $\beta^+$ (19%) $\beta^-$ (38%) $\gamma$	0,656 0,573	19 38	0,511	38
30	$^{65}\text{Zn}$	$^{64}\text{Zn}(n, \gamma)^{65}\text{Zn}$ ; 0,77	245 дней	$K$ (98,5%) $\beta^+$ (1,5%) $\gamma$	0,325	1,5	1,120 0,511	49 3,4
33	$^{74}\text{As}$	$^{75}\text{As}(n, 2n)^{74}\text{As}$	17,5 дня	$K$ (40,2%) $\beta^+$ (27,8%) $\beta^-$ (32%) $\gamma$	1,530 1,360 0,920 0,690	2,8 16 25 16	0,635 0,596 0,511 Другие	16 63 55 1
33	$^{76}\text{As}$	$^{76}\text{As}(n, \gamma)^{76}\text{As}$ ; 4,3	27,6 ч	$\beta^-$ $\gamma$	2,960 2,410 1,760 Другие	55 32 8 5	1,21 0,65 0,56 Другие	4,7 6,3 38 3
35	$^{82}\text{Br}$	$^{81}\text{Br}(n, \gamma)^{82}\text{Br}$ ; 3,1	36 ч	$\beta^-$ $\gamma$	0,450	100	1,478 1,320 1,041 0,828 0,780 0,700 0,617 0,554 Другие	19,3 31 30 24 80 24 42 67 1
37	$^{86}\text{Rb}$	$^{85}\text{Rb}(n, \gamma)^{86}\text{Rb}$ ; 0,91	18,7 дня	$\beta^-$ $\gamma$	1,760 0,790	91,5 9,5	1,079	9,8

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечения в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
38	$^{89}\text{Sr}$ ( $+^{89m}\text{Y}$ )	$U(n, f)^{89}\text{Sr}$	50,5 дня (16,1 с)	$\beta^-$ $\gamma$ (слабое)	1,462	~100		
38	$^{90}\text{Sr}$	$U(n, f)^{90}\text{Sr}$	28,4 года	$\beta^-$	0,535	100	Нет	—
39	$^{90}\text{Y}$	$^{90}\text{Sr} \xrightarrow{\beta^-} ^{90}\text{Y}$	64,8 ч	$\beta^-$ $\gamma$ (слабое)	2,260	~100		
39	$^{91}\text{Y}$	$U(n, f)^{91}\text{Y}$	57,5 дня	$\beta^-$ $\gamma$	1,550 0,360	99,6 0,4	1,22	0,3
40	$^{95}\text{Zr}$ ( $+^{95m}\text{Nb}$ )	$U(n, f)^{95}\text{Zr}$ $^{94}\text{Zr}(n, \gamma)^{95}\text{Zr}$ ; 0,08	65 дней (90 ч)	$\beta^-$ $\gamma$	0,888 0,396 0,364	3 43 54	0,757 0,724 0,231	43 55 2
41	$^{95}\text{Nb}$	$^{95}\text{Zr} \xrightarrow{\beta^-} ^{95}\text{Nb}$	35 дней	$\beta^-$ $\gamma$	0,162	100	0,768	100
44	$^{106}\text{Ru}$ ( $+^{106}\text{Rh}$ )	$U(n, f)^{106}\text{Ru}$	1,0 год (30 с)	$\beta^-$ $\gamma$	3,550 2,950 0,039 Другие	90 3 100 7	0,624 0,513 Другие	12 29,3 4
47	$^{110m}\text{Ag}$ ( $+^{110}\text{Ag}$ )	$^{109m}\text{Ag}(n, \gamma)^{110m}\text{Ag}$ ; 3,2	253 дней (24,5 с)	$\beta^-$ $\gamma$	2,860 2,200	82 18	1,506; 1,476 1,384	19 26

Таблица П.1 (продолжение)

Порядко- вый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полурас- пада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц, на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
					0,529 0,087	36 61	0,935 0,885 0,818 0,762; 0,742 0,705; 0,686; 0,677 0,619 0,556 0,447 Другие	29 69 8 26 31 5 95 5 2
47	$^{111}\text{Ag}$	$^{110}\text{Pd} (d, n) ^{111}\text{Ag}$	7,6 дня	$\beta^-$ $\gamma$	1,040 0,800 0,700	91 1 8	0,340 0,247	5,6 1,0
51	$^{124}\text{Sb}$	$^{123}\text{Sb} (n, \gamma) ^{124}\text{Sb}$ ; 4,44	60,9 дня	$\beta^-$ $\gamma$	2,390 1,680 1,070 0,630 0,280	22 6 4 56 12	2,088 1,690 1,450 1,370 1,047 0,969 0,723; 0,714 0,646 0,609 Другие	6,5 50 2,1 3,6 2,4 2,5 13,7 7,5 98,6 2
53	$^{131}\text{I}$	$^{130}\text{Te} (n, \gamma) ^{131}\text{Te}$ ; 0,22 $^{131}\text{Te} \xrightarrow{\beta^-} ^{131}\text{I}$ $\text{U} (n, f) ^{131}\text{I}$	8,08 дня	$\beta^-$ $\gamma$	0,812 0,610 0,340 0,250 Другие	0,7 86 9,3 2,8 1,2	0,722 0,637 0,364 0,284 0,00	3 9 78,4 5 0,7

Таблица П.1 (продолжение)

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
55	$^{134}\text{Cs}$	$^{138}\text{Cs} (n, \gamma) ^{134}\text{Cs}$ ; 30	2,2 года	$\beta^-$ $\gamma$	0,657 0,410 0,210 0,078	68 5 2 25	1,370 1,170 0,801; 0,796 0,605 0,569; 0,563 Другие	3,3 2,5 90 95 24 2
55	$^{137}\text{Cs}$ (+ $^{137m}\text{Ba}$ )	$U (n, f) ^{137}\text{Cs}$	26,6 года (2,6 мин)	$\beta^-$ $\gamma$	1,200 0,520	$\sim 8$ $\sim 92$	0,661	82,5
56	$^{138}\text{Ba}$	$^{138}\text{Cs} (d, 2n) ^{138}\text{Ba}$	7,5 года	$K$ $\gamma$	—	—	0,627 0,386; 0,356 0,301; 0,276 0,162 0,080; 0,054	6 68,6 14 3 39
56	$^{140}\text{Ba}$	$U (n, f) ^{140}\text{Ba}$	12,8 дня	$\beta^-$ $\gamma$	1,020 0,480	60 40	0,537 0,436 0,304 0,162; 0,132 0,030	25 5 4,6 6,4 16
57	$^{140}\text{La}$	$^{140}\text{Ba} \xrightarrow{\beta^-} ^{140}\text{La}$ $^{139}\text{Ba} (n, \gamma) ^{140}\text{La}$ ; 8,2	40,2 ч	$\beta^-$ $\gamma$	2,200 1,620 1,360 1,150 0,860 0,420	8 14 30 20 12 16	2,515 1,597 0,923 0,868 0,815 0,748 0,491 0,400 0,323 Другие	3,5 95 9,1 5 18,6 3,3 40 2,8 20 1

Таблица П I (продолжение)

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
58	$^{141}\text{Ce}$	$^{140}\text{Ce}(n, \gamma)^{141}\text{Ce}$ ; 0,6	33,1 дня	$\beta^-$ $\gamma$	0,591 0,447	33 67	0,142	43
58	$^{144}\text{Ce}$	$\text{U}(n, f)^{144}\text{Ce}$	285 дней	$\beta^-$ $\gamma$	0,320 0,245 0,184 Другие	60 5 30 5	0,134 Другие	5,9 1
59	$^{144}\text{Pr}$	$^{144}\text{Ce} \xrightarrow{\beta^-} ^{144}\text{Pr}$	17,27 мин	$\beta^-$ $\gamma$	3,150 2,450 0,900	95 3 2	2,19 1,49 0,696	0,8 0,3 1,2
63	$^{155}\text{Eu}$	$^{154}\text{Sm}(n, \gamma)^{155}\text{Sm}$ ; 5,5 $^{155}\text{Sm} \xrightarrow{\beta^-} ^{155}\text{Eu}$	1,7 года	$\beta^-$ $\gamma$	0,240 0,150	~21 79	0,132; 0,125 0,106; 0,100 0,087; 0,061	22,2 57,9 97,1
69	$^{170}\text{Tm}$	$^{169}\text{Tm}(n, \gamma)^{170}\text{Tm}$ ; 130	129 дней	$\beta^-$ (~100%) $K$ (0,15%) $\gamma$	0,950 0,867	76 24	0,084	2,5
74	$^{185}\text{W}$	$^{184}\text{W}(n, \gamma)^{185}\text{W}$ ; 2,1	73,2 дня	$\beta^-$ $\gamma$ (слабое)	0,425	100		
77	$^{192}\text{Ir}$	$^{191}\text{Ir}(n, \gamma)^{192}\text{Ir}$ ; 1120	74,34 дня	$\beta^-$ (~96%) $K$ (4%) $\gamma$	0,673 0,537 0,257	48 41 7	0,613; 0,604; 0,588 0,485; 0,468 0,417; 0,375 0,316; 0,308; 0,296 0,206 Другие	22,9 50,4 2,7 136,6 2,7 1

Таблица П.1 (продолжение)

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
80	$^{203}\text{Hg}$	$^{202}\text{Hg} (n, \gamma) ^{203}\text{Hg}$ ; 5,04	46,9 дня	$\beta^-$ $\gamma$	0,220	100	0,279	81,5
81	$^{204}\text{Tl}$	$^{203}\text{Tl} (n, \gamma) ^{204}\text{Tl}$ ; 8	3,56 года	$\beta^-$ (97,4%) K (2,6%)	0,760	97,4	Нет	—
83	$^{210}\text{Bi}$	$^{238}\text{U} \rightarrow \dots \rightarrow ^{226}\text{Ra} \rightarrow \dots \rightarrow$ $\rightarrow ^{210}\text{Pb} \xrightarrow{\beta^-} ^{210}\text{Bi}$	5 дней	$\beta^-$	1,161	~100	Нет	—
84	$^{210}\text{Po}$	$^{210}\text{Bi} \xrightarrow{\beta^-} ^{210}\text{Po}$	138,4 дня	$\alpha$ $\gamma$ (слабое)	5,305	100		
86	$^{222}\text{Rn}$	$^{226}\text{Ra} \xrightarrow{\alpha} ^{222}\text{Rn}$	3,825 дня	$\alpha$ $\gamma$ (слабое)	5,481	100		
90	$^{231}\text{Th}$	$^{235}\text{U} \xrightarrow{\alpha} ^{231}\text{Th}$	1,06 дня	$\beta^-$ $\gamma$	0,302 0,218 0,138 0,090	52 20 22 6	0,169; 0,164 0,096; 0,085; 0,081 0,073; 0,066; 0,058 Другие	27,1 38,4 73,5 3
90	$^{234}\text{Th}$	$^{238}\text{U} \xrightarrow{\alpha} ^{234}\text{Th}$	24,1 дня	$\beta^-$ $\gamma$	0,193 0,103	66 34	0,093; 0,064 0,029	6,8 0,3

Таблица П.1 (продолжение)

Порядковый номер элемента	Символ изотопа	Основные ядерные реакции получения и сечение в барнах (число справа)	Период полураспада, $T_{1/2}$	Тип распада	Энергия частиц, МэВ	Выход частиц на распад, %	Энергия $\gamma$ -квантов, МэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
91	$^{234m}\text{Pa}$	$^{234}\text{Th} \xrightarrow{\beta^-} ^{234m}\text{Pa}$	1,14 мин	$\beta^-$ (99,85%) И. П. (0,15%) $\gamma$	2,305 1,500 0,600	96,4 2,3 1,4	1,205 0,940; 0,870 0,805; 0,780; 0,770 0,265; 0,255 0,220; 0,205 Другие	3,8 6,4 10,1 9 5 7
91	$^{234}\text{Pa}$	$^{234m}\text{Pa} \xrightarrow{\text{И.П.}} ^{234}\text{Pa}$	6,7 ч	$\beta^-$ $\gamma$	1,350 1,020 0,730 0,512 0,230	1 5 7 46 41	1,680 1,430 0,924; 0,877 0,566 0,368 0,225 0,153; 0,125 0,099; 0,043 Другие	2,5 3,5 39 7 3,5 13 22 34 0,5
92	$^{235}\text{U}$	Естественный (0,72% в природной смеси изотопов)	$7,1 \cdot 10^8$ лет	$\alpha$ $\gamma$	4,580 4,545 4,394 4,360 4,215	4 4 74 14 4	0,200; 0,185 0,165; 0,143 0,110; 0,095	59 16 14
92	$^{238}\text{U}$	Естественный (99,27% в природной смеси изотопов)	$4,5 \cdot 10^9$ лет	$\alpha$ $\gamma$	4,195 4,145	77 23	0,048	19

Функция  $e^{-x}$ 

$x$	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
0,0	1,000	0,990	0,980	0,970	0,961	0,951	0,942	0,932	0,923	0,914
0,1	0,905	0,896	0,887	0,878	0,869	0,861	0,852	0,844	0,835	0,827
0,2	0,819	0,811	0,803	0,795	0,787	0,779	0,771	0,763	0,756	0,748
0,3	0,741	0,733	0,726	0,719	0,712	0,705	0,698	0,691	0,684	0,677
0,4	0,670	0,664	0,657	0,651	0,644	0,638	0,631	0,625	0,619	0,613
0,5	0,607	0,601	0,595	0,589	0,583	0,577	0,571	0,566	0,560	0,554
0,6	0,549	0,543	0,538	0,533	0,527	0,522	0,517	0,512	0,507	0,502
0,7	0,497	0,492	0,487	0,482	0,477	0,472	0,468	0,463	0,458	0,454
0,8	0,449	0,445	0,440	0,436	0,432	0,427	0,423	0,419	0,415	0,411
0,9	0,407	0,403	0,399	0,395	0,391	0,387	0,383	0,379	0,375	0,372
1,0	0,368	0,364	0,361	0,357	0,354	0,350	0,346	0,343	0,340	0,336
1,1	0,333	0,330	0,326	0,323	0,320	0,317	0,313	0,310	0,307	0,304
1,2	0,301	0,298	0,295	0,292	0,289	0,287	0,284	0,281	0,278	0,275
1,3	0,273	0,270	0,267	0,264	0,262	0,259	0,257	0,254	0,252	0,249
1,4	0,247	0,244	0,242	0,239	0,237	0,235	0,232	0,230	0,228	0,225
1,5	0,223	0,221	0,219	0,217	0,214	0,212	0,210	0,208	0,206	0,204
1,6	0,202	0,200	0,198	0,196	0,194	0,192	0,190	0,188	0,186	0,185
1,7	0,183	0,181	0,179	0,177	0,176	0,174	0,172	0,170	0,169	0,167
1,8	0,165	0,164	0,162	0,160	0,159	0,157	0,156	0,154	0,153	0,151
1,9	0,150	0,148	0,147	0,145	0,144	0,142	0,141	0,139	0,138	0,137
2,0	0,135	0,134	0,133	0,131	0,130	0,129	0,128	0,126	0,125	0,124
2,1	0,122	0,121	0,120	0,119	0,118	0,117	0,115	0,114	0,113	0,112
2,2	0,111	0,110	0,109	0,108	0,107	0,105	0,104	0,103	0,102	0,101
2,3	0,100	0,099	0,098	0,097	0,096	0,095	0,094	0,093	0,093	0,092
2,4	0,091	0,090	0,089	0,088	0,087	0,086	0,085	0,085	0,084	0,083
2,5	0,082	0,081	0,080	0,080	0,079	0,078	0,077	0,077	0,076	0,075
2,6	0,074	0,074	0,073	0,072	0,071	0,071	0,070	0,069	0,069	0,068
2,7	0,067	0,067	0,066	0,065	0,065	0,064	0,063	0,063	0,062	0,061
2,8	0,061	0,060	0,060	0,059	0,058	0,058	0,057	0,057	0,056	0,056
2,9	0,055	0,054	0,054	0,053	0,053	0,052	0,052	0,051	0,051	0,050
$x$	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
3	0,050	0,045	0,041	0,037	0,033	0,030	0,027	0,025	0,022	0,020
4	0,018	0,017	0,015	0,014	0,012	0,011	0,010	0,009	0,008	0,007
5	0,007	0,006	0,006	0,005	0,005	0,004	0,004	0,003	0,003	0,003
6	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002	0,002	0,001	0,001	0,001	0,001
$x$	7	7,5	8	8,5	9	10	15			
$e^{-x}$	0,00091	0,00055	0,00034	0,00020	0,00012	0,00005	0,0000003			

Таблица П.3

## Распад и накопление радиоактивного изотопа

$\frac{t}{T_{1/2}}$	$e^{-\lambda t}$	$1 - e^{-\lambda t}$	$\frac{t}{T_{1/2}}$	$e^{-\lambda t}$	$1 - e^{-\lambda t}$
0,02	0,985	0,015	1,05	0,483	0,517
0,04	0,972	0,028	1,10	0,467	0,533
0,06	0,959	0,041	1,15	0,451	0,549
0,08	0,946	0,054	1,20	0,435	0,565
0,10	0,933	0,067	1,25	0,420	0,580
0,12	0,920	0,080	1,30	0,406	0,594
0,14	0,907	0,093	1,35	0,392	0,608
0,16	0,894	0,106	1,40	0,379	0,621
0,18	0,882	0,118	1,45	0,366	0,634
0,20	0,870	0,130	1,50	0,354	0,646
0,22	0,858	0,142	1,60	0,330	0,670
0,24	0,846	0,154	1,70	0,308	0,692
0,26	0,835	0,165	1,80	0,288	0,712
0,28	0,823	0,177	1,90	0,268	0,732
0,30	0,812	0,188	2,00	0,250	0,750
0,32	0,801	0,199	2,10	0,233	0,767
0,34	0,790	0,210	2,20	0,218	0,782
0,36	0,779	0,221	2,30	0,203	0,797
0,38	0,769	0,231	2,40	0,190	0,810
0,40	0,758	0,242	2,50	0,177	0,823
0,42	0,748	0,252	2,60	0,165	0,835
0,44	0,737	0,263	2,70	0,154	0,846
0,46	0,727	0,273	2,80	0,144	0,856
0,48	0,717	0,283	2,90	0,134	0,866
0,50	0,707	0,293	3,00	0,125	0,875
0,55	0,683	0,317	3,20	0,109	0,891
0,60	0,659	0,341	3,40	0,095	0,905
0,65	0,637	0,363	3,60	0,083	0,917
0,70	0,615	0,385	3,80	0,072	0,928
0,75	0,594	0,406	4,00	0,062	0,938
0,80	0,574	0,426	4,20	0,054	0,946
0,85	0,555	0,445	4,40	0,047	0,953
0,90	0,536	0,464	4,60	0,041	0,959
0,95	0,518	0,482	4,80	0,036	0,964
1,00	0,500	0,500	5,00	0,031	0,969

$t$  — время распада или накопления радиоактивного изотопа;  
 $T_{1/2}$  — период полураспада радиоактивного изотопа;  
 $\lambda$  — постоянная распада.

Таблица П.4

Максимальные пробеги  $R_{\max}$ , слои половинного ослабления  $d_{1/2}$  и массовые коэффициенты ослабления  $\mu$   $\beta$ -излучения в алюминии

Максимальная энергия $\beta$ -частиц, МэВ	$R_{\max}$ , мг/см <sup>2</sup>	$d_{1/2}$ , мг/см <sup>2</sup>	$\mu$ , см <sup>2</sup> /г
0,01	0,16	0,1	6930
0,02	0,70	0,3	2310
0,05	3,9	0,8	866
0,10	14	1,8	385
0,20	42	3,9	178
0,30	76	7,0	99
0,40	115	11,7	59
0,50	160	17,5	40
0,60	220	24	29
0,70	250	30	23
0,80	310	37	19
0,90	350	45	15
1,00	410	53	13
1,25	540	74	9,4
1,50	670	97	7,1
1,75	800	119	5,8
2,00	950	140	5,0
2,50	1220	173	4,0

Таблица П.5

Линейные коэффициенты ослабления  $\mu'$  (см<sup>-1</sup>) узкого пучка  $\gamma$ -излучения в свинце и алюминии

$E_\gamma$ , МэВ	$\mu'$ для свинца	$\mu'$ для алюминия	$E_\gamma$ , МэВ	$\mu'$ для свинца	$\mu'$ для алюминия
0,1	60,0	0,444	1,4	0,60	0,141
0,15	24,4	0,362	1,5	0,58	0,137
0,2	11,8	0,323	1,6	0,55	0,131
0,3	4,76	0,278	1,7	0,54	0,128
0,4	2,51	0,251	1,8	0,53	0,124
0,5	1,72	0,228	1,9	0,52	0,120
0,6	1,37	0,210	2,0	0,51	0,117
0,7	1,12	0,196	3,0	0,46	0,094
0,8	0,99	0,184	4,0	0,47	0,084
0,9	0,86	0,176	5,0	0,49	0,075
1,0	0,79	0,166	6,0	0,51	0,072
1,1	0,72	0,158	7,0	0,53	0,070
1,2	0,68	0,152	8,0	0,55	0,068
1,3	0,64	0,146	9,0	0,58	0,063
			0,0	0,60	0,062

Таблица П.6

Линейные коэффициенты истинного поглощения  $\mu_e' \cdot 10^5$ ,  
 $\text{см}^{-1}$ , рентгеновского или  $\gamma$ -излучения в воздухе

$E_\gamma$ , МэВ	$\mu_e' \cdot 10^5$ , $\text{см}^{-1}$	$E_\gamma$ , МэВ	$\mu_e' \cdot 10^5$ , $\text{см}^{-1}$	$E_\gamma$ , МэВ	$\mu_e' \cdot 10^5$ , $\text{см}^{-1}$	$E_\gamma$ , МэВ	$\mu_e' \cdot 10^5$ , $\text{см}^{-1}$
0,03	18,00	0,25	3,63	1,1	3,51	2,5	2,87
0,04	7,96	0,30	3,72	1,2	3,44	3,0	2,72
0,05	4,86	0,35	3,77	1,3	3,38	4,0	2,50
0,06	3,70	0,40	3,80	1,4	3,32	5,0	2,35
0,08	3,05	0,50	3,80	1,5	3,28	6,0	2,24
0,10	3,00	0,6	3,78	1,6	3,23	8,0	2,10
0,125	3,11	0,7	3,77	1,7	3,18	10,0	2,01
0,15	3,23	0,8	3,75	1,8	3,14		
0,175	3,35	0,9	3,68	1,9	3,10		
0,20	3,47	1,0	3,57	2,0	3,05		

Таблица П.7

Полные гамма-постоянные  $K_\gamma$  некоторых радиоактивных изотопов,  $\frac{\text{Р} \cdot \text{см}^2}{\text{ч МКП}}$

Изотоп	$K_\gamma$	Изотоп	$K_\gamma$	Изотоп	$K_\gamma$
$^{22}\text{Na}$	11,89	$^{82}\text{Br}$	14,47	$^{140}\text{Ba}$	1,16
$^{24}\text{Na}$	18,55	$^{86}\text{Rb}$	0,55	$^{140}\text{La}$	11,14
$^{40}\text{K}$	0,80	$^{89}\text{Sr} + ^{89m}\text{Y}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$^{141}\text{Ce}$	0,29
$^{42}\text{K}$	1,36	$^{91}\text{Y}$	0,02	$^{144}\text{Ce}$	0,04
$^{51}\text{Cr}$	0,16	$^{95}\text{Zr} + ^{95m}\text{Nb}$	4,10	$^{144}\text{Pr}$	0,14
$^{52}\text{Mn}$	18,03	$^{95}\text{Nb}$	4,31	$^{153}\text{Eu}$	0,86
$^{56}\text{Mn}$	8,28	$^{106}\text{Ru} + ^{106}\text{Rh}$	1,54	$^{170}\text{Tm}$	0,01
$^{59}\text{Fe}$	6,25	$^{110m}\text{Ag} + ^{110}\text{Ag}$	14,25	$^{185}\text{W}$	$3 \cdot 10^{-4}$
$^{60}\text{Co}$	5,47	$^{111}\text{Ag}$	0,12	$^{192}\text{Ir}$	4,65
$^{60}\text{Co}$	12,93	$^{124}\text{Sb}$	9,70	$^{203}\text{Hg}$	1,25
$^{64}\text{Cu}$	1,12	$^{131}\text{I}$	2,15		
$^{65}\text{Zn}$	3,02	$^{134}\text{Cs}$	8,58		
$^{74}\text{As}$	4,43	$^{137}\text{Cs} + ^{137m}\text{Ba}$	3,10		
$^{76}\text{As}$	1,98	$^{138}\text{Ba}$	2,01		

Таблица П.8

Дозовые факторы накопления для точечного источника  
с изотропным  $\gamma$ -излучением

Свинец						
$E_{\gamma}$ , МэВ	$\mu' l$					
	1	2	4	7	10	15
0,5	1,24	1,42	1,69	2,00	2,27	2,65
1,0	1,37	1,69	2,26	3,02	3,74	4,81
2,0	1,39	1,76	2,51	3,66	4,84	6,87
3,0	1,34	1,68	2,43	3,75	5,30	8,44
4,0	1,27	1,56	2,25	3,61	5,44	9,80
6,0	1,18	1,40	1,97	3,34	5,69	13,8
8,0	1,14	1,30	1,74	2,89	5,07	14,1
10,0	1,11	1,23	1,58	2,52	4,34	12,5

## Алюминий (бесоп)

Алюминий (бесоп)						
$E_{\gamma}$ , МэВ	$\mu' l$					
	1	2	4	7	10	15
0,5	2,37	4,24	9,47	21,5	39,8	80,8
1,0	2,02	3,31	6,57	13,1	21,2	37,9
2,0	1,75	2,61	4,62	8,05	11,9	18,7
3,0	1,64	2,32	3,78	6,14	8,65	13,0
4,0	1,53	2,08	3,22	5,01	6,88	10,1
6,0	1,42	1,85	2,70	4,06	5,49	7,97
8,0	1,34	1,68	2,37	3,45	4,58	6,56
0,0	1,28	1,55	2,12	3,01	3,96	5,63

Толщина защиты из свинца в зависимости от кратности ослабления и энергии  $\gamma$ -излучения  
(широкий пучок), см

Кратность ослабления, $k$	Энергия $\gamma$ -излучения $E_\gamma$ , МэВ																		
	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	1,25	1,5	1,75	2	3	4	6	8	10
1,5	0,05	0,1	0,15	0,2	0,2	0,3	0,4	0,6	0,7	0,8	0,95	1,1	1,2	1,2	1,3	1,2	1,0	0,9	0,9
2	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,7	0,8	1,0	1,15	1,3	1,5	1,7	1,85	2,0	2,1	2,0	1,6	1,5	1,35
5	0,2	0,4	0,6	0,9	1,1	1,5	1,9	2,2	2,5	2,8	3,4	3,8	4,1	4,3	4,6	4,5	3,8	3,3	3,0
10	0,3	0,55	0,9	1,3	1,6	2,1	2,6	3,05	3,5	3,8	4,5	5,1	5,6	5,9	6,5	6,4	5,5	4,9	4,2
20	0,3	0,6	1,1	1,5	2,0	2,6	3,25	3,85	4,4	4,9	5,8	6,6	7,2	7,6	8,3	8,2	7,1	6,3	5,6
50	0,4	0,85	1,4	1,95	2,6	3,25	3,95	4,6	5,3	6,0	7,2	8,2	9,0	9,6	10,6	10,5	9,2	8,3	7,3
100	0,5	1,0	1,6	2,3	3,0	3,85	4,7	5,5	6,3	7,0	8,45	9,65	10,6	11,3	12,2	12,1	10,9	9,9	8,7
200	0,6	1,25	1,9	2,6	3,4	4,4	5,3	6,3	7,2	8,0	9,65	11,1	12,2	12,9	14,0	13,8	12,6	11,4	10,2
500	0,65	1,4	2,2	3,1	4,0	5,1	6,1	7,2	8,2	9,2	11,3	12,9	14,2	15,0	16,3	16,1	14,9	13,3	11,9
1·10 <sup>3</sup>	0,7	1,5	2,4	3,3	4,4	5,7	6,95	8,1	9,2	10,2	12,3	14,1	15,5	16,5	18,0	17,8	16,5	15,1	13,3
2·10 <sup>3</sup>	0,85	1,7	2,7	3,8	5,0	6,3	7,6	8,8	10,0	11,1	13,5	15,4	16,8	17,9	19,7	19,5	18,1	16,6	14,8
5·10 <sup>3</sup>	0,9	1,9	3,0	4,2	5,5	7,0	8,5	9,9	11,2	12,4	14,9	17,0	18,6	19,8	21,9	21,7	20,3	18,5	16,6
1·10 <sup>4</sup>	1,05	2,1	3,3	4,55	5,9	7,5	9,1	10,6	12,0	13,3	16,1	18,3	20,1	21,3	23,5	23,4	22,0	20,1	18,0
2·10 <sup>4</sup>	1,1	2,2	3,5	4,85	6,3	8,0	9,7	11,3	12,8	14,2	17,2	19,5	21,4	22,7	25,1	25,0	23,6	21,7	19,5
5·10 <sup>4</sup>	1,15	2,35	3,7	5,2	6,9	8,7	10,5	12,3	14,0	15,6	18,8	21,4	23,3	24,7	27,3	27,2	25,8	23,7	21,5
1·10 <sup>5</sup>	1,15	2,4	3,8	5,4	7,2	9,2	11,1	13,0	14,8	16,5	20,1	22,7	24,7	26,2	28,9	28,9	27,5	25,3	22,9
1·10 <sup>6</sup>	1,45	3,0	4,7	6,5	8,7	10,9	13,1	15,3	17,5	19,5	23,5	26,8	29,2	31,0	34,3	34,4	33,0	30,4	27,7

Таблица П.10

Величины  $t_{\gamma}$  для различных значений доверительной вероятности  $\gamma$

Число степеней свободы $f$	Доверительная вероятность $\gamma$			
	0,90	0,95	0,99	0,999
1	6,314	12,706	63,657	636,619
2	2,920	4,303	9,925	31,598
3	2,353	3,182	5,841	12,941
4	2,132	2,776	4,604	8,610
5	2,015	2,571	4,032	6,859
6	1,943	2,447	3,707	5,959
7	1,895	2,365	3,499	5,405
8	1,860	2,306	3,355	5,041
9	1,833	2,262	3,250	4,781
10	1,812	2,228	3,169	4,587
11	1,796	2,201	3,106	4,437
12	1,782	2,179	3,055	4,318
13	1,771	2,160	3,012	4,221
14	1,761	2,145	2,977	4,140
15	1,753	2,131	2,947	4,073
16	1,746	2,120	2,921	4,015
17	1,740	2,110	2,898	3,965
18	1,734	2,101	2,878	3,922
19	1,729	2,093	2,861	3,883
20	1,725	2,086	2,845	3,850
21	1,721	2,080	2,831	3,819
22	1,717	2,074	2,819	3,792
23	1,714	2,069	2,807	3,767
24	1,711	2,064	2,797	3,745
25	1,708	2,060	2,787	3,725
26	1,706	2,056	2,779	3,707
27	1,703	2,052	2,771	3,690
28	1,701	2,048	2,763	3,674
29	1,699	2,045	2,756	3,659
30	1,697	2,042	2,750	3,646
40	1,684	2,021	2,704	3,551
60	1,671	2,000	2,660	3,460
120	1,658	1,980	2,617	3,373
$\infty$	1,645	1,960	2,576	3,291

Значения  $\chi^2$  для 5%-ного уровня значимости

Число степеней свободы $f$	$\chi^2_{0,05}$	Число степеней свободы $f$	$\chi^2_{0,05}$
1	3,841	21	32,671
2	5,991	22	33,924
3	7,815	23	35,172
4	9,488	24	36,415
5	11,070	25	37,652
6	12,592	26	38,885
7	14,067	27	40,113
8	15,507	28	41,337
9	16,919	29	42,557
10	18,307	30	43,773
11	19,675	32	46,194
12	21,026	34	48,602
13	22,362	36	50,998
14	23,685	38	53,384
15	24,996	40	55,758
16	26,296		
17	27,587		
18	28,869		
19	30,144		
20	31,410		

**Определение суммарного числа импульсов, обеспечивающего заданную точность регистрации  
при 95%-ной доверительной вероятности**

$\frac{I_c}{I_\Phi}$	$\delta_{0,95}=1\%$		$\delta_{0,95}=2\%$		$\delta_{0,95}=3\%$		$\delta_{0,95}=5\%$		$\delta_{0,95}=10\%$	
	$N_\Phi$	$N_c$	$N_\Phi$	$N_c$	$N_\Phi$	$N_c$	$N_\Phi$	$N_c$	$N_\Phi$	$N_c$
1,3	920 000	1350 000	230 000	340 000	110 000	150 000	37 000	54 000	9 200	14 000
1,5	350 000	630 000	86 000	160 000	38 000	70 000	14 000	26 000	3 500	6 300
1,7	190 000	400 000	46 000	100 000	21 000	45 000	7 300	16 000	1 900	4 000
2,0	93 000	270 000	24 000	66 000	11 000	30 000	3 700	11 000	930	2 700
3,0	26 200	140 000	6 600	34 000	3 000	16 000	1 100	5 500	270	1 400
5,0	7 800	87 000	2 000	22 000	860	9 800	310	3 500	80	870
7,0	3 900	72 000	1 000	18 000	430	8 000	160	2 900	40	720
10,0	2 000	63 000	500	16 000	220	7 000	80	2 500	20	630
20,0	600	54 000	150	14 000	70	6 000	30	2 200	6	540
30,0	300	49 000	80	13 000	40	5 400	12	2 000	3	490
50,0	130	46 000	40	12 000	15	5 100	6	1 900	—	460
100,0	50	43 000	11	11 000	5	4 800	—	1 800	—	430
500,0	4	41 000	—	11 000	—	4 500	—	1 700	—	410

## Десятичные логарифмы

N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
10	0000	0043	0086	0127	0170	0212	0253	0294	0334	0374	4	9	13	17	22	26	30	35	39
											4	9	13	17	21	25	30	34	38
											4	8	12	16	21	25	29	33	37
											4	8	12	16	20	24	28	32	36
11	0414	0453	0492	0531	0569	0607	0645	0682	0719	0755	4	8	12	16	20	24	27	31	35
											4	8	11	15	19	23	27	30	34
											4	7	11	15	18	22	26	29	33
12	0792	0828	0864	0899	0934	0969	1004	1038	1072	1106	3	7	11	14	18	21	25	28	32
											4	7	11	14	17	21	24	28	31
											3	7	10	14	17	20	24	27	30
13	1139	1173	1206	1239	1271	1303	1335	1367	1399	1430	3	7	10	13	17	20	23	27	30
											3	6	10	13	16	19	23	26	29
											3	6	9	13	16	19	22	25	28
14	1461	1492	1523	1553	1584	1614	1644	1673	1703	1732	3	6	9	13	16	19	22	25	28
											3	6	9	12	15	18	21	24	27
											3	6	9	11	14	17	20	23	26
15	1761	1790	1818	1847	1875	1903	1931	1959	1987	2014	3	6	9	11	14	17	20	23	26
											3	5	8	11	14	16	19	22	25
16	2041	2068	2095	2122	2148	2175	2201	2227	2253	2279	3	5	8	11	13	16	19	21	24
											3	5	8	10	13	15	18	20	23
17	2304	2330	2355	2380	2405	2430	2455	2480	2504	2529	3	5	8	10	13	15	18	20	23
											2	5	7	10	12	15	17	19	22
18	2553	2577	2601	2625	2648	2672	2695	2718	2742	2765	2	5	7	9	12	14	16	19	21
											2	5	7	9	11	13	16	18	20
19	2788	2810	2833	2856	2878	2900	2923	2945	2967	2989	2	4	7	9	11	14	16	18	20
											2	4	6	8	11	13	15	17	19
20	3010	3032	3054	3075	3096	3118	3139	3160	3181	3202	2	4	6	8	11	13	15	17	19
											2	4	6	8	10	12	14	17	19
21	3222	3243	3263	3284	3304	3324	3345	3365	3385	3404	2	4	6	8	10	12	14	16	18
22	3424	3444	3464	3483	3502	3522	3541	3560	3579	3598	2	4	6	8	10	12	14	15	17
23	3617	3636	3655	3674	3692	3711	3729	3747	3766	3784	2	4	6	7	9	11	13	15	17
24	3802	3820	3838	3856	3874	3892	3909	3927	3945	3962	2	4	5	7	9	11	12	14	16
25	3979	3997	4014	4031	4048	4065	4082	4099	4116	4133	2	3	5	7	9	10	12	14	15
26	4150	4166	4183	4200	4216	4232	4249	4265	4281	4298	2	3	5	7	8	10	11	13	15
27	4314	4330	4346	4362	4378	4393	4409	4425	4440	4456	2	3	5	6	8	9	11	13	14
28	4472	4487	4502	4518	4533	4548	4564	4579	4594	4609	2	2	5	6	8	9	11	12	14
29	4624	4639	4654	4669	4683	4698	4713	4728	4742	4757	1	3	4	6	7	9	10	12	13
N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9

N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
30	4771	4786	4800	4814	4829	4843	4857	4871	4886	4900	1	3	4	6	7	9	10	11	13
31	4914	4928	4942	4955	4969	4983	4997	5011	5024	5038	1	3	4	6	7	8	10	11	12
32	5051	5065	5079	5092	5105	5119	5132	5145	5159	5172	1	3	4	5	7	8	9	11	12
33	5185	5198	5211	5224	5237	5250	5263	5276	5289	5299	1	3	4	5	6	8	9	10	12
34	5315	5328	5340	5353	5366	5378	5391	5403	5416	5428	1	3	4	5	6	8	9	10	11
35	5441	5453	5465	5478	5490	5502	5514	5527	5539	5551	1	2	4	5	6	7	9	10	11
36	5563	5575	5587	5599	5611	5623	5635	5647	5658	5670	1	2	4	5	6	7	8	10	11
37	5682	5694	5705	5717	5729	5740	5752	5763	5775	5686	1	2	3	5	6	7	8	9	11
38	5798	5809	5821	5832	5843	5855	5866	5877	5888	5899	1	2	3	5	6	7	8	9	10
39	5911	5922	5933	5944	5955	5966	5977	5988	5999	6010	1	2	3	4	5	7	8	9	10
40	6021	6031	6042	6053	6064	6075	6085	6096	6107	6117	1	2	3	4	5	6	8	9	10
41	6128	6138	6149	6160	6170	6180	6191	6201	6212	6222	1	2	3	4	5	6	7	8	9
42	6232	6243	6253	6263	6274	6284	6294	6304	6314	6325	1	2	3	4	5	6	7	8	9
43	6335	6345	6355	6365	6375	6385	6395	6405	6415	6425	1	2	3	4	5	6	7	8	9
44	6435	6444	6454	6464	6474	6484	6493	6503	6513	6522	1	2	3	4	5	6	7	8	9
45	6532	6542	6551	6561	6571	6580	6590	6599	6609	6618	1	2	3	4	5	6	7	8	9
46	6628	6637	6646	6656	6665	6675	6684	6693	6702	6712	1	2	3	4	5	6	7	7	8
47	6721	6730	6739	6749	6758	6767	6776	6785	6794	6803	1	2	3	4	5	5	6	7	8
48	6812	6821	6830	6839	6848	6857	6866	6875	6884	6893	1	2	3	4	4	5	6	7	8
49	6902	6911	6920	6928	6937	6946	6955	6964	6972	6981	1	2	3	4	4	5	6	7	8
50	6990	6998	7007	7016	7024	7033	7042	7050	7059	7067	1	2	3	3	4	5	6	7	8
51	7076	7084	7093	7101	7110	7118	7126	7135	7143	7152	1	2	3	3	4	5	6	7	8
52	7160	7168	7177	7185	7193	7202	7210	7218	7226	7235	1	2	2	3	4	5	6	7	7
53	7243	7251	7259	7267	7275	7284	7292	7300	7308	7316	1	2	2	3	4	5	6	6	7
54	7324	7332	7340	7348	7356	7364	7372	7380	7388	7396	1	2	2	3	4	5	6	6	7
55	7404	7412	7419	7427	7435	7443	7451	7459	7466	7474	1	2	2	3	4	5	5	6	7
56	7482	7490	7497	7505	7513	7520	7528	7536	7543	7551	1	2	2	3	4	5	5	6	7
57	7559	7566	7574	7582	7589	7597	7604	7612	7619	7627	1	2	2	3	4	5	5	6	7
58	7634	7642	7649	7657	7664	7672	7679	7686	7694	7701	1	1	2	3	4	4	5	6	7
59	7709	7716	7723	7731	7738	7745	7752	7760	7767	7774	1	1	2	3	4	4	5	6	7
60	7782	7789	7796	7803	7810	7818	7825	7832	7839	7846	1	1	2	3	4	4	5	6	6
61	7853	7860	7868	7875	7882	7889	7896	7903	7910	7917	1	1	2	3	4	4	5	6	6
62	7924	7931	7938	7945	7952	7959	7966	7973	7980	7987	1	1	2	3	3	4	5	6	6
63	7993	8000	8007	8014	8021	8028	8035	8041	8048	8055	1	1	2	3	3	4	5	5	6
64	8062	8069	8075	8082	8089	8096	8102	8109	8116	8122	1	1	2	3	3	4	5	5	6

N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9
65	8129	8136	8142	8149	8156	8162	8169	8176	8182	8189	1	1	2	3	3	4	5	5	6
66	8195	8202	8209	8215	8222	8228	8235	8241	8248	8254	1	1	2	3	3	4	5	5	6
67	8261	8267	8274	8280	8287	8293	8299	8306	8312	8319	1	1	2	3	3	4	5	5	6
68	8325	8331	8338	8344	8351	8357	8363	8370	8376	8382	1	1	2	3	3	4	4	5	6
69	8388	8395	8401	8407	8414	8420	8426	8432	8439	8445	1	1	2	2	3	4	4	5	6
70	8451	8457	8463	8470	8476	8482	8488	8494	8500	8506	1	1	2	2	3	4	4	5	6
71	8513	8519	8525	8531	8537	8543	8549	8555	8561	8567	1	1	2	2	3	4	4	5	5
72	8573	8579	8585	8591	8597	8603	8609	8615	8621	8627	1	1	2	2	3	4	4	5	5
73	8633	8639	8645	8651	8657	8663	8669	8675	8681	8686	1	1	2	2	3	4	4	5	5
74	8692	8698	8704	8710	8716	8722	8727	8733	8739	8745	1	1	2	2	3	4	4	5	5
75	8751	8756	8762	8768	8774	8779	8785	8491	8797	8802	1	1	2	2	3	3	4	5	5
76	8808	8814	8820	8825	8831	8837	8842	8848	8854	8859	1	1	2	2	3	3	4	5	5
77	8865	8871	8876	8882	8887	8893	8899	8904	8910	8915	1	1	2	2	3	3	4	4	5
78	8921	8927	8932	8938	8943	8949	8954	8960	8965	8971	1	1	2	2	3	3	4	4	5
79	8976	8982	8987	8993	8998	9004	9009	9015	9020	9025	1	1	2	2	3	3	4	4	5
80	9031	9036	9042	9047	9053	9058	9063	9069	9074	9079	1	1	2	2	3	3	4	4	5
81	9085	9090	9096	9101	9106	9112	9117	9122	9128	9133	1	1	2	2	3	3	4	4	5
82	9138	9143	9149	9154	9159	9165	9170	9175	9180	9186	1	1	2	2	3	3	4	4	5
83	9191	9196	9201	9206	9212	9217	9222	9227	9232	9238	1	1	2	2	3	3	4	4	5
84	9243	9248	9253	9258	9263	9269	9274	9279	9284	9289	1	1	2	2	3	3	4	4	5
85	9294	9299	9304	9309	9315	9320	9325	9330	9335	9340	1	1	2	2	3	3	4	4	5
86	9345	9350	9355	9360	9365	9370	9375	9380	9385	9390	1	1	2	2	3	3	4	4	5
87	9395	9400	9405	9410	9415	9420	9425	9430	9435	9440	0	1	1	2	2	3	3	4	4
88	9445	9450	9455	9460	9465	9469	9474	9479	9484	9489	0	1	1	2	2	3	3	4	4
89	9494	9499	9504	9509	9513	9518	9523	9528	9533	9538	0	1	1	2	2	3	3	4	4
90	9542	9547	9552	9557	9562	9566	9571	9576	9581	9586	0	1	1	2	2	3	3	4	4
91	9590	9595	9600	9605	9609	9614	9619	9624	9628	9633	0	1	1	2	2	3	3	4	4
92	9638	9643	9647	9652	9657	9661	9666	9671	9675	9680	0	1	1	2	2	3	3	4	4
93	9685	9689	9694	9699	9703	9708	9713	9717	9722	9727	0	1	1	2	2	3	3	4	4
94	9731	9736	9741	9745	9750	9754	9759	9763	9768	9773	0	1	1	2	2	3	3	4	4
95	9777	9782	9786	9791	9795	9800	9805	9809	9814	9818	0	1	1	2	2	3	3	4	4
96	9823	9827	9832	9836	9841	9845	9850	9854	9859	9863	0	1	1	2	2	3	3	4	4
97	9868	9872	9877	9881	9886	9890	9894	9899	9903	9908	0	1	1	2	2	3	3	4	4
98	9912	9917	9921	9926	9930	9934	9939	9943	9948	9952	0	1	1	2	2	3	3	4	4
99	9956	9961	9965	9969	9974	9978	9983	9987	9991	9996	0	1	1	2	2	3	3	3	4
N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	1	2	3	4	5	6	7	8	9

## Квадраты двузначных чисел

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0	1	4	9	16	25	36	49	64	81
10	100	121	144	169	196	225	256	289	324	361
20	400	441	484	529	576	625	676	729	784	841
30	900	961	1024	1089	1156	1225	1296	1369	1444	1521
40	1600	1681	1764	1849	1936	2025	2116	2209	2304	2401
50	2500	2601	2704	2809	2916	3025	3136	3249	3364	3481
60	3600	3721	3844	3969	4096	4225	4356	4489	4624	4761
70	4900	5041	5184	5329	5476	5625	5776	5929	6084	6241
80	6400	6561	6724	6889	7056	7225	7396	7569	7744	7921
90	8100	8281	8464	8649	8836	9025	9216	9409	9604	9801

## Основные обозначения

## Глава I

- $a$  — абсолютная радиоактивность  
 $B_D$  — дозовый фактор накопления  
 $D_{п}$  — поглощенная доза  
 $D_{пд}$  — предельно допустимая доза  
 $D_{\text{э}}$  — экспозиционная доза  
 $D_{\text{экв}}$  — эквивалентная доза  
 $E$  — энергия ядерного излучения  
 $\Delta \mathcal{E}_{e, \text{погл}}$  — энергия корпускулярного излучения, поглощаемая в облучаемом объекте  
 $\Delta \mathcal{E}_{\gamma, e}$  — часть энергии квантового излучения, преобразованная в кинетическую энергию фотоэлектронов, комптоновских электронов, электронно-позитронных пар  
 $F$  — плотность потока излучения  
 $J$  — регистрируемая активность (скорость счета)  
 $y$  — интенсивность потока излучения  
 $K_{\gamma}$  — ионизационная, или гамма-постоянная (полная)  
 $K_{\gamma_i}$  — дифференциальная гамма-постоянная  
 $K_{\gamma_i}^*$  — ионизационная постоянная, соответствующая энергии  $i$ -й линии спектра при условии выхода в 1  $\gamma$ -квант на 1 распад  
 $k$  — кратность ослабления дозы  
 $l$  — толщина, см  
 $M$  — активность препарата, мКи  
 $m$  — масса; гамма-эквивалент источника, мг-экв радия  
 $n_i$  — доля частиц или квантов с энергией  $E_i$   
 $P$  — мощность дозы  
 $p_i$  — число частиц или квантов данной энергии, приходящихся в среднем на 1 акт распада (поправка на схему распада)  
 $q_{\text{сл}}$  — коэффициент сложности операции  
 $R_{\text{max}}$  — максимальный пробег  $\beta$ -частиц в веществе  
 $r$  — радиус

- $s$  — площадь  
 $t$  — время  
 $Z$  — атомный номер  
 $\alpha, \beta, \gamma$  — радиоактивные излучения  
 $\varepsilon$  — эффективность регистрации  
 $\mu$  — массовый коэффициент ослабления,  $\text{см}^2/\text{г}$   
 $\mu'$  — линейный коэффициент ослабления,  $\text{см}^{-1}$   
 $\mu_e$  — массовый коэффициент истинного поглощения (электронного преобразования),  $\text{см}^2/\text{г}$   
 $\mu'_e$  — линейный коэффициент истинного поглощения (электронного преобразования),  $\text{см}^{-1}$   
 $\rho$  — плотность вещества  
 КК — коэффициент качества  
 ЛПЭ — линейная передача энергии  
 НРБ—69 — «Нормы радиационной безопасности», 1969 г.  
 ОСП—72 — «Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений», 1972 г.  
 ПДД — предельно допустимая доза

## Глава 2

- $a_{\text{уд}}$  — абсолютная удельная радиоактивность  
 $E_{\text{max}}$  — максимальная энергия  $\beta$ -спектра  
 $T_{1/2}$  — период полураспада  
 $\Phi$  — коэффициент регистрации . . . . .

## Глава 3

- $a$  — абсолютная радиоактивность  
 $d$  — толщина,  $\text{г}/\text{см}^2$   
 $d_{\text{опт}}$  — оптимальная толщина катода  
 $h$  — расстояние от препарата до счетчика  
 $I$  — истинная скорость счета (регистрируемая активность)  
 $I_{\text{изм}}$  — измеренная прибором скорость счета  
 $I_c$  — суммарная скорость счета препарата с фоном, исправленная на разрешающее время  
 $I_{\Phi}$  — скорость счета фона  
 $k$  — поправочный коэффициент ослабления  
 $l$  — толщина,  $\text{см}$   
 $p$  — поправка на схему распада  
 $q$  — коэффициент обратного рассеяния  
 $R_{\text{max}}$  — максимальный пробег  $\beta$ -частиц  
 $r$  — радиус окна счетчика  
 $S$  — поправочный коэффициент самоослабления  
 $\varepsilon$  — поправочный коэффициент эффективности (эффективность регистрации)  
 $\eta$  — геометрический коэффициент  
 $\mu$  — массовый коэффициент ослабления  
 $\tau$  — разрешающее время  
 $\Phi$  — коэффициент регистрации

## Глава 4

- $a, b$  — коэффициенты регрессии  
 $f$  — число степеней свободы  
 $I$  — истинная скорость счета  
 $I_c$  — суммарная скорость счета препарата с фоном  
 $I_{\Phi}$  — скорость счета фона  
 $K$  — функция для выбора оптимального режима работы радиометрической аппаратуры  
 $m$  — число актов распада за время наблюдения; число эксперименталь-

- ных точек, каждой из которых соответствует эмпирическая величина  $y_i = f(x_i)$
- $N$  — число импульсов, регистрируемых детектором за время  $t$
- $N_t$  — число ядер, не распавшихся за время  $t$
- $N_0$  — число ядер в начальный момент времени
- $n$  — число измерений
- $P, p, q$  — вероятность
- $p$  — уровень значимости
- $s$  — выборочное среднее квадратическое отклонение
- $s^2$  — выборочная дисперсия
- $s_0^2$  — дисперсия, характеризующая рассеяние экспериментальных значений  $y_i$  относительно соответствующих точек на линии регрессии
- $T_n, \bar{T}_n$  — нижняя и верхняя границы доверительного интервала
- $t$  — время
- $t_c$  — продолжительность измерения препарата с фоном
- $t_{\Phi}$  — продолжительность измерения фона
- $\pm t_{\gamma}$  — границы доверительного интервала для случайной величины  $(x - \mu)/(s/\sqrt{n})$  при доверительной вероятности  $\gamma$  (коэффициент Стьюдента)
- $\pm u_{\gamma}$  — границы доверительного интервала для нормированной нормально распределенной случайной величины  $(x - \mu)/\sigma$  при доверительной вероятности  $\gamma$ .
- $w$  — относительное выборочное квадратическое отклонение
- $X$  — результат непосредственных измерений
- $x, y$  — случайная величина
- $\bar{x}$  — среднее арифметическое, выборочное среднее
- $\bar{Y}$  — результат косвенных измерений
- $\hat{y}_i$  — значение, предсказываемое уравнением регрессии
- $z$  — нормированная случайная величина
- $\gamma$  — вероятность того, что случайная величина примет значения внутри определенного интервала; доверительная вероятность
- $\Delta_{\gamma}$  — абсолютная погрешность среднего при доверительной вероятности  $\gamma$
- $\delta_{\gamma}$  — относительная погрешность среднего при доверительной вероятности  $\gamma$ ; относительная флуктуация скорости счета при доверительной вероятности  $\gamma$
- $\theta$  — параметр генеральной совокупности
- $\mu$  — истинное значение измеряемой величины, генеральное среднее
- $\sigma$  — генеральное среднее квадратическое отклонение
- $\sigma^2$  — генеральная дисперсия
- $\sigma_{\text{пуасс}}(I)$  — среднее квадратическое отклонение, обусловленное статистическим характером радиоактивного распада (абсолютная квадратическая флуктуация скорости счета)
- $\sigma_{\text{пуасс}}^2$  — дисперсия пуассоновского распределения
- $\nu_{\text{пуасс}}(I)$  — относительная квадратическая флуктуация скорости счета
- $\chi^2$  — значение случайной величины «хи-квадрат» («хи-квадрат» критерий)

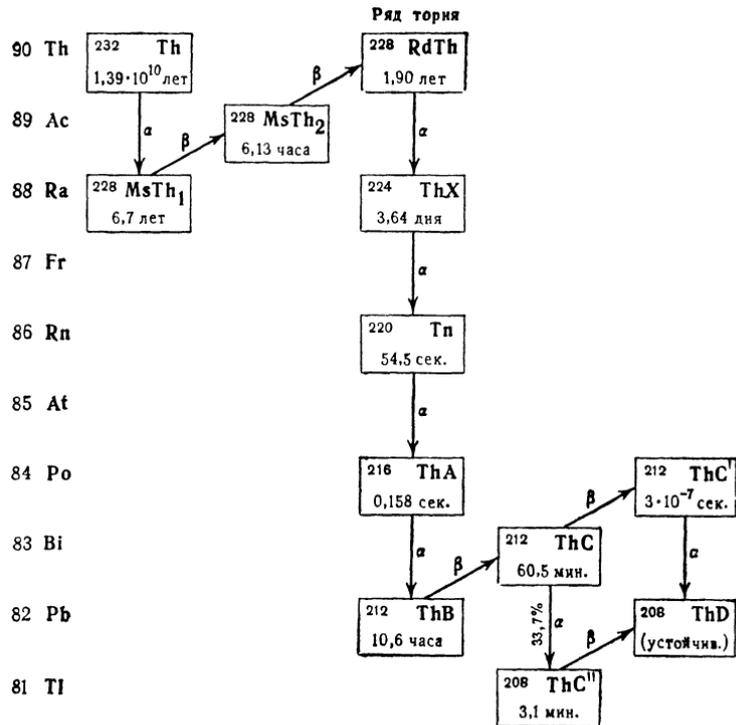
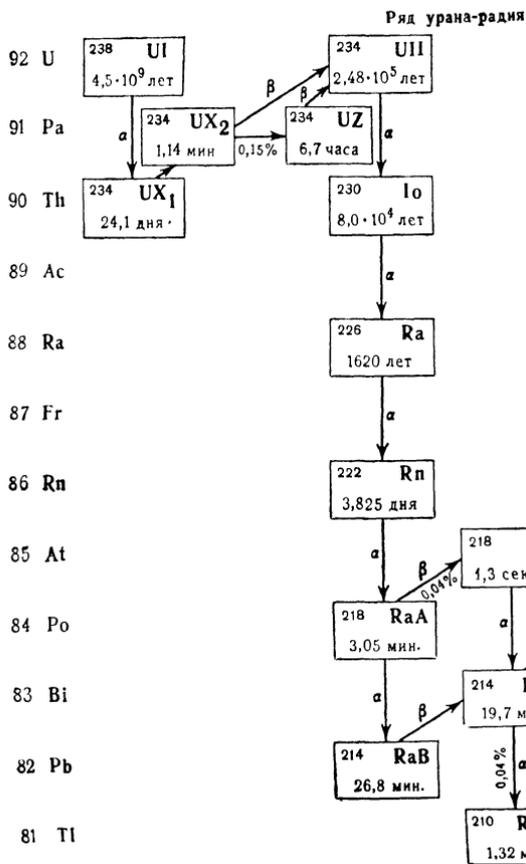
## Главы 5—6

- $a$  — абсолютная радиоактивность
- $a, b$  — молярные концентрации соединений, между которыми протекает изотопный обмен
- $c$  — концентрация
- $E$  — энергия активации
- $F$  — степень изотопного обмена
- $f_{\text{отн}}$  — относительная удельная поверхность
- $I$  — регистрируемая активность (скорость счета)

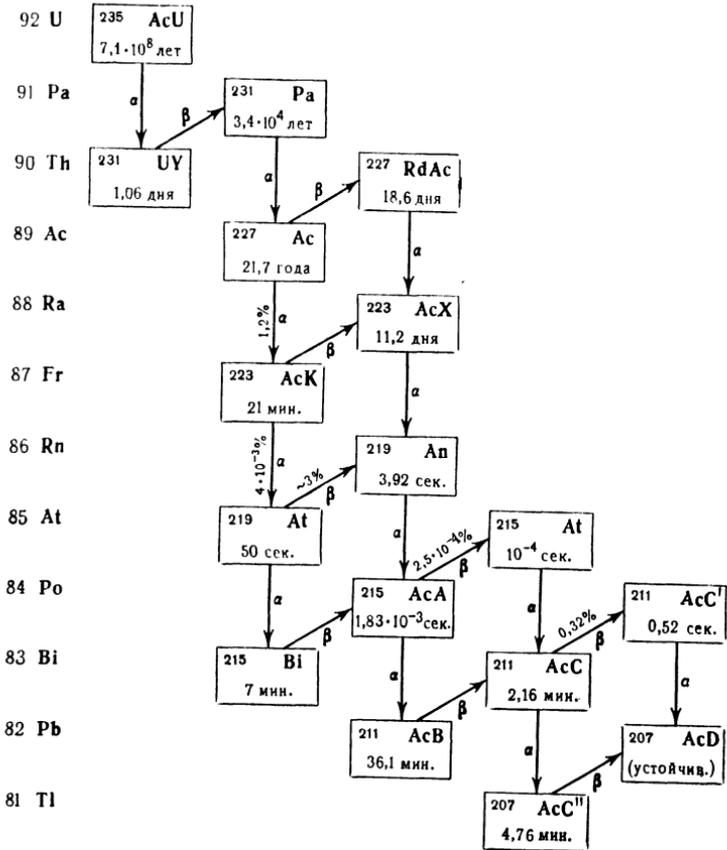
- $I_p$  — регистрируемая активность вещества, содержащегося в определенном объеме насыщенного раствора  
 $I_{уд}$  — регистрируемая удельная активность  
 $K$  — функция для выбора оптимального режима работы радиометрической аппаратуры  
 $K$  — кратность разбавления  
 $K_{обр}$  — константа образования  
 $K_p$  — коэффициент распределения  
 $K_{разд}$  — коэффициент разделения  
 $k$  — константа скорости реакции  
 $L$  — растворимость, моль/л  
 $l$  — длина  
 $M, m$  — масса  
 $m_{(+)}, m_{(-)}$  — грамм-ионная концентрация катнона и аниона в растворе  
 $N$  — число импульсов, зарегистрированных за время  $t$   
 $n$  — число лигандов, связанных в комплекс  
 $Q$  — процентное содержание элемента в веществе  
 $q$  — количество вещества, моль; коэффициент диффузии  
 $R$  — скорость реакции; фактор извлечения вещества  
 $R_g$  — газовая постоянная  
 $R_f$  — отношение расстояния, пройденного зоной вещества, к расстоянию, пройденному фронтом растворителя  
 $S$  — удельная поверхность, см<sup>2</sup>/г  
 $s$  — растворимость, г/см<sup>3</sup>  
 $s^2$  — выборочная дисперсия  
 $T$  — абсолютная температура  
 $T_{1/2}$  — период полураспада  
 $t$  — коэффициент Стюдента  
 $t$  — время  
 $t_c$  — продолжительность измерения препарата с фоном  
 $t_f$  — продолжительность измерения фона  
 $U_p$  — рабочее напряжение  
 $U_d$  — значение порога дискриминации  
 $\Delta U$  — наименьшая протяженность плато  
 $V$  — подвижность ионов  
 $v$  — объем  
 $v_0$  — эквивалентный объем  
 $x, y$  — заряды ионов; молярные концентрации меченых молекул, принимающих участие в изотопном обмене  
 $x_\infty, y_\infty$  — молярные концентрации меченых молекул, участвующих в изотопном обмене, при равновесии  
 $\Gamma$  — количество адсорбированного вещества  
 $\Gamma_\infty$  — предельное количество вещества, которое может быть адсорбировано на данной поверхности (емкость адсорбента)  
 $\gamma(\pm)$  — усредненный коэффициент термодинамической активности  
 $\Delta$  — поправка на изменение объема  
 $\delta_{0,95}$  — абсолютная погрешность измеряемой величины при 95%-ной доверительной вероятности  
 $\delta_{0,95}$  — относительная погрешность измеряемой величины при 95%-ной доверительной вероятности; относительная флуктуация скорости счета при 95%-ной доверительной вероятности  
 $\lambda$  — постоянная распада  
 $\mu$  — ионная сила раствора  
 $\rho$  — плотность вещества  
 $\sigma^2$  — площадь молекулы  
 $\tau$  — разрешающее время  
 $\tau_{1/2}$  — период полуобмена  
 $\chi^2$  — «хи-квадрат» критерий  
 $PR$  — произведение растворимости

Названия некоторых букв греческого алфавита

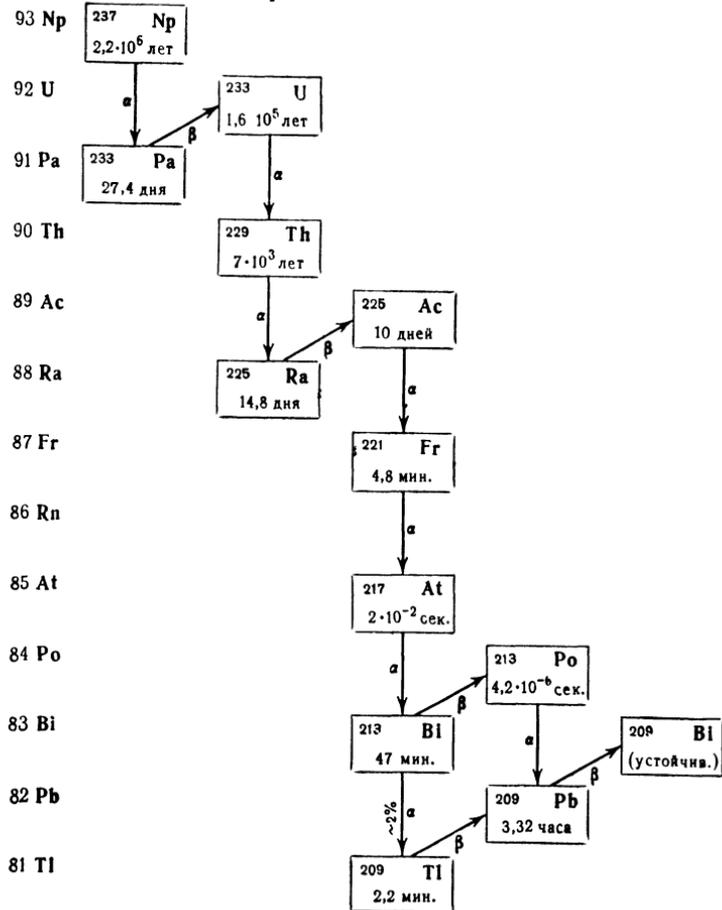
$\alpha$ — альфа	$\nu$ — ню
$\beta$ — бета	$\pi$ — пи
$\Gamma, \gamma$ — гамма	$\rho$ — ро
$\Delta, \delta$ — дельта	$\Sigma, \sigma$ — сигма
$\epsilon$ — эпсилон	$\tau$ — тау
$\eta$ — эта	$\upsilon$ — ипсилон
$\theta, \vartheta$ — тэта	$\varphi$ — фи
$\kappa$ — каппа	$\chi$ — хи
$\Lambda, \lambda$ — ламбда	$\Psi$ — пси
$\mu$ — мю	$\Omega, \omega$ — омега



Ряд актиноурана (235 U)



Ряд нептуния



Предисловие . . . . .	3
-----------------------	---

## ГЛАВА 1. ВОПРОСЫ РАДИАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

§ 1. Действие излучения на организм . . . . .	5
1. Биологическое действие излучений . . . . .	5
2. Внешнее и внутреннее облучение . . . . .	7
§ 2. Основные понятия дозиметрии . . . . .	8
1. Поглощенная доза. Экспозиционная доза . . . . .	8
2. Коэффициент качества. Биологический эквивалент рада . . . . .	10
3. Предельно допустимые дозы . . . . .	12
§ 3. Расчет доз, создаваемых источниками (З-й $\alpha$ -излучения) . . . . .	14
1. Интенсивность и плотность потока излучения . . . . .	14
2. Доза, создаваемая параллельным потоком моноэнергетических $\gamma$ -квантов . . . . .	15
3. Доза от точечного источника со сложным составом у-тлучения. Ионизационная постоянная и гамма-эквйшлснг . . . . .	17
4. Доза от внешнего источника (З-излучения)* . . . . .	19
§ 4. Защита от излучения . . . . .	22
1. Защита временем и расстоянием . . . . .	22
2. Защитное экранирование . . . . .	24
3. Расчет защиты от у-излучения . . . . .	25
§ 5. Приборы дозиметрического контроля . . . . .	30
§ 6. Оборудование для работ с радиоактивными веществами и средства защиты от облучения . . . . .	34
1. Классификация работ с радиоактивными веществами . . . . .	34
2. Оборудование и средства защиты, применяемые при работах II и III классов . . . . .	36
§ 7. Организация работ с радиоактивными веществами в лаборатории . . . . .	39
1. Правила работы с радиоактивными веществами . . . . .	39
2. Дезактивация и удаление радиоактивных отходов . . . . .	41
Вопросы . . . . .	45

## ГЛАВА 2. ТЕХНИКА РАБОТЫ С РАДИОАКТИВНЫМИ ИНДИКАТОРАМИ

§ 1. Подготовка к проведению эксперимента . . . . .	47
§ 2. Вскрытие упаковки радиоактивных веществ. Приготовление раствора требуемой активности. . . . .	51
§ 3. Очистка изотопа от радиоактивных примесей и определение его радиохимической частоты . . . . .	56
§ 4. Проведение основного эксперимента. Приготовление препаратов для измерения активности . . . . .	58
Вопросы . . . . .	63

## ГЛАВА 3. ВЛИЯНИЕ СВОЙСТВ ИССЛЕДУЕМОГО ИЗОТОПА И УСЛОВИЙ ИЗМЕРЕНИЯ НА ВЕЛИЧИНУ РЕГИСТРИРУЕМОЙ АКТИВНОСТИ

§ 1. Связь между абсолютной и регистрируемой активностью . . . . .	64
§ 2. Эффективность счетчиков к р- и у-излучению . . . . .	66
§ 3. Ослабление излучения в стенках детектора и в слое воздуха между препаратом и детектором . . . . .	68

§ 4. Самоослабление излучения . . . . .	69
§ 5. Обратное рассеяние излучения . . . . .	71
§ 6. Поправка на схему распада изотопа . . . . .	73
§ 7. Учет геометрических условий измерения . . . . .	74
§ 8. Расчеты с использованием зависимости между абсолютной и регистрируемой активностью . . . . .	76
§ 9. Условия проведения относительных измерений . . . . .	80
Вопросы . . . . .	81

## Г Л А В А 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ РАДИОАКТИВНОСТИ

§ 1. Погрешности измерений . . . . .	83
1. Виды погрешностей . . . . .	83
2. Случайные погрешности. Нормальный закон распределения . . . . .	86
3. Генеральная и выборочная совокупность. Расчет среднего и дисперсии по выборочным данным . . . . .	89
§ 2. Статистический характер радиоактивного распада и распределение Пуассона . . . . .	92
§ 3. Некоторые методы статистического анализа. . . . .	97
1. Основные понятия теории интервального оценивания. Оценка генерального среднего на основании выборочных данных . . . . .	97
2. Проверка гипотезы о пуассоновском характере распределения результатов измерения радиоактивности . . . . .	101
§ 4. Оценка точности результатов косвенных измерений . . . . .	103
1. Закон накопления погрешностей . . . . .	103
2. Выбор оптимальной продолжительности измерений препарата с фоном и фона . . . . .	106
3. Функция для выбора оптимального режима работы радиометрической аппаратуры . . . . .	109
§ 5. Оценка параметров линейной зависимости методами регрессионного анализа . . . . .	111
§ 6. Обработка результатов эксперимента . . . . .	118
Вопросы . . . . .	125

## Г Л А В А 5. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ . . . . . 127

Оформление лабораторных работ . . . . .	127
Работа 1. Измерение радиоактивности с помощью счетчиков ядерных излучений . . . . .	132
1. Установка со счетчиком Гейгера — Мюллера . . . . .	136
2. Установка со сцинтилляционным счетчиком. . . . .	140
Работа 2. Определение периодов полураспада радиоактивных изотопов по уменьшению активности . . . . .	144
1. Определение периода полураспада меди-66 . . . . .	145
2. Определение периода полураспада марганца-56 . . . . .	147
Работа 3. Измерение доз, получаемых при работе с радиоактивными веществами . . . . .	150
Работа 4. Определение абсолютной радиоактивности . . . . .	152
1. Определение абсолютной активности методом относительных измерений . . . . .	152
2. Определение абсолютной активности методом фиксированного телесного угла . . . . .	157
3. Определение общей абсолютной активности раствора . . . . .	160
Работа 5. Изучение кинетики гомогенного изотопного обмена . . . . .	161
Работа 6. Изучение изотопного обмена ионами I <sup>-</sup> между раствором и осадком PbI <sub>2</sub> . . . . .	164
Работа 7. Синтез меченой тиомочевины методом изотопного обмена . . . . .	166
Работа 8. Контроль разделения малых количеств веществ методом электрофореза на бумаге с использованием радиоактивных изотопов . . . . .	169

	<i>Стр.</i>
1. Разделение бария и лантана . . . . .	169
2. Разделение стронция и иттрия . . . . .	170
Работа 9. Метод изотопного разбавления. Количественное определение иодид-ионов в присутствии бромид-ионов . . . . .	171
Работа 10. Радиометрическое титрование . . . . .	174
1. Определение фосфора и магния . . . . .	175
2. Определение меди и цинка при их совместном присутствии . . . . .	177
3. Определение цинка . . . . .	179
Работа 11. Нейтронный активационный анализ . . . . .	181
1. Определение содержания марганца в породе. . . . .	181
2. Определение содержания диспрозия в присутствии гольмия . . . . .	183
3. Определение количества индия в растворе . . . . .	184
Работа 12. Определение бора по поглощению нейтронов . . . . .	186
Работа 13. Определение растворимости малорастворимых веществ . . . . .	187
1. Определение растворимости $\text{SrSO}_4$ в воде . . . . .	190
2. Определение растворимости $\text{PbI}_2$ в растворах $\text{NaI}$ . . . . .	192
Работа 14. Определение растворимости $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ в растворах магниальной смеси методом Неймана . . . . .	193
Работа 15. Определение коэффициента самодиффузии иодид-иона в растворе иодида натрия . . . . .	196
Работа 16. Изучение адсорбции иода на активированном угле . . . . .	198
Работа 17. Определение удельной поверхности сульфата стронция методом поверхностного изотопного обмена . . . . .	201
Работа 18. Определение коэффициентов распределения и разделения элементов при их экстракции органическими растворителями . . . . .	203
1. Разделение стронция (II) и иттрия (III) . . . . .	204
2. Разделение железа (III) и кобальта (II) . . . . .	205
Работа 19. Применение радиоактивных индикаторов при ионообменном разделении элементов . . . . .	207
1. Разделение ионов $\text{Fe}^{3+}$ и $\text{Cr}^{3+}$ с помощью катионита . . . . .	207
2. Разделение ионов $\text{Ca}^{2+}$ и $\text{Sr}^{2+}$ на катионите . . . . .	211
Работа 20. Использование радиоактивных индикаторов для определения состава и констант образования комплексных соединений методом ионного обмена . . . . .	212
1. Изучение комплексных соединений стронция и кальция с лимонной кислотой . . . . .	214
2. Изучение комплексных соединений стронция и кальция с винной кислотой . . . . .	215
Работа 21. Изучение кинетики восстановления $\text{AsO}_4^{3-}$ иодид-ионами . . . . .	216
Работа 22. Синтез пропионовой кислоты, меченной $^{14}\text{C}$ в карбоксиле . . . . .	218
Работа 23. Изучение механизма окисления пропионовой кислоты . . . . .	222
1. Окисление дихроматом калия в кислой среде . . . . .	223
2. Окисление перманганатом калия в щелочной среде . . . . .	224

## Г Л А В А 6. РАСЧЕТНЫЕ ЗАДАЧИ

1. Радиоактивность . . . . .	226
2. Регистрация излучения. Влияние свойств исследуемого изотопа и условий измерения на величину регистрируемой активности . . . . .	229
3. Радиационная безопасность . . . . .	231
4. Изотопный обмен . . . . .	232
5. Особенности поведения радиоактивных веществ . . . . .	233
6. Методы выделения, разделения и концентрирования радиоактивных изотопов . . . . .	234
7. Применение радиоактивных изотопов в аналитической химии. . . . .	235
8. Применение радиоактивных изотопов в неорганической, физической и органической химии. . . . .	241
9. Обработка результатов измерения радиоактивности . . . . .	245
Литература . . . . .	250
Приложения . . . . .	252
Основные обозначения . . . . .	273