

Измерение плотности потока частиц в планарных (радиометрических) источниках альфа-, бета-излучения

Э.А. Титов, Ю.А. Тычинкин, А.Б. Рогозев

IX отраслевая научно-практическая конференция «Обеспечение единства измерений в области использования атомной энергии», 27-29 сентября 2021 г., г. Сочи.

Введение

Начав разработку технологии нанесения радионуклидов на источники большой площади, возникла задача оценки равномерности нанесения активного слоя на рабочую поверхность источника. На ранних стадиях разработки изготавливался источник, потом разрезался на равные части, и измерялось внешнее излучение с рабочей поверхности у каждой части. Но такой способ нас не устраивал и параллельно шёл поиск способов неразрушающего контроля.

Так же изучались руководящие документы и, к нашему сожалению, Российских ГОСТов, нормирующих и регламентирующих процедуру измерения равномерности, найдено не было. Изучая *опыт зарубежных коллег в изготовлении и измерении источников большой площади, мы обнаружили* ссылки на стандарт ISO 8769-2010. (см. рис. 1)

5.2.3 Uniformity

The uniformity of a Class 1 reference source expressed in terms of the standard deviation of the surface emission rates from each individual portion of the whole source shall be no greater than 5 %.

For the purpose of specifying the uniformity of a source with respect to surface emission rate per unit area, the source shall be considered as comprising a number of portions of equal area. The area of the portions shall be 5 cm² or less. The uniformity shall be expressed as the relative experimental standard deviation derived from the emission rates from each individual portion of the whole source. These individual emission rates shall be determined with an uncertainty, arising from counting statistics, which is no greater than ± 1 %.

Uniformity may be measured by using the image plate technique, position sensitive measurement systems or by inserting a masking plate between the source and the detector. The masking device shall have an aperture of appropriate size and provide sufficient shielding of the detector to ensure that the contribution from areas outside the aperture area should not be more than 5 % of the measurement result from any individual area. For the masking plate technique, care should be taken to always use the same portion of the detector to minimize effects due to possible non-uniformity of response to radiation across the surface of the detector. For the other techniques, care should be taken to minimize effects due to possible non-uniformity of the detection efficiency across the whole detector.

NOTE 1 Knowledge of the uniformity distribution will make it possible to use smaller areas of the source while maintaining a reasonable level of uncertainty.

NOTE 2 Because of possible edge effects and contributions from neighbouring areas, the total emission rate for the source *cannot* be determined from the summation of the emission rates from the individual areas.

Рисунок 1. ISO 8769-2010

Изучив документ в редакции 2010 года, мы узнали о нескольких способах оценки равномерности источников:

- Фотографический метод, который заключается в наложении фотоплёнки на источник, с последующим проявлением и сканированием на принтере.
- И более простой способ - деление источника на участки равной площади и измерение этих участков используя детектор с коллиматором, который бы равномерно перемещался по всей поверхности источника в проекции X, Y,

Подход к этому способу был следующий-источник делился на одинаковые участки для измерения внешнего излучения. Площадь этих участков не должна превышать 5 см² (2,2*2,2) и равномерность должна быть не менее 5%.

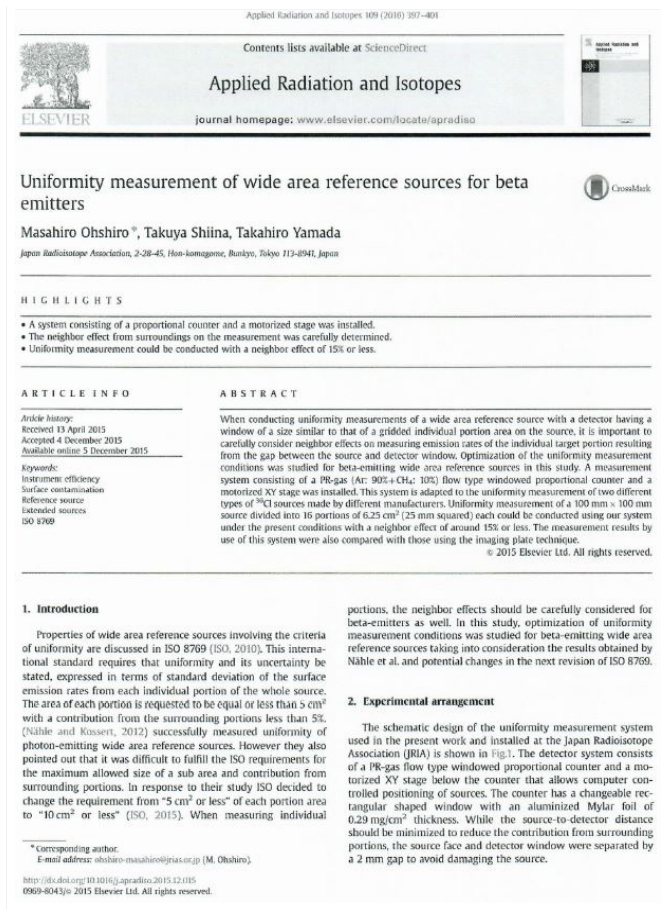


Рисунок 2. Ссылки на статьи

В результате эта идея была реализована нами в экспериментальной установке. Позднее, после создания установки и опробования ее на различных по габаритам источниках с разными радионуклидами, коллеги из института метрологии показали нам интересные статьи, опубликованные в зарубежных журналах (см. рис. 2). Одна из статей довольно подробно описывает подход к аналогичным измерениям. А также мы приобрели стандарт ISO 8769:2016 (см. рис. 3). Интересно, что в стандарте 2016, в отличие от стандарта 2010 года, площадь участков была увеличена до 10 см² (3,2*3,2 см) и тут же рекомендация, что источник с активной частью 100*100 мм должен делиться на 16 равных квадратов (2,5*2,5 см), а равномерность должна быть не менее 10 %. И самое интересное, что все эти изменения были внесены по результатам исследований, описанных в вышеупомянутых статьях.

© ISO, СР 401.

5.2.3 Uniformity

The uniformity of a source shall be expressed in terms of the standard deviation of the surface emission rates of the individual portions of the whole source divided by the mean value of these emission rate

© ISO 2016 – All rights reserved

ISO 8769:2016(E)

The uniformity of a Class 1 reference source minus its relative standard uncertainty shall be greater than 90 %. For the purpose of specifying the uniformity of a source with respect to surface emission rate per area, the source shall be considered as comprising a number of portions of equal area and shape. For rectangular sources, the shape of the portions shall be identical to the shape of the active area of the source.

The area of the portions shall be 10 cm² or less. For the recommended sizes (see 5.2.1), a reference source active area of 10 cm × 10 cm shall be divided into 16 quadratic portions and a source of 10 cm × 15 cm shall be divided into 16 rectangular portions.

The individual emission rates shall be determined with a relative uncertainty that shall be consistent with that specified for the whole source in 5.2.2 and 5.3.2. These uncertainties shall be taken into account when calculating the experimental standard deviation to determine the uniformity resulting in an uncertainty for the uniformity itself (see Reference [12]).

Uniformity may be measured by using the image plate technique, position sensitive measurement systems, or by inserting a masking plate between the source and the detector. The masking device shall have an aperture of appropriate size and provide sufficient shielding of the detector. For the masking plate technique, care should be taken to always use the same portion of the detector to minimize effects due to possible non-uniformity of response to radiation across the surface of the detector. For the other techniques, care should be taken to minimize effects due to possible non-uniformity of the detection efficiency across the whole detector.

In those situations where the detector window area is less than the active source area, it is possible to avoid the requirement to have a detailed knowledge of the uniformity by characterizing, in an integral manner, the emission rate from that part of the source that is exposed to the detector window.

Статья с.Согласованная с ISO для АО РИТБЕПН. Заказ №1307-К2/6 от 15.04.2020 г. Поделено на 6 сетей задрядно.

Рисунок 3. Стандарт ISO 8769-2016



Рисунок 3. Стандарт ISO 8769-2016

Принцип работы установки УРПИ-02 (см. рис. 4) полностью соответствовал подходу, описываемому в статьях и в стандарте ISO. Детектор был заколлимирован, тем самым выделялся участок с постоянной однородной эффективностью регистрации, и расстояние между коллиматором и поверхностью источника составляло 2-3 мм, чтоб минимизировать засвечивание с соседних участков. Во время измерений источник, установленный на координатный столик, перемещается чётко на фиксированное расстояние с шагом, в зависимости от размера коллиматора, и размера активной части.

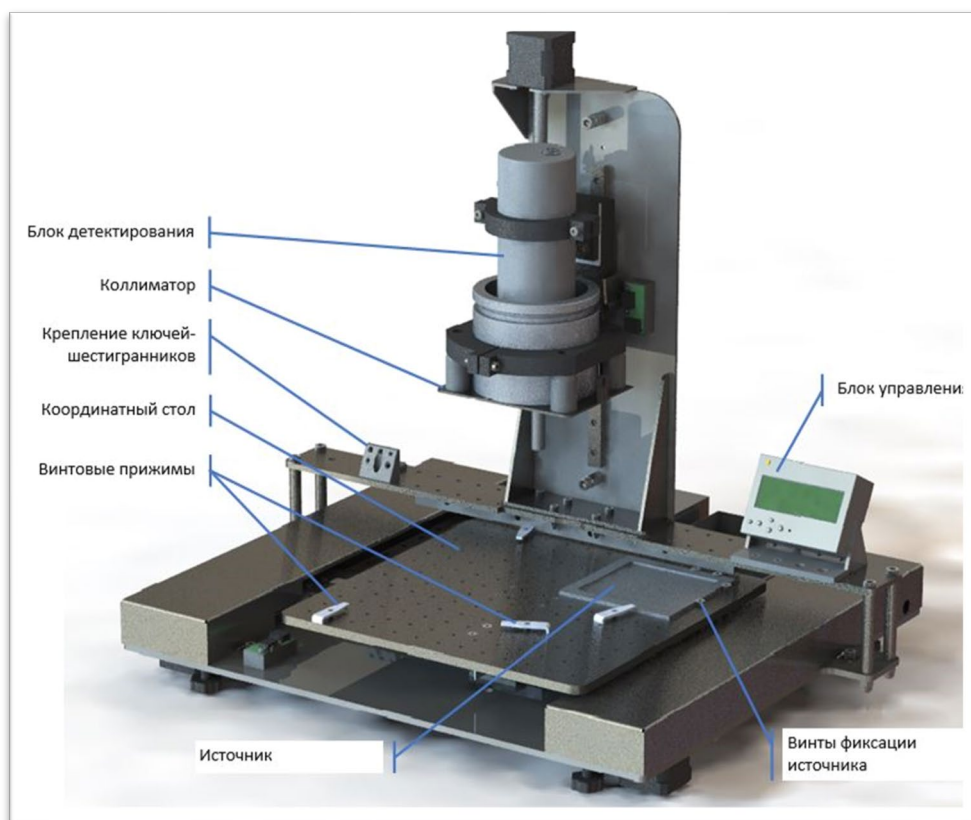


Рисунок 4. Общий вид установки УРПИ-02

Установка спроектирована на основе блоков детектирования производства УП «АТОМТЕХ», позволяющих проводить измерения, внешнего альфа-, бета-излучения, в широком диапазоне загрузки детекторов по интенсивности.

Нами были изготовлены собственные источники с габаритами 100*100 мм и закуплены прямоугольные источники размерами 100*150 мм и круглые источники с диаметром 65 мм. Первые опытные измерения показали хорошие результаты, однако устраивали нас не в полной мере (см. рис. 5 и 6). Из-за несовершенства конструкции установки всё-таки происходила засветка с соседних участков, так называемый «краевой эффект».

Измерение источников бета-излучения (стронций-90), коллиматор 5 см2												
1. Источник № 1 активность 1400 Бк												
Поток бета-частиц с 5 см2				Отклонение от среднего, %				Стат. Погрешность измерения каждой точки, %				
36,11	41,3045	54,26										
36,3	36,11	36,11	38,92	-12,12%	-12,58%	-12,58%	-5,77%	3,50%	4,10%	5,10%	7,30%	
38,94	36,27	37,62	37,02	-5,72%	-12,19%	-8,92%	-10,37%	9,90%	5,70%	4,20%	3,60%	
43,11	37,53	37,01	36,83	4,37%	-9,14%	-10,40%	-10,83%	9,90%	2,60%	2,90%	3,20%	
48,52	46,51	39,26	40,14	17,47%	12,60%	-4,95%	-2,82%	4,90%	3,80%	7,00%	4,80%	
51,03	53,81	54,26	40,79	23,55%	30,28%	31,37%	-1,25%	3,40%	4,30%	7,00%	3,80%	
2. Источник ПО МАЯК № 6C0-681 активность 12000 Бк												
183,57	263,59	297,50										
225,43	252,19	253,57	255,98	258,31	256,19	-14,48%	-4,32%	-3,80%	-2,89%	-2,00%	-2,81%	
234,77	265,61	259,06	259,57	261,55	263,48	0 град	-10,93%	0,77%	-1,72%	-1,52%	-0,77%	-0,04%
224,61	268,44	270,56	275,94	295,02	266,45		-14,79%	1,84%	2,65%	4,69%	11,93%	1,09%
183,57	278,63	277,58	280,47	297,5	280,2		-30,36%	5,71%	5,31%	6,41%	12,87%	6,30%
250,22	282,14	281,12	282,35	283,62	283,48		-5,07%	7,04%	6,65%	7,12%	7,60%	7,55%

Рисунок 5. Результаты измерений

Измерение источников альфа-излучения											
1. Источник 100*100 мм, измерение с коллиматором 5 см2											
ТОТОК АЛЬФА-ЧАСТИЦ С УЧАСТКА 5 СМ2				ОТЛИЧИЕ ОТ СРЕДНЕГО,%				СТАТ. ПОГРЕШНОСТЬ ИЗМЕРЕНИЯ,%			
4,87	5,5645	6,13	# 16	0 grad	s=	10,00%	сум=	111,29	акт.=166		
5,37	5,2	5,15	4,87	-3,50%	-6,55%	-7,45%	-12,48%	7,20%	7,90%	8,70%	10,00%
5,3	5,26	5,33	5,52	-4,75%	-5,47%	-4,21%	-0,80%	6,80%	6,50%	6,10%	5,70%
5,54	5,52	5,45	5,47	-0,44%	-0,80%	-2,06%	-1,70%	4,90%	5,10%	5,30%	5,50%
5,67	5,64	5,98	6,12	1,90%	1,36%	7,47%	9,98%	4,70%	4,50%	10,00%	8,70%
5,88	5,91	5,98	6,13	5,67%	6,21%	7,47%	10,16%	6,40%	6,80%	7,20%	7,80%
4,85	5,4315	5,57	# 16	0 grad	s=	7,00%	сум=	108,63	акт.=162		
5,42	5,32	5,31	4,85	-0,21%	-2,05%	-2,24%	-10,71%	6,20%	6,60%	7,00%	9,20%
5,43	5,45	5,44	5,5	-0,03%	0,34%	0,16%	1,26%	5,90%	5,60%	5,40%	5,10%
5,45	5,49	5,46	5,46	0,34%	1,08%	0,52%	0,52%	4,50%	4,70%	4,80%	5,00%
5,54	5,57	5,57	5,55	2,00%	2,55%	2,55%	2,18%	4,40%	4,30%	4,20%	4,10%
5,44	5,41	5,47	5,5	0,16%	-0,40%	0,71%	1,26%	3,80%	3,90%	3,90%	4,00%
2. Источник 100*150 мм, измерение с коллиматором 5 см2											
Источник ПО МАЯК № 6П9-633 активность 5500 Бк											
				sigma=	5%	ОТЛИЧИЕ ОТ СРЕДНЕГ,%					
121,94	130,46	137,57		122,87	-4,81%	-4,34%	-5,38%	-6,53%	-4,55%	-5,82%	
124,19	124,80	123,44	121,94 124,53	131,54	-4,38%	-2,72%	-1,40%	-0,44%	1,51%	0,83%	
124,75	126,91	128,63	129,89 132,43	130,76	1,65%	1,32%	0,99%	2,42%	1,26%	0,23%	
132,62	132,18	131,75	133,62 132,11	134,20	2,42%	2,28%	2,27%	2,67%	2,88%	2,87%	
133,62	133,43	133,42	133,95 134,22	133,28	5,45%	2,71%	1,09%	1,48%	1,88%	2,16%	
137,57	134,00	131,88	132,39 132,91								

Рисунок 6. Результат измерений

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Оценка неисключенных систематических погрешностей компаратора θ_K и θ_V

Б.1 Неисключенная систематическая погрешность компаратора учитывает две составляющие, обусловленные: влиянием неравномерности активного слоя источников θ_{K1} и влиянием деформации или различием в толщине подложек сличаемых источников θ_{K2} .

Б.1.1 Неисключенная систематическая погрешность, обусловленная влиянием неравномерности активного слоя источников, возникает в тех компараторах, в которых чувствительность всего детектора в целом различна для разных участков активной поверхности источников. Значение θ_{K1} для источников с активной поверхностью 100 и 160 см² определяют по формуле

$$\theta_{K1} = 1,1 \sqrt{\eta_0^2 + \eta_n^2} \frac{\epsilon_0}{S_0} \frac{|1 - \xi'/\xi|}{1 - \epsilon_0/S_0}$$

где η_0 и η_n - неравномерность активного слоя у эталонного и поверяемого источников, соответственно, по их паспорту ($\eta \leq 20\%$), %;

ϵ_0 и S_0 - площадь с максимальным отклонением активности радионуклидов и площадь активной поверхности всего источника соответственно. Отношение ϵ_0/S_0 принимают равным 0,06 и 0,1 для источников с активной поверхностью 160 и 100 см² соответственно;

ξ'/ξ - относительное изменение эффективности регистрации частиц всего детектора для краевых участков источников по отношению к среднему при заданных расстояниях между источником и детектором.

Б.1.2 Отношение ξ'/ξ определяют перемещением источника альфа-излучения с активной поверхностью 10 см² в двух взаимно перпендикулярных направлениях в пределах площади активной поверхности поверяемых источников с измерением скорости счета импульсов n_i от источника в каждой точке. Отношение ξ'/ξ вычисляют по формуле

$$\xi'/\xi = n_i / \bar{n}$$

где \bar{n} - среднее значение скорости счета импульсов по всем точкам, имп·с⁻¹.

В качестве ξ'/ξ выбирают значение n_i / \bar{n} с наибольшим отклонением от единицы.

Рисунок 7. ГОСТ 8.582-2003. Приложение Б

Доработав конструкцию, мы сократили расстояние между коллиматором и поверхностью источника до 1 мм, установив силиконовые подушечки и шаговый двигатель с шарико-винтовой передачей.

Равномерность нанесения активности в нашей стране регламентируется согласно ГОСТ 8.581-2003 «Источники альфа-излучения радиометрические эталонные. Методика поверки», приложение «Б», и ГОСТ 8.582-2003 «Источники бета-излучения радиометрические эталонные. Методика поверки», приложение «Б» (см. рис. 7), где сказано, что неравномерность активного слоя у эталонных и поверяемых источников, по паспорту производителя не должна превышать 20 %. Однако, как было

сказано ранее, нигде нет описания подхода к оценке этого параметра. И не совсем ясно как трактовать эти 20 %, вся активная площадь может быть покрыта радионуклидом только на 80 %, а остальной участок может быть пустым? Или среднее отклонение скорости счёта с отдельных участков источника не должно превышать 20 %?

Ни в одном руководящем документе нет определения что же такое неравномерность. Иными словами, отсутствует критерий оценки качества плоскостных источников. К примеру, в спектрометрических гамма-источниках чем меньше площадь активного пятна, тем он ближе к идеальной точечной геометрии. В медицинских линейных источниках, применяемых для калибровки ПЭТ КТ, основной характеристикой является равномерность активности по всей длине активной части.

После создания установки и накопив опыт измерений равномерности нанесения активности на источники большой площади, мы начали изучать вопрос аттестации этих источников, и их метрологического назначения. И выявили интересный парадокс, который заключается в том, что все источники подобного типа аттестуются по внешнему излучению, в то время как основной единицей измерений в радиометрических приборах и регламентирующих документах является плотность потока частиц. В СТО 1.1.1.02.004.1078-2015 «Требования к установкам контроля радиоактивного загрязнения персонала атомных станций стационарные» (см. рис. 8), а также в МП на СИ единицей измерения поверхностного загрязнения является плотность потока частиц и все приборы выдают значения в этих единицах измерения.

Обеспечение единства измерений основывается на прослеживаемости измерений, согласно поверочной схеме, к первичному, или государственному эталону! Однако в случае измерений плотности потока прослеживаемость отсутствует, так как в поверочной схеме ячейка с эталоном плотности потока частиц отсутствует. При проведении поверки приборов в алгоритм обработки задаётся коэффициент перехода от внешнего излучения к плотности потока. Вот в этот момент и возникает зависимость равномерности активного слоя и корректного пересчёта внешнего излучения в плотность потока. Потому как аттестованное значение плотности потока должна обеспечиваться на любом участке активной части.

Интересен ещё тот факт, что в старой поверочной схеме эталон плотности потока был (см. рис. 9).

Подводя итог хотелось бы обратиться к уважаемому метрологическому сообществу с вопросом об актуальности поднятой проблемы. По имеющейся информации в конце текущего года планируется перевыпуск поверочной схемы. Внесение соответствующих изменений может послужить катализатором начала работ по созданию эталона плотности потока, либо же эталонной установки. Что в дальнейшем выведет метрологию измерения поверхностного загрязнения на более высокий уровень.

7.10 Контроль диапазона измерений и допускаемой относительной погрешности измерения плотности потока бета-излучения

7.10.1 Проверку выполняют по методикам ГОСТ 17225, ГОСТ 8.040. При проверке используют эталонные источники бета-излучения на основе ^{36}Si площадью 160 см^2 .

7.10.2 Эталонный источник размещают напротив центра проверяемого блока детектирования так, чтобы геометрический центр поверхности источника находился на геометрическом центре чувствительной поверхности блока детектирования с точностью ± 5 мм. Расстояние между источником и чувствительной поверхностью детектора должно составлять $(10\pm 0,5)$ мм.

7.10.3 Проверку проводить в следующих диапазонах плотности потока бета-излучения: от 5 до 10 част./ $(\text{мин}\cdot\text{см}^2)$, от 10 до 100 част./ $(\text{мин}\cdot\text{см}^2)$, от 100 до 500

42

СТО 1.1.1.02.004.1078-2015

част./ $(\text{мин}\cdot\text{см}^2)$, от 500 до 5000 част./ $(\text{мин}\cdot\text{см}^2)$, от 5000 до 10000 част./ $(\text{мин}\cdot\text{см}^2)$, от 10000 до 15000 част./ $(\text{мин}\cdot\text{см}^2)$. Значения внешнего бета-излучения в телесном угле 2π в единицах част./с используемых эталонных источников типа бСО должны быть приведены в технических условиях на установки с учетом площади используемых в установках детекторов.

7.10.4 Установку считают выдержавшей контроль, если если полученные при контроле результаты соответствуют требованиям 4.2.9.

Рисунок 8. СТО 1.1.1.02.004.1078-2005

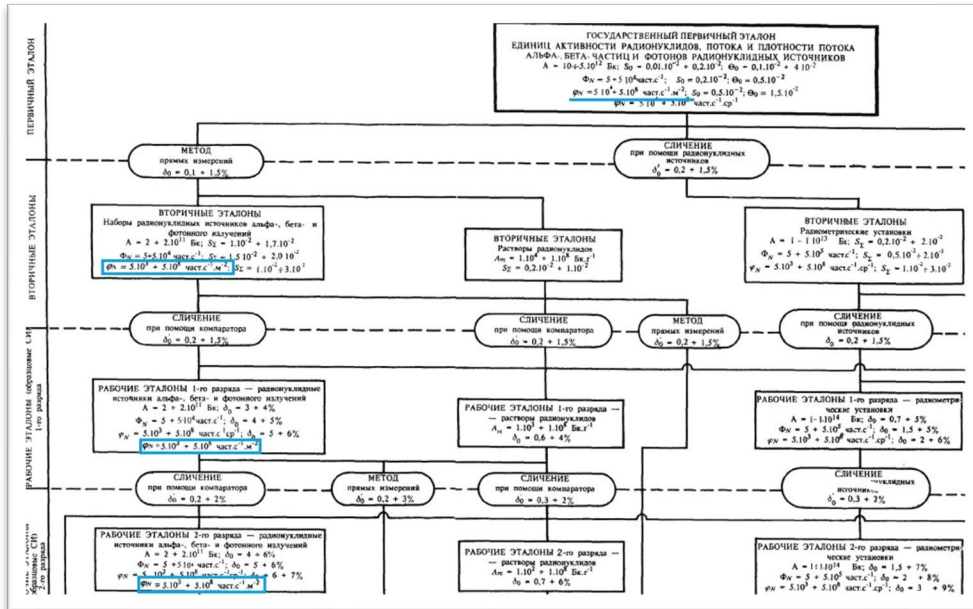


Рисунок 9. Поверочная схема ГОСТ 8.033-96