

На правах рукописи



ЗИНОВЬЕВ Владимир Георгиевич

**РАЗВИТИЕ НЕЙТРОННЫХ И РАДИОХИМИЧЕСКИХ МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ
РЕДКИХ, РАССЕЯННЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ,
ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА И ЕГО ВЛИЯНИЯ НА СВОЙСТВА
ВЫСОКОЧИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**

1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Санкт-Петербург – 2021

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Петербургский институт ядерной физики им. Б. П. Константинова» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ:

СЕМЕНОВ – Валентин Георгиевич доктор физико-математических наук, профессор, Институт химии федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования "Санкт-Петербургский государственный университет", г. Санкт-Петербург, заместитель заведующего кафедрой аналитической химии.

ЗУБАВИЧУС – Ян Витаутасович доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», г. Новосибирск, главный научный сотрудник.

СКУБЛОВ – Сергей Геннадьевич доктор геолого-минералогических наук, доцент, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт геологии и геохронологии докембрия Российской академии наук, г. Санкт-Петербург, главный научный сотрудник

Ведущая организация: Акционерное общество «Радиевый институт имени В.Г. Хлопина», г. Санкт-Петербург.

Защита состоится “21” октября 2021 г. в 14 часов на заседании диссертационного совета 24.1.162.01 Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук. Адрес: 630090, г. Новосибирск, проспект Академика Лаврентьева, 11.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского, отделения Российской академии наук и на сайте http://inp.nsk.su/images/diss/Zinovjev_disser.pdf.

Автореферат разослан
«11» августа 2021 г.
Ученый секретарь
диссертационного совета
доктор физ.-мат. наук

А.В. Бурдаков

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Экономика страны не может развиваться без мощной сырьевой базы. Это требует поиска новых месторождений, оценки рентабельности открытых и разрабатываемых месторождений. Все богатые месторождения уже разработаны, поэтому сейчас переходят на месторождения с низким содержанием полезных ископаемых, вскрышные породы, хвосты обогатительных комбинатов. Это требует создания более чувствительных методик анализа.

Определение химического состава веществ, материалов, изделий с последующим сопоставлением свойств с установленными требованиями, является областью исследований, называемой аналитическим контролем. С одной стороны, аналитический контроль это наука, развивающая методы исследования состава вещества, с другой, инструмент проведения входного контроля, отслеживания качества изделия на всех этапах производства и сертификации. Современный уровень развития мировой экономики предъявляет все более жесткие требования к качеству сырья и готовых изделий, что в свою очередь требует развития методов аналитического контроля. По данным ежеквартальных межлабораторных сравнительных анализов за период 2012–2019 гг по 100 аккредитованным лабораториям Федерального центра гигиены и эпидемиологии РФ, доля неверных результатов составила 10–40 %. Перечень методов, включенных в процедуру межлабораторных исследований, за период 2012–2019 гг. сократился с 32 до 5. Сокращение аккредитованных методов исследования состава вещества означает, что невозможно гарантировать качество выпускаемого сырья и готовых изделий. Таким образом, развитие методик исследования состава вещества – экономически актуальная задача, которая может быть успешно решена с помощью высокочувствительных, многоэлементных и неразрушающих нейтронных методов анализа.

Степень разработанности темы

Нейтронные методы исследования связаны со спектрометрией нейтронов для определения оптимальных условий облучения образцов в полях быстрых, эпитепловых и тепловых нейтронов. Известны методы восстановления спектра быстрых нейтронов с энергией до 20 МэВ по скоростям пороговых ядерных реакций [1], [2]. Методика эффективных пороговых сечений с дифференцированием интегрального спектра позволит

более корректно оценить энергетическое распределение быстрых нейтронов. Интерес к этому вопросу отражен в исследованиях российских и зарубежных авторов [3], [4], [5].

Коэффициенты самоэкранирования эпитепловых нейтронов считают методом Трубе из условия, что радиоактивность монитора определена на 90–95 % одним резонансом без учета остальных резонансов и $1/E$ составляющей сечения, где E – энергия нейтронов. Кроме того, жесткость спектра тепловых нейтронов считают без учета температуры нейтронов. Учет этих факторов увеличивает точность нейтронной спектрометрии [6], [7] и абсолютных методик активационного анализа [8], [9].

В период 2009–2012 гг. МАГАТЭ поддержало наш проект «Research of the Large Oil Samples by Neutron Activation Analysis» по развитию методик анализа больших образцов, что стало новым направлением в нейтронно-активационном анализе. Метод меченых нейтронов, разработанный в Арагонской лаборатории [10], впервые применен для определения трехмерного распределения взрывчатых веществ (N, O, C) в большом образце (0.25 м³).

Подтверждена гипотеза [11], [12] о многократном рассеянии на резонансных ядрах внутри образца кванта γ -излучения, испущенного без отдачи, из распада изомерного состояния возбужденного ядра, что может привести к созданию более совершенных сцинтилляторов.

Сорбенты С100 и А400 лучше выделяют Pt, Au, Ir, Re, Pd из раствора HCl по сравнению с сорбентами Dowex 50W×8, КУ-2-8 [13], [14] и Dowex 1 [15]. Золото хорошо экстрагируется трибутилфосфатом (ТБФ) и триоктиламином (ТОА) из HCl, H₃PO₄ и HNO₃ [16], [17]. Золото выделяется в ионообменных системах на сорбенте Dowex-1-8 из раствора HCl или H₃PO₄, а также в системе сорбент АВ-17 – раствор HNO₃ [18], [19]. Однако Ag в этих системах не выделяется. По нашим данным, трибутилфосфат одновременно экстрагирует Au и Ag из раствора 1М HBr в виде комплексов H[AuBr₄]·3ТБФ и H[AgCl₂]·3ТБФ.

Радиоактивность ²³⁹Pu, ²³⁹Np, продуктов деления ²³⁵U не позволяет провести радиохимический анализ образца чистого U [20], [21]. Предварительное концентрирование элементов из раствора необлученного образца позволило провести анализ высокочистого U [22].

Трибутилфосфат и триоктиламин, рекомендованные в [23], [24], [25] для экстрагирования Hg, Te, Sb и J, оказались неэффективными для анализа Mn_xHg_{1-x}Te. По данным [16], [18], селективное отделение Hg, Te, Sb, J от 20 элементов получается в системе сорбент АВ-17 – раствор 1 М HCl. Наши данные показали, что лучше подходит раствор 4 М HCl [26].

Цель и задачи

Цель диссертации – развитие комплекса спектрометрических и радиохимических процедур, алгоритмов моделирования процесса облучения нейтронами образцов, матрица которых имеет большое сечение взаимодействия с нейтронами, совершенствование методик исследования состава геологических образцов и высокочистых материалов. В диссертации решены следующие задачи:

1. Разработаны методики анализа образцов с большим сечением поглощения нейтронов. Решена задача спектрометрии нейтронов в каналах реактора ВВР-М, определены оптимальные условия обучения и регистрации спектров γ -излучения исследуемых образцов.

2. Разработаны расчетные методики нейтронно-активационного анализа (НАА) больших образцов ($V > 50 \text{ см}^3$), увеличена точность расчета эффективности регистрации полупроводникового детектора из высокочистого германия (HPGe) для объемной геометрии образца. Методом Монте-Карло рассчитано распределение плотности потока тепловых и эпитепловых нейтронов внутри образа. Решена задача идентификации, количественного определения и трехмерного пространственного распределения C, N, O в большом объеме.

3. Разработаны процедуры ионообменного и экстракционного выделения Au, Ag, Pt, Pd, Ir, Re из растворов геологических образцов в HCl и HBr сорбентами А400, С100 и экстрагентом трибутилфосфат с факторами очистки 10^3 – 10^6 .

4. Для необлученного образца U в системе ТБФ – 6М HNO₃ разработана процедура предварительного концентрирования и количественного определения элементов, в том числе входящих в состав продуктов деления ²³⁵U.

5. Для высокочистого полупроводникового монокристалла Mn_xHg_{1-x}Te разработана процедура отделения Hg, Te, Sb, J от 22 элементов с фактором очистки 10^9 в системе сорбент АВ-17 – раствор HCl.

6. Рассчитан вклад вторичного K _{α} излучения более тяжелых элементов в возбуждение вторичного K _{α} излучения более легких элементов при возбуждении рентгеновского спектра образцов ZnSe(Te), CrFe, FeNi излучением внешнего источника рентгеновского излучения.

7. Выбраны низкофоновые конструкционные материалы детектора электронного антинейтрино. Из сульфированного сополимера стирола с дивинилбензолом, содержащим в 10 раз больше Gd³⁺, чем сцинтиллятор BC-525 создана мишень детектора электронного антинейтрино. Измерено изменение наблюдаемого периода полураспада изомерного уровня ^{161m}Dy от количества резонансных ядер в его окружении, что позволило оценить влияние резонансного окружения ¹⁵⁷Gd на быстроедействие детектора электронного антинейтрино.

Научная новизна

1. Рассчитано отношение плотности потоков эпитепловых и тепловых нейтронов с учетом температуры нейтронов.

2. Одноуровневый и многоуровневый формализм Брейта – Вигнера использован для расчета сечений ядерных реакций радиационного захвата, деления, упругого и потенциального рассеяния. Расчет выполнен с учетом резонансной интерференции и изменения формы резонансных линий от температуры среды. Смоделированы спектры γ -излучения, образующиеся в результате неупругого рассеяния нейтронов с энергией 14 МэВ на ядрах атомов химических элементов, характерных для взрывчатых веществ.

3. Для растворов сложного солевого состава геологических образцов исследована кинетика сорбции Au, Pt, Re на сорбенте А400 из раствора HCl. Измерены кривые элюирования, профили распределения по длине хроматографической колонки, зависимость коэффициентов распределения Au, Ag, Pt, Re, Ir и еще 20 элементов от концентрации кислот в ионообменной системе сорбент С100 – раствор HCl, и в экстракционной системе трибутилфосфат – раствор HBr.

4. Измерен вклад продуктов деления ^{235}U и ^{239}Np в результаты радиохимического анализа чистого U. Измерено содержание элементов из состава продуктов деления ^{235}U (Mo, Ce, Eu, Gd, Tb) в образцах чистого урана. Для высокочистых полупроводниковых монокристаллов типа A_2B_6 определена зависимость коэффициентов распределения Hg, Te, Sb, J и 26 элементов от концентрации HCl и зависимость коэффициента распределения Te от его собственной концентрации в системе сорбент АВ-17 – раствор $\text{Mn}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ в HCl. Для образцов высокочистого полупроводникового монокристалла $\text{ZnSe}(\text{Te})$ определена стехиометрия, оптические свойства и радиационная стойкость.

5. Измерены кинетические и термодинамические константы сорбции Gd^{3+} на сорбенте С100 из водных и солянокислых растворов, определены лимитирующие стадии процесса. Экспериментально установлено, что γ -квант из распада без отдачи изомерного уровня в основное состояние может многократно рассеиваться на резонансных ядрах в образце.

Теоретическая и практическая значимость работы

Диссертация затрагивает фундаментальные вопросы исследования распада возбужденных мёссбауэровских ядер в условиях резонансного окружения, вопросы спектрометрии нейтронного, гамма и рентгеновского излучений. В диссертации исследованы

кинетика и термодинамика массопереноса элементов в ионообменных и экстракционных системах. Полученные данные могут быть использованы в решении фундаментальных задач ядерной и нейтронной физики, ядерной спектроскопии и аналитической химии.

1. Проведен входной контроль сырья и готовых изделий при выращивании монокристаллов типа A_2B_6 , (Институт монокристаллов, Харьков) сцинтилляционных керамик $Gd_2O_2S(Pr,Ce)$ (ГОИ, СПб.). Установлено, что относительный (CsJ) световой выход $Gd_2O_2S(Pr,Ce)$ увеличивается до 40 %, когда содержание Ce уменьшается до 10^{-5} %, а легирование Tb ($\sim 10^{-6}$ %) снижает послесвечение до 0.05 % после 5 мс. Присутствие примеси Cd в сырье при выращивании $Mn_xHg_{1-x}Te$ приводит к внедрению ионов Cd^{2+} в решетку монокристалла. Ион Cd снижает ионность связи Hg–Te, снижает энергию образования и диффузии дефектов, приводит к температурной и временной нестабильности электрофизических свойств монокристалла $Mn_xHg_{1-x}Te$. Применение вторичного Ка излучения Cd, возбуждаемого излучением ^{241}Am для возбуждения рентгеновского спектра образцов $ZnSe(Te)$, снизило фон в спектре образца и увеличило чувствительность РФА методики определения стехиометрии образца.

2. Результаты анализа больших образцов нефти использованы ВСЕГЕИ для оценки рентабельности и приоритета разработки 100 месторождений Восточной Сибири. Аттестована методика измерения массовой доли Zn в пробах нефти методом НАА, свидетельство ВНИИМ № 242/100-09 от 14.12.2009. Впервые измерено трехмерное распределение взрывчатых веществ в больших объектах с разрешением ± 2.5 см и вероятностью обнаружения 90 %. Создана установка контроля багажа на наличие взрывчатых веществ (фирма РАТЭК).

3. Измерено содержание Au, Pt, Re, Ir, Ag в образцах Милоградского месторождения. Месторождение стало четвертым в мире эпитемальным Au-Ag месторождением с платиновой минерализацией, что является уникальным геологическим явлением. Подтверждена гипотеза о формировании минералов Au, Ag, Pt, Pd, Ir, Re в импактных породах. Определено содержание Au и Ag в хвостах Алмалыкского и Чадакского ГОК, прошедших стадию цианирования и извлечения. Установлено, что при обработке хвостов СВЧ-полем, железо, ассоциированное с Au и Ag, переходит в ферромагнитное состояние Fe_3O_4 . После обработки хвостов СВЧ-полем в магнитной фракции содержание Au и Ag увеличивалось в 10 раз.

4. Создана мишень, детектирующая $\tilde{\nu}_e$ по регистрации нейтрона, которая имеет в 8 раз большую эффективность регистрации нейтрона, чем жидкий сцинтиллятор BC-525 того же размера.

Методология и методы исследования

В работе использованы методы ядерной спектроскопии, спектрометрии нейтронного и γ -излучений, нейтронно-активационный, нейтронно-радиационный и РФА анализы. Методом Монте-Карло моделировались процессы облучения больших образцов нейтронами и процессы регистрации детекторами NaJ(Tl) и LYSO спектров γ -излучения этих образцов. В работе использованы методы экстракционной и ионообменной хроматографии.

Положения, выносимые на защиту

1. Спектрометрия нейтронного и γ -излучений, определение оптимальных условий облучения и получения требуемого соотношения сигнал–фон в спектре γ -излучения исследуемого образца, матрица которого имеет большое сечение взаимодействия с нейтронами.
2. Совокупность инструментальных процедур и алгоритмов моделирования для развития методик идентификации, количественного определения и оценки трехмерного пространственного распределения примесей в большом объекте.
3. Исследования ионообменных и экстракционных процессов в ионообменных системах сорбент А400 – раствор HCl, сорбент АВ-17 – раствор HCl, сорбент С100 – раствор HCl, в экстракционных системах трибутилфосфат – раствор HBr, трибутилфосфат – раствор HNO₃.
4. Исследования элементного состава геологических образцов и высокочистых материалов и оценка влияния состава на свойства высокочистых материалов.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность результатов обеспечена применением надежных физико-химических методов исследования. Статистическая обработка полученных данных показала высокую повторяемость и хорошее совпадение некоторых результатов с опубликованными теоретическими прогнозами ведущих специалистов в области ядерной и нейтронной физики. Достоверность результатов подтверждается результатами межлабораторных сравнительных исследований состава геологических образцов (ПИЯФ, ВНИИМ, ДВГИ ДВО РАН, ИГЕМ РАН). Во ВНИИМ им Д.И. Менделеева аттестована методика выполнения измерений массовой доли цинка в пробах нефти методом нейтронно-активационного анализа, № 242/100-09 от 14.12.2009.

Методики анализа и результаты исследования элементного состава больших образцов нефти из месторождений Восточной Сибири (договор с ВСЕГЕИ) и археологических образцов Перуанской керамики вошли в четыре отчета МАГАТЭ за 2009–2012 гг. по проекту "Application of Large Sample Neutron Activation Analysis for Inhomogeneous Bulk Archaeological Samples and Bulk objects" и в сборник технической документации МАГАТЭ "Advances in Neutron Activation Analysis of Large Objects with Emphasis on Archaeological Examples", IAEA-TECDOC-1838 за 2018 год.

Работа поддержана грантами:

«Разработка методик инструментального и радиохимического нейтронно-активационного анализа высокочистых материалов» (2002–2004 гг., грант STCU Uzb26); «Исследование влияния резонансного (мёссбауровские ядра) окружения на характеристики распада изомерных состояний атомных ядер в наносекундной области» (2006 г., грант РФФИ 05-02-16018); «Поиск осцилляций стерильного нейтрино» (2013–2015 г., грант РФФИ 12-02-12111-офи_м).

Экспериментальные результаты были представлены на следующих конференциях:

«Ядерная и радиационная физика», 11 международная конференция (Алматы, 12–15 сентября 2017); «Ядро-2017», международная конференция (Алматы, 12-15 сентября 2017); «Ядерная наука и ее применение», VIII Евразийская научно-практическая конференция (Алматы, 12–15 сентября 2017); «Радиационные технологии. Ядерная медицина», научно-практическая конференция (НИИТФА, Кыргызская Республика, 11–13 октября 2016); «Ядерная и радиационная физика», 10-я международная конференция (Курчатов, Республика Казахстан, 8–11 сентября 2015); «Радиационные технологии: достижения и перспективы развития», 2-я конференция (Ялта, ОАО «НИИТФА», 21–23 октября 2014); «Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике», 16-я международная научно-практическая конференция (Санкт Петербург, 5–6 декабря 2013); «Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике», 14-я международная научно-практическая конференция (Санкт Петербург, 4–5 декабря 2012); «Исследовательские реакторы в разработке ядерных технологий нового поколения и фундаментальных исследованиях», международная научная конференция (ГНЦ НИИАР, Димитровград, Россия, 5–9 декабря 2011); «Ядерная и радиационная физика», 8-я международная конференция (Алматы, 20–23 сентября 2011); «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике», 9-я международная конференция (Санкт Петербург, Россия, 22–23 апреля 2010); Application of Large Sample Neutron Activation Analysis Techniques for Inhomogeneous Bulk Archaeological Samples and

Large Objects, совещание МАГАТЭ (Вена, 19–23 января 2009); Application of Large Sample Neutron Activation Analysis Techniques for Inhomogeneous Bulk Archaeological Samples and Large Objects, совещание МАГАТЭ (Делфт, Нидерланды, 17–21 мая 2010); The 10th conference modern trends in activation analysis (USA, Maryland, 19–23 Apr. 1999); The 4th international conference on modern problems of nuclear physics (Tashkent, Sept. 2001); The 14th radiochemical conference (Marignske Lazlo, 14–19 апреля 2002); The 3d conference “Radioisotopes and their applications” (Tashkent, 8–10 October 2002); «Современные проблемы ядерной физики», 15-я международная конференция (Самарканд, 12–15 августа, 2003).

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и заключения. Диссертация содержит 248 страниц машинописного текста, включая 97 таблиц и 173 рисунка. Работы опубликованы в 31 публикации, из них 25 в реферируемых журналах.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Глава 1. Расчетные методы для нейтронно-активационного анализа

В главе описана методика НАА больших образцов и методика «одного монитора». Анализ больших образцов это новое направление в НАА. В отличие от обычного инструментального НАА (ИНАА) анализ больших образцов увеличил число определяемых элементов, улучшил пределы обнаружения, а метод меченых нейтронов позволил оценить их трехмерное пространственное распределение в образце. Методика одного монитора уменьшила затраты рабочего времени, сократила количество радиоактивных материалов в процедуре анализа, уменьшила затраты на дорогостоящие стандарты.

Учет изменения формы резонансных линий от температуры среды, учет взаимного влияния соседних резонансов друг на друга усовершенствовал одно- и многоуровневую модель Брейта – Вигнера для расчета сечений ядерных реакций (n,γ) , (n,f) , (n,n) и (n,n') . Разработана процедура моделирования методом Монте-Карло распределения плотности потока нейтронов в объеме большого образца в процессе его облучения, по экспериментальным значениям плотностей нейтронных потоков Φ_{th} и Φ_{epi} на поверхности образца и с учетом влияния температуры на сечения ядерных реакций. Расчет распределения плотности потока нейтронов в цилиндрическом образце NaCl $R=4.95$ см, $H=12.5$ см, $\rho=1.38$ г/см³ в изотропном тепловом поле нейтронов 10^{13} с⁻¹·см⁻² тестировали программой MCNP4C. Распределение нейтронного потока вдоль радиуса R , в центральном горизонтальном сечении, от оси симметрии к краю образца дано на **рисунке 1.1**. Учет вклада эффекта Комптона улучшил точность расчета по формуле Вартанова эффективности $\varepsilon(E)$ регистрации HPGe детектора (**рисунок 1.2**) и точность спектрометрических измерений большого образца.

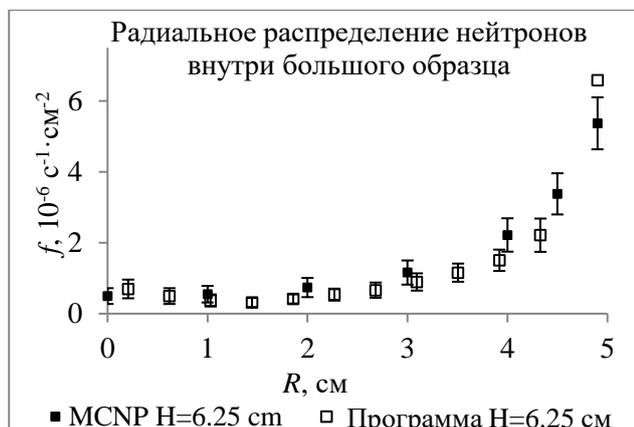


Рисунок 1.1

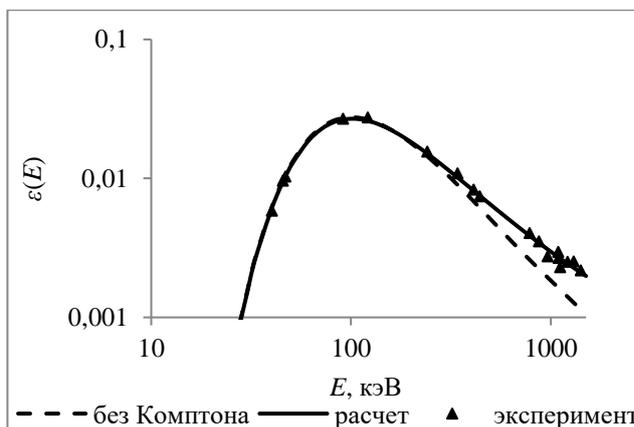


Рисунок 1.2

Измерения концентрации Zn в больших стандартных образцах нефти показали, что погрешность измерений составляет 15 %. Методика в 3 раза увеличила количество определяемых элементов (40–46) и в 5–100 раз улучшила пределы их обнаружения (10^{-9} – 10^{-10} %) [27] по сравнению с обычным НАА. Аттестована методика измерения массовой доли цинка в пробах нефти (свидетельство № 242/100-09 от 14.12.2009, ВНИИМ).

Разработана методика «одного монитора» ^{58}Fe для определения содержания элементов в образцах [28] по экспериментально измеренным плотностям потока тепловых Φ_{th} и эпитепловых Φ_{epi} нейтронов и по ядерно-физическим константам аналитических изотопов определяемых элементов и монитора. Массу элемента в образце рассчитывали по формуле $m_i = m_m \frac{P_i M_i \theta_m \varepsilon_m \hat{\sigma}_m B_m D_i}{P_m M_m \theta_i \varepsilon_i \hat{\sigma}_i B_i D_m}$. В формуле индекс m соответствует монитору, а i – определяемому элементу. Здесь $\hat{\sigma} = \left(\sigma_m + \frac{\Phi_{epi}}{\Phi_{th}} I_m \right) / \left(1 + \frac{\Phi_{epi}}{\Phi_{th}} \right)$ – эффективное сечение активации; σ и I – сечение активации на тепловых нейтронах и резонансный интеграл активации; P – интенсивность аналитического γ -излучения; ε – эффективность детектора; θ – распространенность изотопа; B и D – коэффициенты для учета длительности облучения и времени распада образца до момента регистрации спектра; M – атомный вес. Методику тестировали, анализируя стандартные образцы. Результаты тестирования даны в **таблице 1.1**. Методика «одного монитора» сократила затраты времени, количество используемых радиоактивных материалов и упростила процедуру анализа.

Таблица 1.1 – Результаты ИНАА стандартных образцов

Стандарт	Элемент	С, % сертификат	С, % эксперимент
NIM-GBW07405	Se	1.6±0.2	1.8±0.3
NIM-GBW07405	Ta	1.8±0.1	1.9±0.3
NIM-GBW07405	Au	0.26±0.01	0.27±0.01
SRM-2704	Mn	555±19	550±20
SRM-2704	Co	14.0±0.6	14.5±0.5

Глава 2. Спектрометрия нейтронного и гамма-излучения в развитии методик НАА

Для увеличения точности абсолютных методик НАА величину Φ_{epi}/Φ_{th} в зоне облучения образца рассчитывали с учетом температуры нейтронов T_n . Величину T_n измерили по радиоактивности двух мониторов ^{175}Lu (1/v монитор) и ^{176}Lu . T_n определили из условия $f(T) = 0$:

$$f(T) = \left(R_{Cd}^{1/v} \left(S^{1/v}(T) + \frac{4}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{kT}{E_{Cd}}} \right) - S^{1/v}(T) \right)^{-1} - \left(g(T)K - A_{Ou} \left(A_{Ou}^{1/v} \right)^{-1} \right) \left(A_{Ou} S^{1/v}(T) \left(A_{Ou}^{1/v} \right)^{-1} - S(T)K' \right)^{-1}, \quad (2.1)$$

где S – приведенный избыточный резонансный интеграл, $\Delta(E/kT)$ – функция переходной области; $E_0=0.0253$ эВ; A – удельная радиоактивность мониторов; $g(T)$ – коэффициент Весткотта; k – постоянная Больцмана; $\sigma_a(E)$ – сумма Брейт–Вигнеровских резонансов и 1/v компоненты; $R_{Cd}^{1/v}$ – кадмиевое отношение 1/v монитора; K и $K^{1/v}$ – коэффициенты, зависящие от $\sigma_a(E)$ и плотности потока нейтронов; $E_{Cd} = 0.55$ эВ – энергия отсечки для Cd толщиной 0.5 мм. Рассчитаны зависимости $g(T)$ и $S(T)$ для изотопов Lu (рисунки 2.1–2.3).

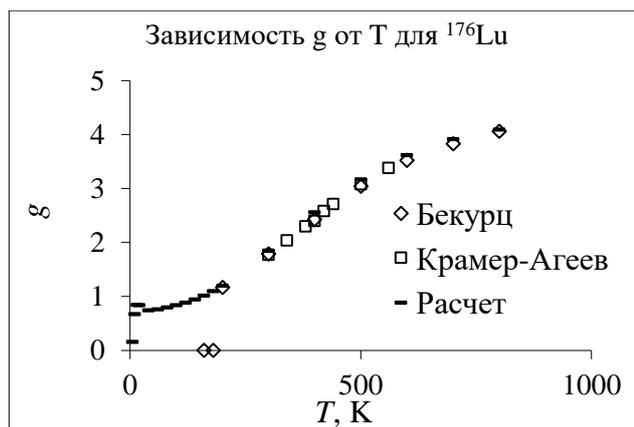


Рисунок 2.1

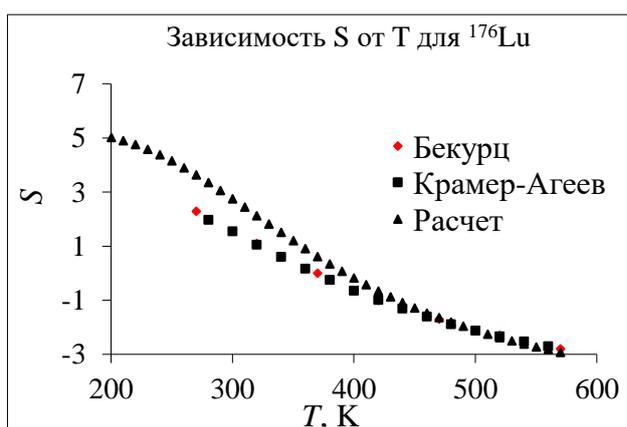


Рисунок 2.2

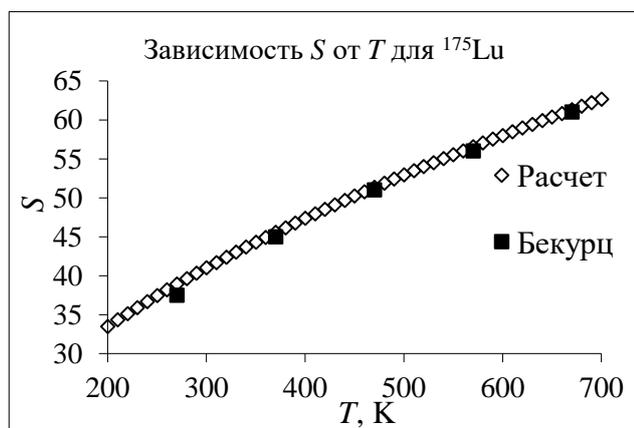


Рисунок 2.3

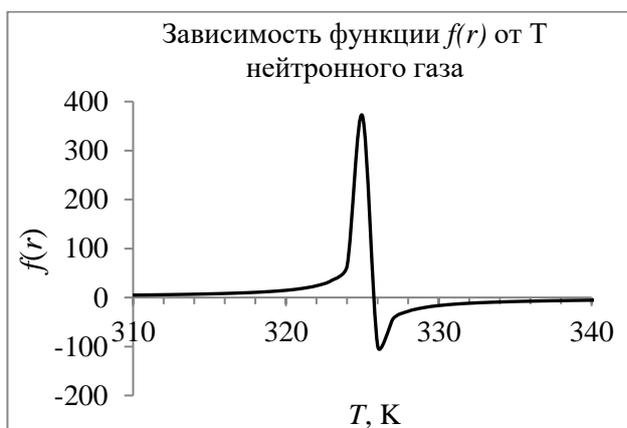


Рисунок 2.4

Из рисунка 2.4 видно, что температура нейтронов равна 326 ± 0.5 К. Расчет T_{eff} провели по формуле Ковейю $T_{eff} = T_0 \left[1 + 0.91 A \Sigma_a (kT_0) / \Sigma_s \right]$; T_0 – температура замедлителя

(воды) в экспериментальном канале реактора. Оказалось, что T_{eff} больше температуры замедлителя на 3.8 К, что соответствует снижению Φ_{th} на 1.29 %, а максимум энергетического распределения тепловых нейтронов смещается в жесткую часть спектра. На **рисунке 2.5** дан дифференциальный спектр тепловых нейтронов (нормированный на полную плотность нейтронов $\Phi_{th}=9.5 \cdot 10^{13} \text{ c}^{-1} \text{ см}^{-2}$), в поглощающей среде рассчитанные без и с учетом T_{eff} . Так как $T_{eff} - T_0 = (\Phi_{epi}/\Phi_{th})\Theta$, где $\Theta=1.65T_0$ следует, что $\Phi_{epi}/\Phi_{th}=0.067$. Таким образом, увеличение температуры на 3.8 К приводит к уменьшению плотности потока тепловых нейтронов на 1.29 %, увеличению отношения Φ_{epi}/Φ_{th} на 1.6–1.7 % и увеличению точности результатов нейтронно-активационных и нейтронно-радиационных методов контроля состава вещества.

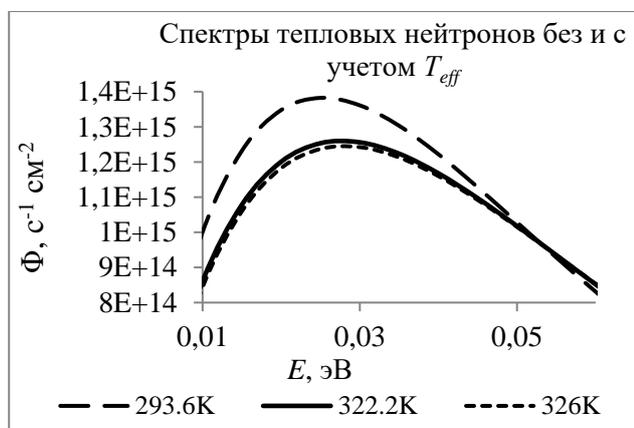


Рисунок 2.5

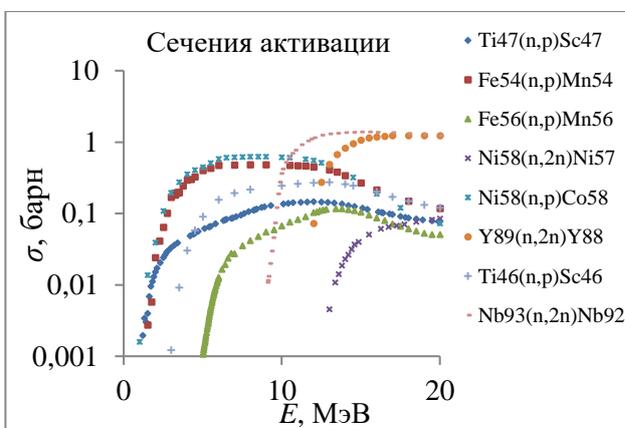


Рисунок 2.6

Точность результатов НАА зависит от точности определения нейтронного поля в зоне облучения образца и стандарта. Плотность потока и энергетическое распределение быстрых нейтронов определяли по пороговым мониторам. Используя свертку функций сечения радиационного захвата от энергии нейтрона $\sigma(E)$ (**рисунке 2.6**) и спектра нейтронов, рассчитаны эффективные сечения σ_{eff} и пороговые энергии E_{eff} мониторов для нашего реактора (**таблица 2.1**). Функция $\sigma(E)$ читана с учетом изменения формы резонансных линий от температуры среды и влияния соседних резонансов друг на друга.

Таблица 2.1 – Ядерно-физические параметры пороговых мониторов

Реакция	E_{eff} , МэВ	σ_{eff} , мбарн	E_{γ} , кэВ	Реакция	E_{eff} , МэВ	σ_{eff} , мбарн	E_{γ} , кэВ
$^{115}\text{In}(n,n)^{115m}\text{In}$	1.2	288	336.3	$^{47}\text{Ti}(n,p)^{47}\text{Sc}$	3.87	146	159.4
$^{58}\text{Ni}(n,p)^{58}\text{Co}$	2.5	375	810.8	$^{46}\text{Ti}(n,p)^{46}\text{Sc}$	4.66	153	889.2
$^{58}\text{Ni}(n,2n)^{57}\text{Ni}$	13.7	38	1377.7	$^{93}\text{Nb}(n,2n)^{92m}\text{Nb}$	10.4	427	934.5
$^{54}\text{Fe}(n,p)^{54}\text{Mn}$	3.0	385	834.8	$^{89}\text{Y}(n,2n)^{88}\text{Y}$	12.7	957	1836.1
$^{56}\text{Fe}(n,p)^{56}\text{Mn}$	6.4	56,6	864.8				

E_γ – энергия аналитического γ -излучения. Дифференциальный спектр быстрых нейтронов рассчитан по формуле $\varphi_i(E) = \frac{\Phi_i - \Phi_{i+1}}{E_i - E_{i+1}}$, где Φ_i и E_i – поток и пороговая энергия i -го монитора. Плотность потока и энергетическое распределение эпитепловых нейтронов рассчитывали по резонансным мониторам, для которых радиоактивность на 90–95 % связана с одним (основным) резонансом [29]. Коэффициенты самоэкранирования эпитепловых нейтронов обычно рассчитывают методом Трубе по основному резонансу без учета $1/v$ составляющей сечения. Коэффициенты самоэкранирования эпитепловых нейтронов материалом монитора были рассчитаны с учетом этих ограничений (**формула 2.2**), что увеличило точность расчета.

$$G_{epi} = \frac{I_{eff,act}}{I_{act}} = \frac{2\sigma_{act}^{1/v}(E_c) + \sum_i \frac{\lambda_i I_{\infty,i}}{\sqrt{1+2Nd\sigma_{i,0}}}}{2\sigma_{act}^{1/v}(E_c) + \sum_i \lambda_i I_{\infty,i}}, \quad (2.2)$$

где $I_{eff,act}$ – эффективный резонансный интеграл активации, I_{act} – резонансный интеграл активации; $\sigma_{act}^{1/v}(E_c)$ – $1/v$ составляющая сечения в нижней границе E_c резонансной области; $I_{\infty,i} = \frac{\pi}{2} \sigma_{i,0} \frac{\Gamma_i}{E_{r,i}}$ – резонансный интеграл i -го резонанса при бесконечном разбавлении; $E_{r,i}$ и $\sigma_{i,0} = 4\pi \left(\frac{\lambda_{r,i}}{2\pi}\right)^2 g \frac{\Gamma_{n,i}}{\Gamma_i}$ – энергия и сечение активации в максимуме i -го резонанса; $g = \frac{2J+1}{2(2I+1)}$ – статистический весовой множитель; $\lambda_{r,i}$ – длина волны де Бройля i -го резонанса; $\Gamma_i, \Gamma_{n,i}, \Gamma_\gamma$ – полная нейтронная гамма-ширина i -го резонанса; $\lambda_i = \frac{w_i}{\sum_i w_i}$ – доля активации за счет i -го резонанса, приводящая к рассматриваемой активности; $w_i = \left(\frac{\Gamma_\gamma (2J+1)\Gamma_n}{E_r^2 (2I+1)\Gamma}\right)_i$ – вес i -го резонанса [30]; J – спин i -го резонанса; I – спин ядра мишени; N – количество атомов в 1 см^3 . Для облучения мониторов в кадмиевом экране толщиной $d_{Cd} = 1 \text{ мм}$ были рассчитаны коэффициенты кадмиевой экранировки F_{Cd} для мониторов In, Au, La и Mn разной толщины (**рисунок 2.6**). Рассчитаны зависимости коэффициента самоэкранирования эпитепловых нейтронов от толщины монитора d (**рисунок 2.7**).

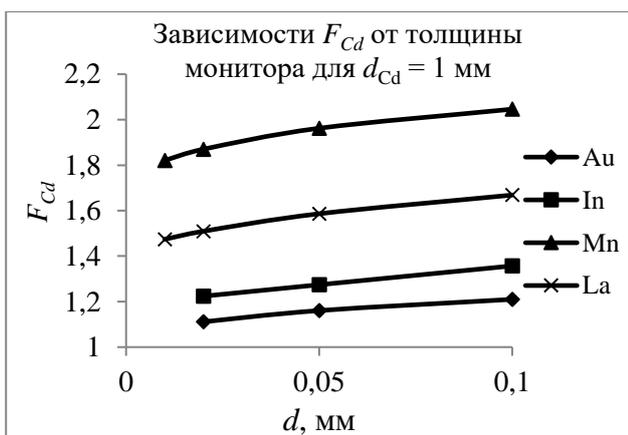


Рисунок 2.6

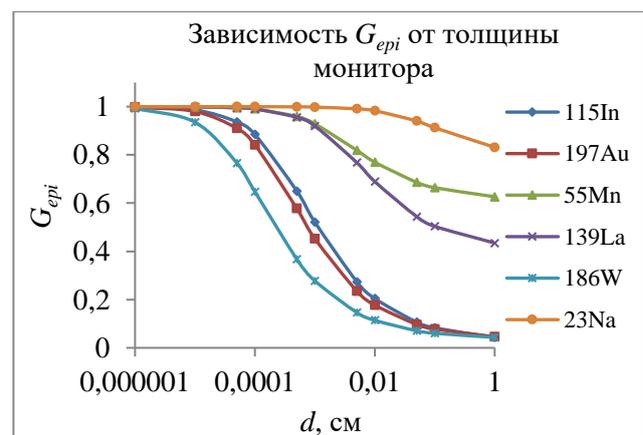


Рисунок 2.7

Энергетическое распределение нейтронов в канале В4 реактора ВВР-М дано в **таблица 2.2**.

Таблица 2.2 – Плотности потока нейтронов в канале В4 реактора ВВР-М

Реакция	Энергия нейтронов	f , см ⁻² с ⁻¹	Реакция	Энергия нейтронов	f , см ⁻² с ⁻¹
$^{58}\text{Fe}(n,\gamma)^{59}\text{Fe}$	0.0253 эВ	$(8.7\pm 0.8)\cdot 10^{13}$	$^{58}\text{Ni}(n,p)^{58}\text{Co}$	2.5–14.5 МэВ	$(1.5\pm 0.1)\cdot 10^{11}$
$^{59}\text{Co}(n,\gamma)^{60}\text{Co}$	0.0253 эВ	$(7.7\pm 0.5)\cdot 10^{13}$	$^{54}\text{Fe}(n,p)^{54}\text{Mn}$	3–14.5 МэВ	$(1.2\pm 0.1)\cdot 10^{11}$
$^{115}\text{In}(n,\gamma)^{116m1}\text{In}$	1.457 эВ	$(1.6\pm 0.1)\cdot 10^{13}$	$^{56}\text{Fe}(n,p)^{56}\text{Mn}$	6.4–14.5 МэВ	$(1.2\pm 0.1)\cdot 10^{10}$
$^{59}\text{Co}(n,\gamma)^{60}\text{Co}$	130 эВ	$(2.7\pm 0.2)\cdot 10^{12}$	$^{93}\text{Nb}(n,2n)^{92m}\text{Nb}$	10.4–14.5 МэВ	$(1.1\pm 0.1)\cdot 10^8$
$^{115}\text{In}(n,n)^{115m}\text{In}$	1.2–14.5 МэВ	$(5.9\pm 0.5)\cdot 10^{11}$			

На **рисунке 2.8** даны распределения плотности потока тепловых нейтронов f_{th} в горизонтальных сечениях контейнера для облучения в канале В10. Плотность потока тепловых нейтронов выше у дна контейнера, так как оно было на уровне центра активной зоны реактора. Распределение плотности потока быстрых нейтронов f_{fast} по высоте канала В3 измеряли по радиоактивности никелевых мониторов и рассчитали в программе MCNP4C. Результаты совпали в пределах 2–10 % (**рисунк 2.9**). Плотность потока нейтронов по высоте и в горизонтальном сечении контейнера для облучения изменяется в 1.1–2 раза (**рисунки 2.8 и 2.9**).

Распределение f_{th} в горизонтальных сечениях в канале В10

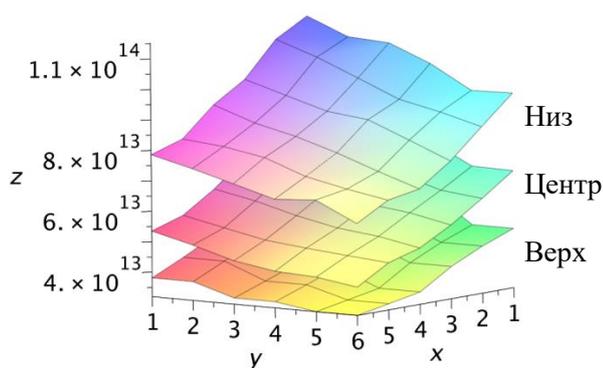


Рисунок 2.8

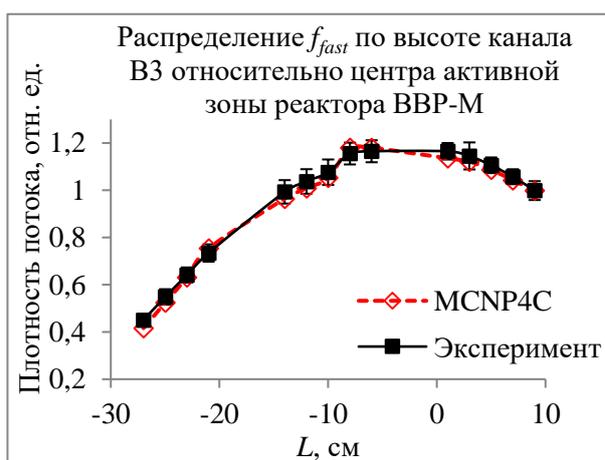


Рисунок 2.9

Чтобы обеспечить одинаковые условия облучения двух ампул, со стандартом и образцом, их располагали рядом и фиксировали алюминиевой фольгой. При этом погрешность измерений не превышала 3 %. При большом количестве образцов все образцы и стандарт сопровождалась монитором потока. Монитор потока – железная проволока диаметром 0.1 мм. Учет распределения нейтронных потоков обеспечивал погрешность измерений 3–5 %.

Метод меченых нейтронов (ММН) для обнаружения взрывчатых веществ (ВВ) [31]. Традиционно ВВ определяют методом масс-спектрометрии или газовой хроматографии по парам ВВ в воздухе. Если ВВ упакованы герметично, эти методы бесполезны. Вероятность

определения ВВ на выведенном из реактора пучке тепловых нейтронов составила 70 %. Анализ ядерных данных показал, что реакция неупругого рассеяния быстрого нейтрона с энергией более 5 МэВ на ядрах атомов Н, О, N, С имеет сечения и выход аналитического γ -излучения больше, чем у всех остальных ядерных реакций. В программе MCNP4C проведено моделирование процесса облучения большого образца быстрыми нейтронами для оценки вероятности регистрации γ -излучения и определения пространственного распределения ВВ в багаже. Дано сравнение экспериментальных и расчетных данных. Для моделирования и эксперимента выбрали: нейтронный генератор ИНГ-07Д; детектор NaI(Tl) 150×100 мм; исследуемый объект – куб с ребром 50 см, состоящий из ячеек с ребром 10 см. Состав центральной ячейки соответствовал гексогену (Н – 7 %, С – 49 %, N – 6 %, О – 33 %, F – 5 %), а остальных – багажу (Н – 4.2 %, С – 24 %, N – 32 %, О – 39.8 %). **Рисунок 2.10** демонстрирует хорошее совпадение экспериментально измеренного детектором NaI(Tl) спектра γ -излучения образца аммония и спектра, смоделированного в программе MCNP4C. Впервые ММН был использован для определения пространственного распределения ВВ в большом объекте. Точку взаимодействия нейтрона с ядром N рассчитывали по известным координатам возникновения нейтрона, направлению и времени вылета нейтрона из мишени генератора и времени регистрации γ -кванта. Предполагалось, что нейтрон из реакции $d + t = \alpha + n$ не меняет энергию и направление движения до точки рассеяния, а координаты, направление и время вылета нейтрона из генератора определены точно по данным встроенного в генератор координатно-чувствительного α -детектора. События, связанные с рассеянием нейтронов на ядрах азота, разбивались по ячейкам $5 \times 5 \times 5$ см³. Число восстановленных событий по ячейкам отображено на 3d графике, где по осям x и y расположены номера ячеек – n_x, n_y , а по оси z – количество γ -квантов, соответствующих заданной ячейке (**рисунок 2.11**).

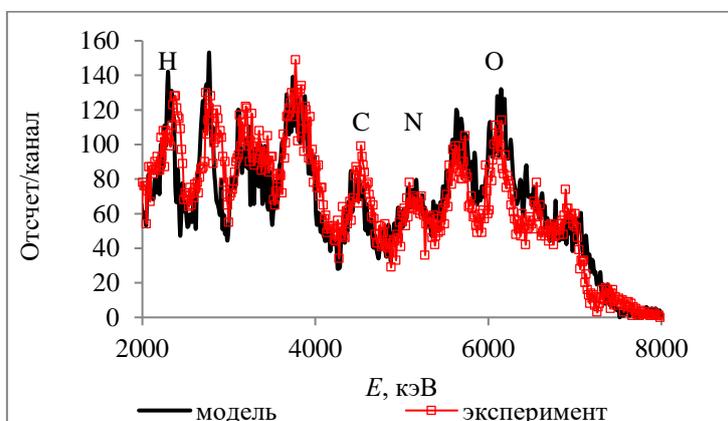


Рисунок 2.10

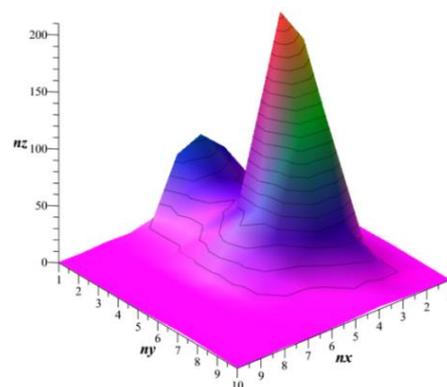


Рисунок 2.11

В ячейке, соответствующей гексогену, наблюдался максимум, в 5 раз превышающий интенсивность сигналов в соседних ячейках, что соответствует распределению атомов N в исследуемом объекте. Метод позволяет получать трехмерную информацию о распределении концентрации N в объектах размером до $50 \times 50 \times 50 \text{ см}^3$ с разрешением $5 \times 5 \times 5 \text{ см}^3$. ММН имеет вероятность обнаружения ВВ 90 %, что больше, чем обеспечивает метод на тепловых нейтронах.

Глава 3. Инструментальные и радиохимические нейтронно-активационные методики определения редких и рассеянных элементов в геологических образцах

Определить Pt в геологических образцах, если ее содержание менее $10^{-4} \%$, а содержание Ca, Ti, Sc $10^{-3} \%$ и более, практически невозможно. При облучении в реакторе Ca, Ti и Sc создают γ -излучение, которое совпадает с аналитическим излучением Pt, а большое содержание Fe, As, Na, K, W (10^{-4} –3 %) приводит к тому, что их γ -излучение создает комптоновский фон и ухудшает соотношение сигнал–фон при регистрации γ -излучения Au, Pt, Ir, Re, Pd. Для определения содержания Pt и улучшения пределов обнаружения Au, Ir, Re, Pd в образцах изучено ионообменное поведение Au, Pt, Ir, Re, Pd и матричных элементов в системе сорбент С100 – раствор HCl. Измерена зависимость коэффициентов распределения D Au, Pt, Re от концентрации HCl и зависимость коэффициента распределения Pt от ее собственной концентрации в системе С100 – HCl в статических условиях (рисунок 3.1).

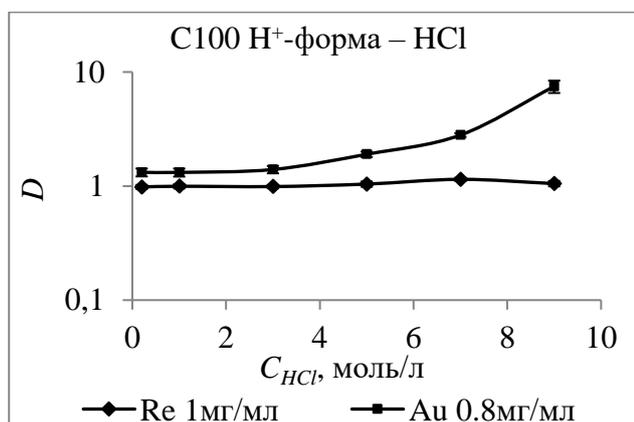


Рисунок 3.1 а

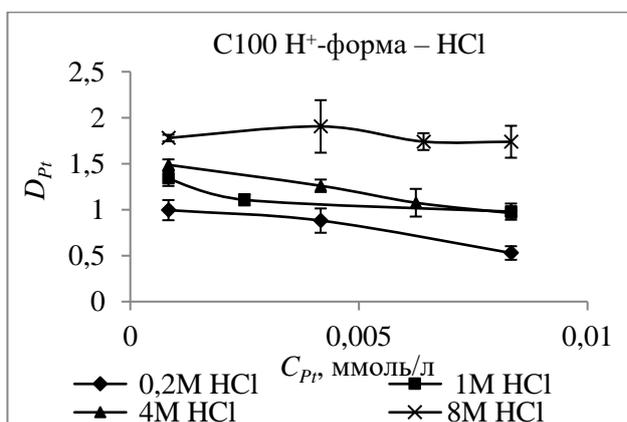


Рисунок 3.1 б

Построены кривые элюирования Au, Pt, Ir, Re, Pd и профили распределения по колонке элементов в системе сорбент С100 – раствор HCl в динамических условиях (рисунки 3.2 и 3.3). Скорость элюирования 0,5 мл/мин; A_0 и A_i – радиоактивность элемента в исходном растворе и в i -й аликвоте элюата ($V_i=1 \text{ мл}$) или в i -м слое сорбента; V – объем элюата. Разработана радиохимическая методика определения 32 элементов в образцах

импактных пород из кратера Карского метеорита с пределами обнаружения 10^{-4} – 10^{-9} % и погрешностью 3–25 %. Подтверждена гипотеза о минерализации Au, Pt, Ir, Re, Pd в импактных породах [32].

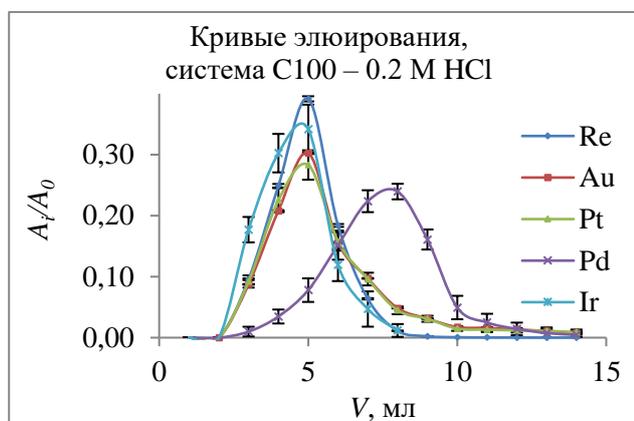


Рисунок 3.2

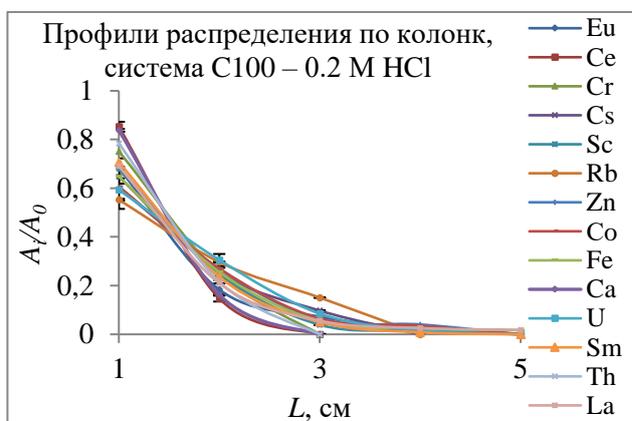


Рисунок 3.3

Изучена кинетика сорбции Au, Pt, Re в системе сорбент А400 – раствор НСl. Измерена константа скорости химической реакции по модели 1-го порядка k_1 , константы скорости и коэффициенты пленочной и гелевой диффузии комплексов $[\text{PtCl}_4]^{2-}$, $[\text{PtCl}_6]^{2-}$, $[\text{AuCl}_4]^-$, $[\text{ReO}_4]^-$ на сорбенте А400 в Cl^- и OH^- форме из 0.2 М НСl (таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Кинетические константы сорбции в системе А400 – 0.2 М НСl. RSD 10–25 %

Сорбент	Ион	B_p, c^{-1}	B_g, c^{-1}	$D_g, \text{cm}^2 \text{c}^{-1}$	k (мин $^{-1}$)	$t_{1/2}, \text{c}$
А400 OH^- форма	Pt	$3.02 \cdot 10^{-4}$	$2.74 \cdot 10^{-4}$	$1.00 \cdot 10^{-7}$	0.91	2300
А400 Cl^- форма	Pt	$4.65 \cdot 10^{-4}$	$3.39 \cdot 10^{-4}$	$1.24 \cdot 10^{-7}$	1.35	1620
А400 OH^- форма	Re	$4.79 \cdot 10^{-4}$	$3.50 \cdot 10^{-4}$	$1.28 \cdot 10^{-7}$	0.79	1360
А400 Cl^- форма	Re	$6.05 \cdot 10^{-4}$	$4.47 \cdot 10^{-4}$	$1.63 \cdot 10^{-7}$	1.05	1120
А400 OH^- форма	Au	$1.28 \cdot 10^{-3}$	$5.75 \cdot 10^{-4}$	$2.10 \cdot 10^{-7}$		485
А400 Cl^- форма	Au	$3.31 \cdot 10^{-4}$	$1.71 \cdot 10^{-4}$	$6.24 \cdot 10^{-8}$		2370

Показано, что константа k_1 больше на смоле в Cl^- форме. Измерена зависимость коэффициентов распределения D Au, Pt, Re, Ru, Ag, Ir от концентрации НСl в системе сорбент А400 – раствор НСl (рисунок 3.4). Оптимальные условия для отделения Au, Pt, Re, Ru, Ag, Ir от 25 элементов получены в 0.2 М НСl. Измерены кривые элюирования 24 элементов (рисунок 3.5) и профили распределения Au, Pt, Re, Ag, Ir по длине колонки и в системе сорбент А400 в Cl^- форме – раствор 0.2 М НСl (рисунок 3.6). Химические выходы Au, Pt, Ir, Pd, Ag, Re, определенные методом введено–найденно, близки к 100 %, RSD = 5–10 %. Определено содержание элементов в образцах кварца и адуляра с ПО 10^{-7} – 10^{-9} % и погрешностью 3–25 % [33]. Подтверждено платиновое оруднение 4-го в мире Милоградского эпитеpmального Au-Ag месторождения.

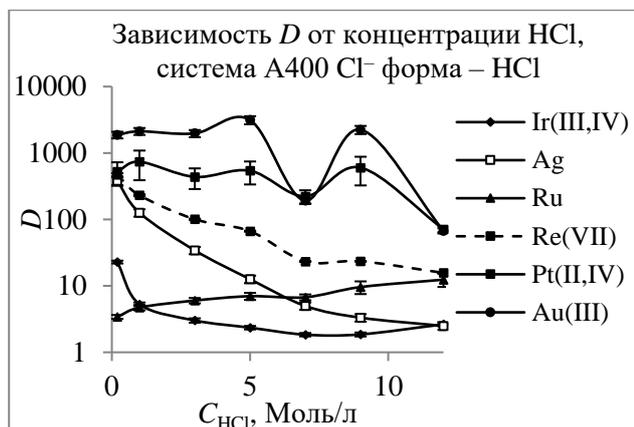


Рисунок 3.4

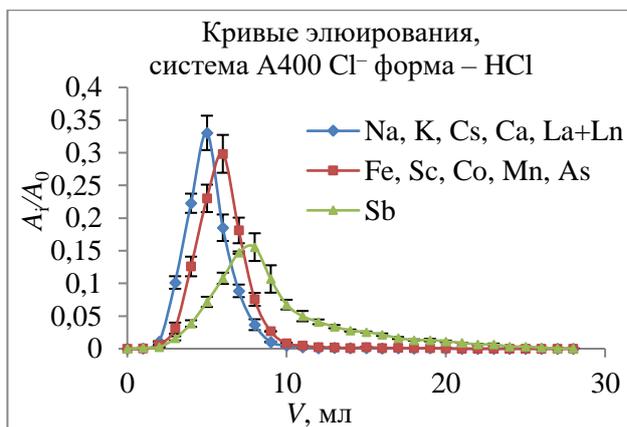


Рисунок 3.5

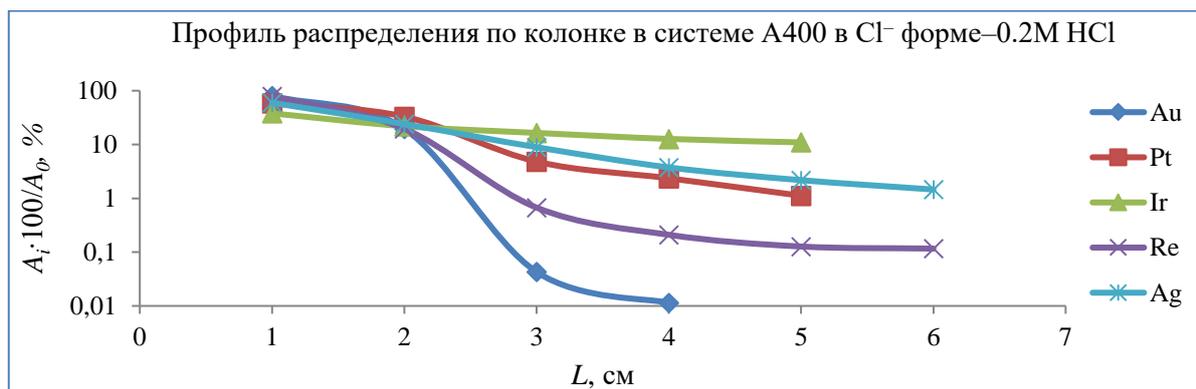


Рисунок 3.6

Изучена экстракция Ag , Au и 13 элементов в системе ТБФ – HBr . Определена зависимость коэффициентов распределения элементов от концентрации HBr . Измерены кривые элюирования и профили распределения элементов по длине колонки. Определены оптимальные условия выделения и количественного определения Ag , Au в хвостах Чадакского и Алмалыкского горно-обогатительных комбинатов, прошедших стадию цианирования и извлечения Au и Ag . При содержании Au и Ag менее 0.1 г/т химический выход составил 92–95 %, а пределы обнаружения 0.001 и 0.5 г/т соответственно. Содержание Au и Ag определяли при отработке технологии обогащения и доизвлечения Au и Ag из хвостов после их обработки СВЧ-полем для перевода Fe в ферромагнитное состояние Fe_3O_4 . После магнитной сепарации содержание Au и Ag , ассоциированных в магнитной фракции с Fe , выросло в 10 раз.

Глава 4. Инструментальные и радиохимические методики НАА элементного состава высокочистых технологических образцов с сильно активирующейся матрицей

Проблема НАА $\text{Mn}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$, $\text{ZnSe}(\text{Te})$, $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Pr}, \text{Ce}$, Co , ^{98}Mo , U – высокая радиоактивность образца и малое содержание примесей (10^{-6} – 10^{-9} %). Анализ таких образцов проводят радиохимическим методом. Оценка показала, что в анализе $\text{Mn}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$

факторы очистки от Те должны быть $\sim 10^7$, I $\sim 10^8$ и Hg $\sim 10^9$. В литературе методик с такими высокими факторами очистки нет. Измерена зависимость коэффициентов распределения Hg, Te, Sb, I от концентрации HCl в системе сорбент АВ17 – раствор HCl. Показано, что коэффициент распределения теллура D_{Te} зависит от концентраций Te и HCl (рисунки 4.1 а, б).

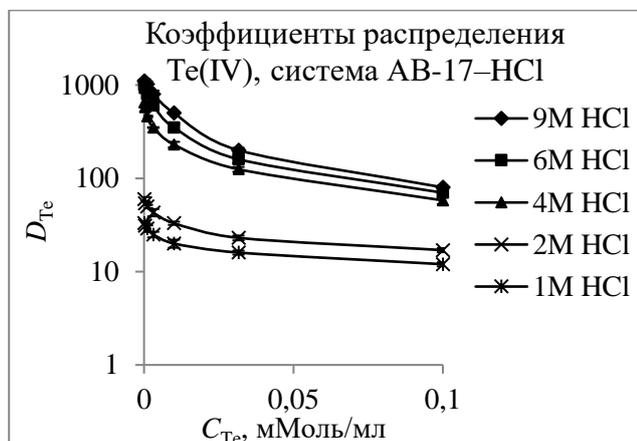


Рисунок 4.1а

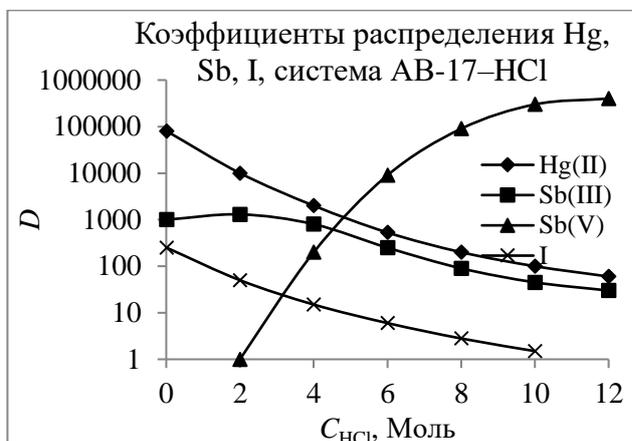


Рисунок 4.1б

Коэффициент D_{Te} падает с уменьшением концентрации HCl из-за гидролиза Te и образования его слабосорбируемых комплексов. Измерены кривые элюирования (рисунк 4.2) и профили распределения элементов по длине колонки (рисунк 4.3) в системе сорбент АВ-17 – раствор 4 М HCl. Разработана методика отделения 22 элементов от Hg, Te, I и Sb с фактором очистки больше 10^9 , химическими выходами 90–95 % и пределами обнаружения 10^{-6} – 10^{-10} % масс при анализе $Mn_xHg_{1-x}Te$.

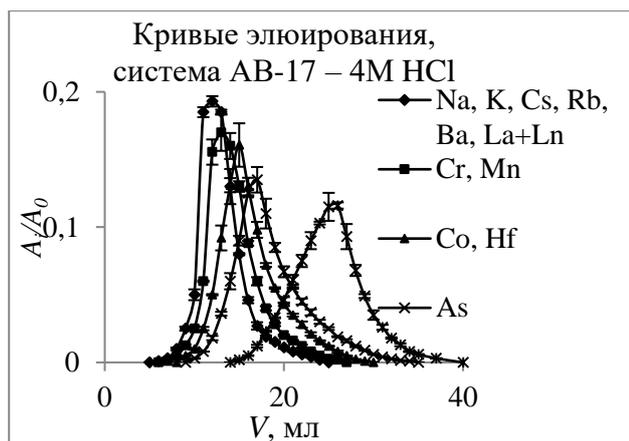


Рисунок 4.2

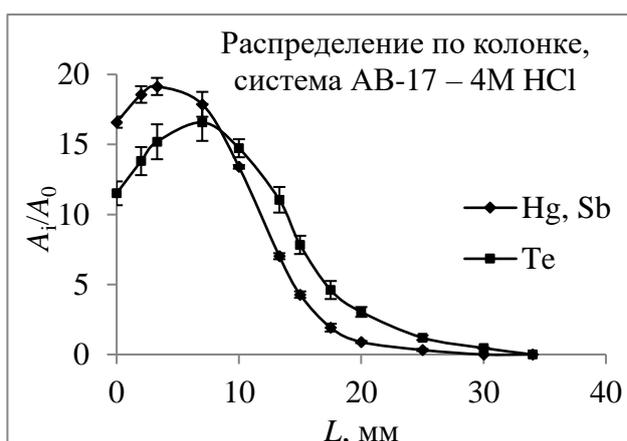


Рисунок 4.3

При реакторном облучении урана из ^{238}U нарабатывается ^{239}Np , а из-за деления ^{235}U интенсивно нарабатываются элементы с массовыми номерами 85–105 и 130–150. Для устранения влияния ^{239}Np на результаты радиохимического анализа (РХАА) образца чистого урана его экстрагировали трибутилфосфатом из раствора 6 М HNO_3 с переводом Np в

шестивалентное состояние KMnO_4 . При анализе образца весом 0.1 г концентрация элементов с массовыми номерами 85–105 и 130–150 превышает истинное значение в 2500–3000 раз. Для устранения влияния ^{239}Np и продуктов деления ^{235}U на результаты анализа образца чистого U выполнено предварительное концентрирование определяемых элементов в растворе необлученного образца в 6 М HNO_3 и количественное экстракционно-хроматографическое концентрирование матрицы образца на колонке с трибутилфосфатом, нанесенным на тефлоновый порошок. При экстракционном хроматографическом разделении элементов в системе ТБФ – 6 М HNO_3 все примеси переводятся в 50 мл элюата. Элюат выпаривается, после чего сухой остаток облучается. В спектре γ -излучения сухого остатка нет пиков Np и Pu. Результаты РНАА, ИСП МС и анализа с предварительным концентрированием даны в **таблице 4.1**. Результаты определения концентрации элементов с атомными массами 85–105 и 130–150 методом ИСП-МС дают заниженные результаты по сравнению с методикой предварительного концентрирования. Скорее всего, это связано с тем, что, с одной стороны, при проведении анализа водных растворов методом ИСП-МС в плазме разряда редкоземельные элементы формируют двухзарядные ионы, а с другой стороны, происходит диссоциация воды на атомы и ионы кислорода и водорода. Для редкоземельных элементов это приводит к интенсивному формированию многоатомных ионов типа MO_n^+ , где $n = 1, 2, 3$, а для Zr, Nb, Mo – к образованию многоатомных ионов MO^+ , MOH^+ . Это приводит к систематическому занижению результатов определения элементов соответствующих продуктам деления ^{235}U с помощью метода ИСП-МС в образцах чистого урана. Предварительное концентрирование позволило определить 26 элементов в образцах чистого U, в том числе элементы (Mo, Cs, Ce, Sm), которые входят в состав продуктов деления ^{235}U , и определить их с пределом обнаружения 10^{-5} – 10^{-9} %.

Таблица 4.1 – Результаты анализа элементного состава образца чистого U

Элемент	Концентрация, масс %			Элемент	Концентрация, масс %		
	РНАА	Пред. кон.	ИСП МС		РНАА	Пред. кон.	ИСП МС
Na	$2.0 \cdot 10^{-5}$	$4.2 \cdot 10^{-2}$	$4.0 \cdot 10^{-2}$	Ce	5.3	$2.0 \cdot 10^{-4}$	$2.4 \cdot 10^{-5}$
K	$1.1 \cdot 10^{-5}$	$2.5 \cdot 10^{-3}$	$2.7 \cdot 10^{-3}$	Sm	$3.6 \cdot 10^{-5}$	$4.1 \cdot 10^{-5}$	$2.6 \cdot 10^{-7}$
Sc	$3.2 \cdot 10^{-6}$	$5.4 \cdot 10^{-5}$	$5.4 \cdot 10^{-5}$	Eu	$1.4 \cdot 10^{-6}$	$2.0 \cdot 10^{-6}$	$1.2 \cdot 10^{-7}$
Cr	$3.1 \cdot 10^{-5}$	$2.2 \cdot 10^{-4}$	$2.0 \cdot 10^{-4}$	Gd	$1.5 \cdot 10^{-5}$	$1.8 \cdot 10^{-5}$	$6.3 \cdot 10^{-6}$
Fe	$6.9 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{-2}$	$2.3 \cdot 10^{-2}$	Tb	$1.4 \cdot 10^{-5}$	$6.0 \cdot 10^{-6}$	$5.7 \cdot 10^{-6}$
Ga	$3.2 \cdot 10^{-5}$	$4.2 \cdot 10^{-5}$	$8.2 \cdot 10^{-6}$	W	$5.6 \cdot 10^{-6}$	$4.3 \cdot 10^{-5}$	$4.0 \cdot 10^{-5}$
Mo	1.2	$3.4 \cdot 10^{-4}$	$2.5 \cdot 10^{-5}$	Re	$1.3 \cdot 10^{-4}$	$1.6 \cdot 10^{-4}$	$4.5 \cdot 10^{-6}$
Cs	0.6	$4.1 \cdot 10^{-5}$	$2.0 \cdot 10^{-5}$	Au	$3.2 \cdot 10^{-6}$	$4.1 \cdot 10^{-6}$	$3.1 \cdot 10^{-7}$

Некоторые элементы в образцах с большим сечением захвата нейтронов определяли методом ИНАА. Облучение образцов эпитепловыми нейтронами (ЭНАА) применяли для

определения содержания элементов, у которых отношение резонансного интеграла активации к сечению активации на тепловых нейтронах $I_a/\sigma_a \gg 1$. Облучение тепловыми нейтронами (ТНАА) применяли для определения содержания элементов с $I_a/\sigma_a \leq 1$ (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – Условия проведения инструментального НАА

ЭНАА, $f_{epi}=3 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$					ТНАА $f_{th}=6.5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$				
Эл-т	Реакция	I/σ	t_{irr}	t_{cool}	Эл-т	Реакция	I/σ	t_{irr}	t_{cool}
Zn	$^{68}\text{Zn}(n,\gamma)^{69}\text{Zn}$	3.52	1–10 мин	2–3 ч	K	$^{41}\text{K}(n,\gamma)^{42}\text{K}$	0.97	1 мин	2–3 ч
Th	$^{232}\text{Th}(n,\gamma)^{234}\text{Pa}$	11.5			Mn	$^{55}\text{Mn}(n,\gamma)^{56}\text{Mn}$	1.07		
Cd	$^{114}\text{Cd}(n,\gamma)^{115}\text{Cd}$	48			Cu	$^{63}\text{Cu}(n,\gamma)^{64}\text{Cu}$	1.14		
Au	$^{197}\text{Au}(n,\gamma)^{198}\text{Au}$	15.7			Eu	$^{151}\text{Eu}(n,\gamma)^{152\text{m}}\text{Eu}$	0.67		
Tb	$^{159}\text{Tb}(n,\gamma)^{160}\text{Tb}$	17.9			Pr	$^{141}\text{Pr}(n,\gamma)^{142}\text{Pr}$	1.51		
Gd	$^{158}\text{Gd}(n,\gamma)^{159}\text{Gd}$	38.5			Al	$^{27}\text{Al}(n,\gamma)^{28}\text{Al}$	0.74		
Mo	$^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$	53.1			Cl	$^{37}\text{Cl}(n,\gamma)^{38}\text{Cl}$	0.69		
As	$^{75}\text{As}(n,\gamma)^{76}\text{As}$	14			Ca	$^{48}\text{Ca}(n,\gamma)^{49}\text{Ca}$	0.45		
Pt	$^{194}\text{Pt}(n,\gamma)^{195\text{m}}\text{Pt}$	154.5	V	$^{51}\text{V}(n,\gamma)^{52}\text{V}$	0.55				
Ta	$^{181}\text{Ta}(n,\gamma)^{182}\text{Ta}$	33.3	1 ч	24 ч	Cr	$^{50}\text{Cr}(n,\gamma)^{51}\text{Cr}$	0.53	1 ч	24 ч
Zn	$^{64}\text{Zn}(n,\gamma)^{65}\text{Zn}$	1.91			Sc	$^{45}\text{Sc}(n,\gamma)^{46}\text{Sc}$	0.44		
Co	$^{59}\text{Co}(n,\gamma)^{60}\text{Co}$	1.99							
Cs	$^{133}\text{Cs}(n,\gamma)^{134}\text{Cs}$	12.4							
Zr	$^{94}\text{Zr}(n,\gamma)^{95}\text{Zr}$	9.88							
U	$^{238}\text{U}(n,\gamma)^{239}\text{U}$	102.3							

Образец с большим сечением захвата нейтронов в однородном поле тепловых нейтронов плотностью Φ_0 создает градиент плотности потока нейтронов в зоне его расположения (рисунок 4.4). Для абсолютного НАА решены две задачи. Рассчитана плотность потока нейтронов, которым облучаются примеси внутри образца $\bar{\Phi} = D\Phi_0 = FN\Phi_0$ где D , F и N – коэффициенты депрессии, самоэкранирования и возмущения нейтронного потока материалом образца. Для оценки расстояния, на котором не будет взаимного влияния образцов друг на друга, по формуле 4.1 рассчитан коэффициент возмущения нейтронного потока H_Φ на оси симметрии к образцу в форме диска радиусом R на расстоянии z от поверхности образца:

$$H_\Phi(r=0, z) = \frac{\Delta\Phi(r=0, z)}{\Phi(r, z=0)} = \frac{3}{4} \frac{L}{\lambda_{tr}} \left(e^{-z/L} - e^{-\frac{1}{L}\sqrt{R^2+z^2}} \right) \frac{\varphi_0(\mu_a\delta)}{1 - \frac{3}{4}\varphi_1^*(\mu_a\delta)}, \quad (4.1)$$

где L и λ_{tr} – длина диффузии и транспортная длина свободного пробега нейтрона; $\varphi_0(\mu_a\delta)$ и μ_a – вероятность поглощения и массовый коэффициент поглощения теплового нейтрона в образце; δ – толщина фольги; $\varphi_1^*(\mu_a\delta) = \frac{2}{3}(1 - e^{-\mu_a\delta}) + \frac{\mu_a\delta}{3}[1 - \varphi_0(\mu_a\delta)]$. Если на поверхности образца $\Phi(r=0, z=0) = \Phi_s$, тогда $H = \frac{1}{H_\Phi(r=0, z=0)+1}$. Для эпитепловых нейтронов $H \rightarrow 1$ и $\Phi = F\Phi_0$. На рисунке 4.5 даны зависимости $H_\Phi(0, z)$ для пластин Co, $\text{Mn}_x\text{Hg}_{1-x}$ Те и Мо, $R = 0.5$ см, толщина 5, 10, 15 $\mu\text{м}$.

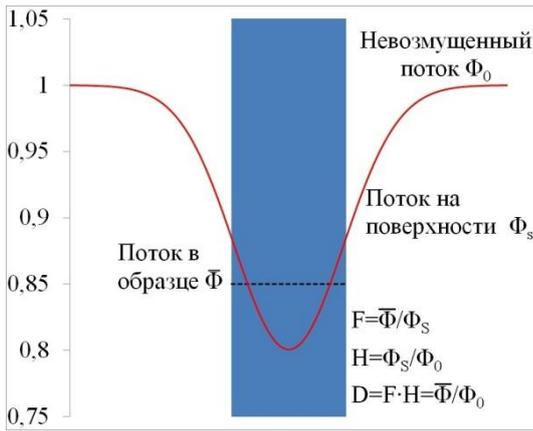


Рисунок 4.4

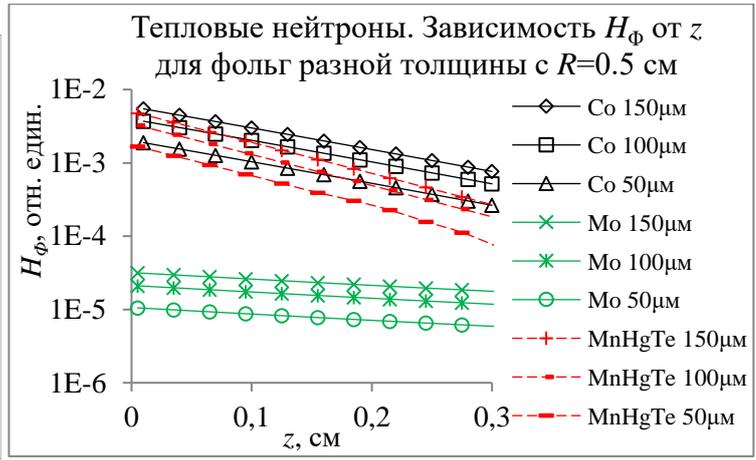


Рисунок 4.5

На **рисунке 4.6** даны коэффициенты самоэкранирования тепловых нейтронов фольгой, рассчитанные по формуле $F_{th} = \frac{\varphi_0(\mu_a \delta)}{2\mu_a \delta}$ при условии, что отсутствует рассеяние нейтронов в фольге и $R \gg d$. Коэффициент самоэкранирования резонансных нейтронов фольгой в виде диска радиусом R рассчитывают методом Трубе (**формула 4.2**). Ограничения метода Трубе: радиоактивность монитора на 90–95 % связана с одним основным резонансом и нет учета $1/v$ компоненты сечения. В **формуле 4.3** этих ограничений нет.

$$F_{res} = \begin{cases} \frac{1 + \frac{\mu_{a0} \delta \ln(\mu_{a0} \delta)}{4}}{4} - 0.3274 \mu_{a0} \delta & \text{при } \mu_{a0} \delta \ll 1 \\ \frac{4}{3\sqrt{\pi}} \frac{1}{\sqrt{\mu_{a0} \delta}} & \text{при } \mu_{a0} \delta \gg 1 \\ \frac{1}{\sqrt{1+2\mu_{a0} \delta}} & \text{при } 0.1 < \mu_{a0} \delta < 10 \end{cases} \quad (4.2)$$

$$F_{res} = \frac{I_{eff,act}}{I_{act}} = \frac{2\sigma_{act}^{1/V}(E_c) + \sum_i \frac{\lambda_i I_{\infty,i}}{\sqrt{1+2Nd\sigma_{i,0}}}}{2\sigma_{act}^{1/V}(E_c) + \sum_i \lambda_i I_{\infty,i}}, \quad (4.3)$$

где μ_{a0} – массовый коэффициент поглощения в максимуме резонанса; $\mu_{a0} \delta = \Sigma_{a0} d$. $I_{eff,act}$ – эффективный резонансный интеграл активации; I_{act} – резонансный интеграл активации; $\sigma_{act}^{1/V}(E_c)$ – $1/v$ составляющая сечения активации в нижней границе E_c резонансной области; $I_{\infty,i} = \frac{\pi}{2} \sigma_{i,0} \frac{\Gamma_i}{E_{r,i}}$ – резонансный интеграл i -го резонанса при бесконечном разбавлении; $E_{r,i}$ – энергия и $\sigma_{i,0} = 4\pi \left(\frac{\lambda_{r,i}}{2\pi}\right)^2 g \frac{\Gamma_{n,i}}{\Gamma_i}$ – сечение активации в максимуме i -го резонанса; Γ_i и $\Gamma_{n,i}$ – полная и нейтронная ширина i -го резонанса; $g = \frac{2J+1}{2(2I+1)}$ – статистический весовой множитель; $\lambda_{r,i}$ и λ_i – длина волны де Бройля и доля активации, приводящая к рассматриваемой активности за счет i -го резонанса [30]; J – спин i -го резонанса; I – спин ядра мишени; N – количество атомов в 1 см^3 . Зависимости F_{epi} от толщины образца d даны на **рисунке 4.7**.

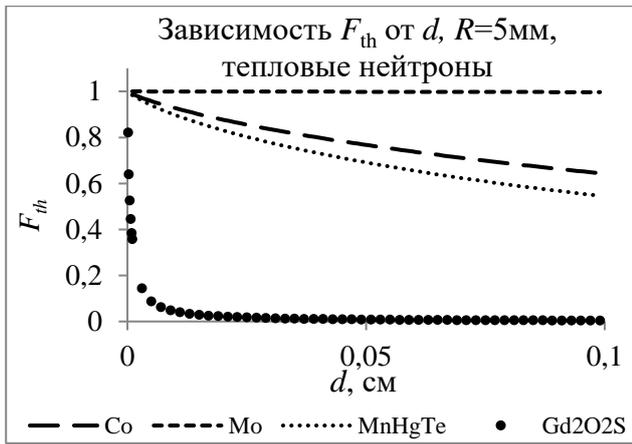


Рисунок 4.6

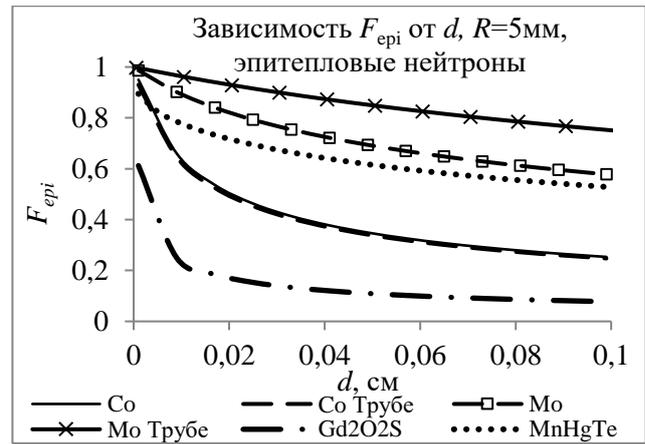


Рисунок 4.7

Для Co с одним основным резонансом результаты расчетов по формулам 4.2 и 4.3 при $0.1 < \mu_{a0}d < 10$ совпадают, а для многорезонансного Mo расходятся в пределах от 0 до 20 % в зависимости от толщины образца. Расчеты коэффициентов эпитепловой экранировки по формуле 4.3 увеличили точность НАА образцов Mo. Коэффициент самоэкранирования фольги в общем потоке нейтронов с учетом температуры нейтронов рассчитывали по формуле:

$$F_t = \frac{1}{2\xi} \left(1 - e^{-\xi} + \xi \cdot e^{-\xi} + \xi^2 \left(C + \ln \xi + \sum_{n=1}^p \frac{(-\xi)^n}{n \cdot n!} \right) \right), \quad (4.4)$$

где $C=0.577215$ – константа Эйлера; $\xi = \frac{Rd}{R+d} \frac{\sigma_{abs} + (\Phi_{epi}/\Phi_{th})I_{abs}}{1 + \Phi_{epi}/\Phi_{th}}$; $p=5$ при $\xi < 0.1$; $p=10$ при $0.1 < \xi < 1$; $p = \text{int}(5\xi + 5)$ при $\xi > 1$. Зависимости $F_t(d)$ для фольг с $R = 0.5$ см даны на рисунке 4.8. Коэффициент, учитывающий разное ослабление γ -излучения в образце и стандарте, рассчитывали по формуле $\omega(E) = \frac{\mu_0(E)d_0\rho_0(1-e^{-\mu(E)\rho d})}{\mu(E)d\rho(1-e^{-\mu_0(E)\rho_0 d_0})}$ (рисунок 4.9), где E – энергия гамма-излучения; $\mu_0(E)$ и $\mu(E)$ – массовые коэффициенты ослабления γ -излучения материала стандарта и образца, $\text{см}^2 \cdot \text{г}^{-1}$; ρ_0 и ρ – плотность стандарта и образца, $\text{г} \cdot \text{см}^{-3}$; d_0 и d – толщина стандарта и образца, см.

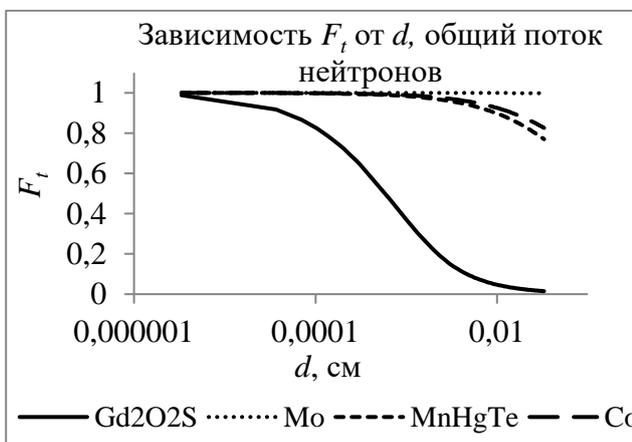


Рисунок 4.8

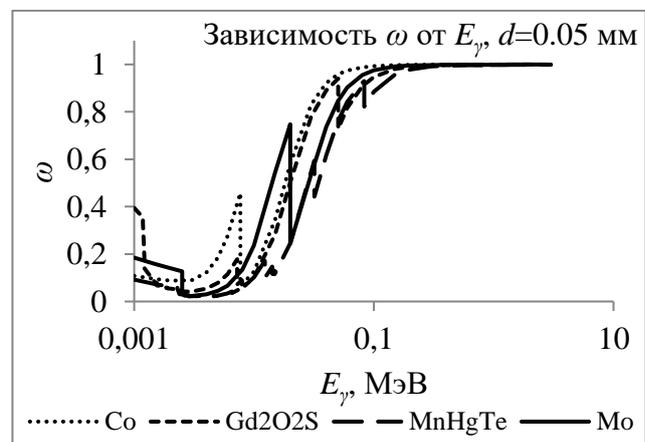


Рисунок 4.9

Полученные данные использовали при входном контроле сырья, исследовании состава и свойств высокочистых полупроводниковых монокристаллов типа A_2B_6 $Cd_xHg_{1-x}Te$, $Mn_xHg_{1-x}Te$, $ZnSe(Te)$ в производстве детекторов ИК, рентгеновского и γ -диапазонов (ИСМА, ИМК, Харьков; ИИПЛТ, Ташкент). Исследован состав и свойства сцинтилляционных керамик $Gd_2O_2S(Pr,Ce)$ для компьютерной томографии (ГОИ, СПб). Установлено, что относительный световой выход сцинтилляционных керамик ($\lambda_{max} = 513$ нм) уменьшается при увеличении содержания Се в образце, а максимальный световой выход ~ 40 % получили при содержании Се $\sim 10^{-5}$ %. Легирование Tb до 10^{-6} % снижает послесвечение до 0.045–0.055 % после 5 мс и 0.001 % после 500 мс. В образцах $Gd_2O_2S(Pr,Ce)$ определено 15 элементов с пределами обнаружения 10^{-4} – 10^{-9} %. В образцах $Mn_xHg_{1-x}Te$ определено 13 элементов с пределами обнаружения 10^{-5} – 10^{-6} %. Согласно нормативной документации в кобальте определено содержание: Na, Ca, Mn, Fe, Ni. Содержание этих элементов было различным в зависимости от технических характеристик кобальта [34]. Исследования сверхтвердых жаропрочных сплавов на основе WC сцементированных Co показали, что Cu, Al, Cl влияют на их механические и магнитные свойства. В образцах Co было определено 14 элементов с ПО 10^{-2} – 10^{-5} %.

РФА-методом исследована стехиометрия полупроводниковых монокристаллов $ZnSe(Te)$, сплавов Cr–Fe и Fe–Ni. Решена задача учета вклада в возбуждение вторичного $K\alpha$ излучения более легкого элемента, вторичного $K\alpha$ излучения более тяжелых элементов при возбуждении рентгеновского спектра образца внешним источником рентгеновского излучения. Отношение интенсивностей $K\alpha$ линий матричного (тяжелого) $I_{MK\alpha}$ и определяемого (легкого) $I_{EK\alpha}$ элементов с учетом вклада дополнительного возбуждения рассчитывали по формуле [35]:

$$\frac{I_{MK\alpha}}{I_{EK\alpha}} = \frac{A_M C_M}{A_E C_E} \frac{(\mu_0 + \mu_M)^{-1}_{EM}}{\left(\frac{1}{\mu_0 + \mu_E} + \frac{\tau'_E A_M C_M}{\tau_E (\mu_0 + \mu_M)(\mu_E + \mu_M)} \right)_{EM}},$$

где $A_M = \eta_{MK} \frac{S_{M,K}-1}{S_{M,K}} \tau_M$; $A_E = \eta_{EK} \frac{S_{E,K}-1}{S_{E,K}} \tau_E$; $\eta_{M,K}$, $\eta_{E,K}$ – выход флуоресценции с K-оболочки матричного и определяемого элементов; $S_{M,K}$, $S_{E,K}$ – скачок края поглощения K-оболочки матричного и определяемого элемента; τ_M , τ_E – массовые коэффициенты поглощения излучения внешнего источника для матричного и определяемого элемента; τ'_E – массовый коэффициент поглощения определяемого элемента для $K\alpha$ линии матричного элемента; C_M , C_E – концентрации матричного и определяемого элементов; μ_0 – массовый коэффициент ослабления матрицей образца излучения внешнего источника; μ_M , μ_E – массовые коэффициенты ослабления $K\alpha$ излучения матричного и определяемого элементов матрицей образца. Часть знаменателя в круглых скобках – это вклад вторичного $K\alpha$ излучения

матричного (тяжелого) элемента в возбуждение вторичного $K\alpha$ излучения определяемого (легкого) элемента, который рассчитали по табличным данным. На рисунках 4.10–4.12 даны зависимости рассчитанных и экспериментальных отношений $I_{MK\alpha}/I_{EK\alpha}$ и вклада $K\alpha$ излучения матрицы в $K\alpha$ излучение измеряемого элемента для монокристаллов ZnSe(Te), сплавов Cr-Fe и Fe-Ni от элементного состава, $Sr = 0.01-0.02$.

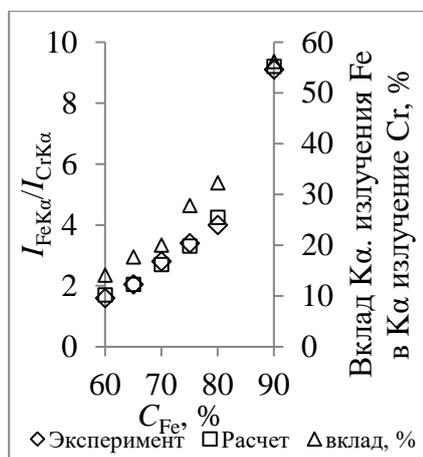


Рисунок 4.10

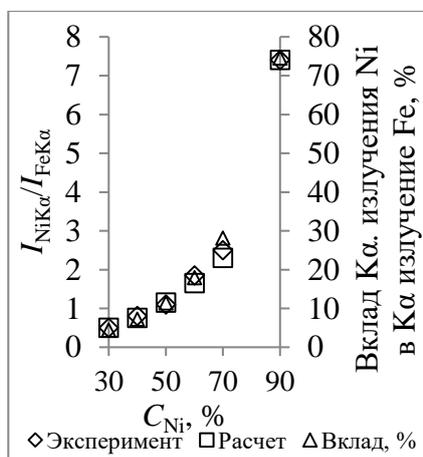


Рисунок 4.11

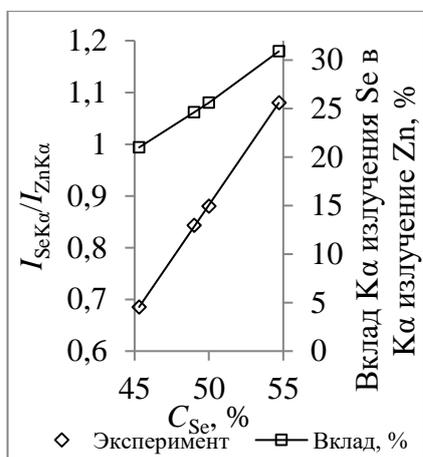


Рисунок 4.12

Глава 5. Оценка вероятности регистрации осцилляций электронного антинейтрино в экспериментах на реакторе

Для проведения эксперимента создан низкофоновый детектор $\tilde{\nu}_e$ (нейтронов) с эффективностью регистрации больше, чем у детектора с жидким сцинтиллятором BC-525. Выбраны конструкционные материалы, обеспечивающие минимальный уровень нейтронного фона, создана мишень для регистрации $\tilde{\nu}_e$ (нейтронов) из сульфированного сополимера стирола с дивинилбензолом (сорбент С100, насыщенный Gd^{3+}). Выбрано γ -излучение ядер из цепочек распада U и Th для измерения их естественной радиоактивности, интенсивности спонтанного деления и нейтронного излучения (таблицы 5.1, 5.2) в материалах детектора $\tilde{\nu}_e$ [36].

Таблица 5.1 – Аналитические линии γ -излучения элементов из цепочек распада U и Th

Цепь распада	Изотоп	E_γ (кэВ)	γ -abn (%)	Цепь распада	Изотоп	E_γ (кэВ)	γ -abn (%)
^{238}U	^{234}Th	63.29(2)	4.4(9)	^{232}Th	^{228}Ac	338.322(2)	11.25(3)
	^{234m}Pa	766.36(2)	0.207(30)		^{228}Ac	911.205(4)	26.6(7)
	^{234m}Pa	1001.03(3)	0.59(8)		^{228}Ac	968.971(10)	16.1(3)
^{235}U	^{234}U	53.20(2)	0.123(2)	^{212}Pb	238.625(6)	43.4(3)	
	^{235}U	185.715(5)	57.2(8)	^{212}Bi	722.33(1)	11.8	
	^{231}Th	84.214(3)	6.71(10)	^{208}Tl	583.191(2)	84.4(7)	
				^{208}Tl	2614.53(1)	100	

В **таблице 5.2**: SF – выход спонтанного деления на один распад (%); n_{Abn} – выход нейтронов на одно спонтанное деление; F_{fast} – удельная интенсивность нейтронов ($c^{-1} \Gamma^{-1}$). В цепочках распада U и Th основным источником нейтронов является ^{238}U . Так как высокочистый титан имеет самую низкую интенсивность нейтронного фона, конструкцию детектора изготовили из высокочистого титана.

Таблица 5.2 – Удельная интенсивность нейтронного излучения исследуемых образцов конструкционных материалов детектора электронного антинейтрино

Цепь распада	Изотоп	SF (%)	n_{Abn}	$F_{fast} c^{-1} \Gamma^{-1}$				
				Al	Стекло	Ti	Оргстекло	Al-й проф
^{238}U	^{238}U	$5.45(4) \cdot 10^{-5}$	1.98(3)	$3.6(8) \cdot 10^{-9}$	$9.9(2) \cdot 10^{-9}$	$6.3(4) \cdot 10^{-10}$	$4.2(6) \cdot 10^{-9}$	$3.0(4) \cdot 10^{-8}$
	^{234}U	$1.6(2) \cdot 10^{-9}$	1.63(15)	$1.4(1) \cdot 10^{-13}$	$2.1(2) \cdot 10^{-13}$	$3.9(2) \cdot 10^{-15}$	$1.3(1) \cdot 10^{-13}$	$3.4(2) \cdot 10^{-13}$
	^{230}Th	$<4 \cdot 10^{-12}$	1.24	$<1.9 \cdot 10^{-14}$	$<4.4 \cdot 10^{-14}$	$<2.8 \cdot 10^{-15}$		$<6.3 \cdot 10^{-16}$
^{235}U	^{235}U	$7.0(2) \cdot 10^{-9}$	1.86	$1.7(1) \cdot 10^{-14}$	$5(1) \cdot 10^{-14}$	$3.0(7) \cdot 10^{-15}$	$7.6(4) \cdot 10^{-14}$	$5.0(2) \cdot 10^{-14}$
^{232}Th	^{232}Th	$1.1 \cdot 10^{-9}$	2.13(20)	$9.2(2) \cdot 10^{-14}$	$4.9(8) \cdot 10^{-14}$	$2.1(2) \cdot 10^{-16}$		$1.3(1) \cdot 10^{-14}$

Для создания мишени детектора исследована кинетика и термодинамика сорбции Gd^{3+} на сорбенте С100 из раствора HCl. Доказано, что сорбция Gd^{3+} на С100 включает в себя лимитирующие стадии пленочной и гелевой диффузий. Удельная сорбционная емкость сорбента растет от $(5.7 \pm 0.1) \cdot 10^{-4}$ до $(6.5 \pm 0.4) \cdot 10^{-4}$ моль Γ^{-1} при уменьшении концентрации HCl от 1 до 0 М. Для Gd^{3+} в системе С100 – раствор HCl по модели Бойда рассчитаны константы скорости пленочной B_p и гелевой B_g диффузий. По моделям кинетики сорбции псевдопервого и псевдвторого порядка рассчитаны константы скорости химической реакции ионного обмена k_1 и k_2 . Показано, что с ростом концентрации HCl значения k_1 и k_2 уменьшаются. Сорбция Gd^{3+} на С100 лучше описывается моделью псевдвторого порядка. Измерены термодинамические параметры процесса сорбции Gd^{3+} на сорбенте С100 из водных растворов. Сорбция Gd^{3+} на С100 представляет собой ионообменную самопроизвольную ($\Delta G^0 < 0$), обратимую, экзотермическую реакцию ($-\Delta H^0 < 100$, $\Delta H^0 < 0$), которая направлена в сторону упорядочивания в системе сорбат–сорбент ($\Delta S^0 < 0$). Установлено что кинетика сорбции становится более интенсивной при увеличении температуры от 20 до 50 °С. Из сорбента С100 с нанесенным гадолинием изготовлена мишень для регистрации $\tilde{\nu}_e$. Мишень детектора регистрирует нейтроны в 8 раз эффективнее, чем сцинтиллятор BC525 того же объема и в сочетании с HPGe детектором имеет на порядок лучше энергетическое разрешение.

Зарегистрирован спектр γ -излучения мишени (**рисунок 5.1**). При облучении мишени нейтронами от PuBe источника ($10^5 \text{ н} \cdot \text{с}^{-1}$) интенсивность γ -излучения ^{158}Gd с $E_\gamma = 181.9$ кэВ растет с увеличением количества Gd^{3+} на 1 г сорбента q_e (**рисунок 5.2**). На **рисунке 5.2** значком «□» обозначена интенсивность γ -излучения, которую создает BC525 той же массы,

что и С100 в Gd^{3+} форме. Следовательно, мишень детектора $\tilde{\nu}_e$ регистрирует тепловые нейтроны с большей эффективностью, чем сцинтиллятор ВС525 той же массы. Измерен спектр (рисунок 5.3) совпадений γ -излучения 511 кэВ (старт-сигнал) и мгновенного γ -излучения ^{158}Gd с $E_\gamma = 181.9$ кэВ (стоп-сигнал). Окно совпадений 100 μs . Мишень – сорбент С100 с нанесенным Gd ($V = 1$ л, $m = 0.8$ кг, $q = 0.44$ ммоль \cdot г $^{-1}$). Время набора спектра 109 д.

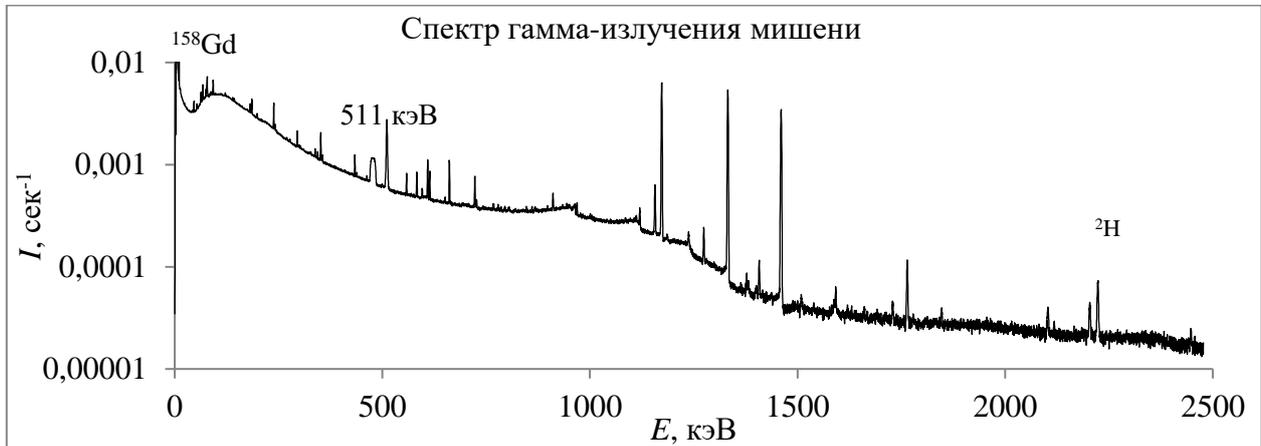


Рисунок 5.1

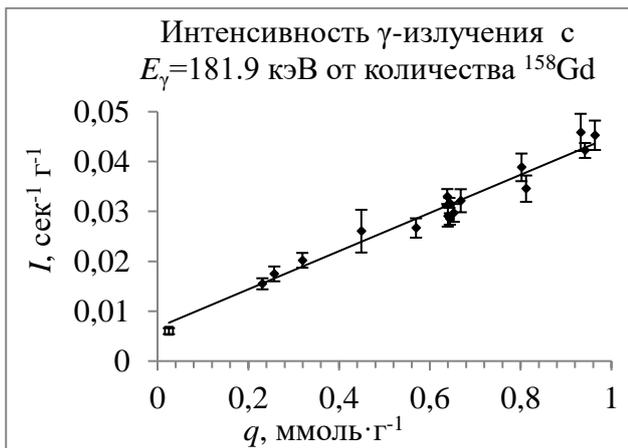


Рисунок 5.2

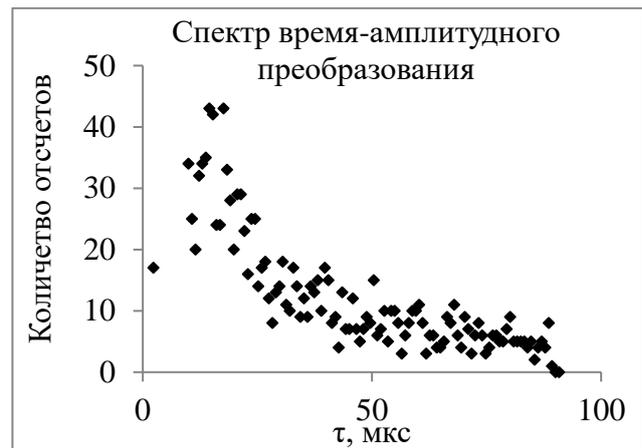


Рисунок 5.3

Экспериментально подтверждена гипотеза о том, что если внутри образца квант γ -излучения возникает при распаде без отдачи возбужденного изомерного уровня в основное состояние, то возможно его многократное рассеяние на резонансных ядрах, которые находятся в основном состоянии. При этом исходный γ -квант, поглощаясь стабильным резонансным ядром из ближайшего окружения радиоактивного ядра, переводит стабильное ядро в возбужденное состояние. Вновь образованное изомерное состояние резонансного ядра распадается по конверсионному или γ -каналу, в результате регистрация γ -кванта несколько запаздывает относительно момента образования исходного радиоактивного ядра. При облучении Gd с естественным изотопным составом тепловыми нейтронами возможны как минимум две ядерные реакции, приводящие к образованию мёссбауэровских возбужденных

ядер: $^{155}\text{Gd}(n,\gamma)^{156\text{m}1}\text{Gd}$ с энергией перехода 88.97 кэВ и $^{157}\text{Gd}(n,\gamma)^{158\text{m}1}\text{Gd}$ с энергией перехода 79.51 кэВ. Эффект резонансного перерассеяния γ -излучения в сцинтилляционном детекторе может привести к увеличению времени высвечивания сцинтиллятора, изменению формы спектра совпадений.

Для оценки влияния концентрации резонансных ядер на увеличение наблюдаемого периода полураспада мёссбауэровского радиоактивного ядра проведены прямые измерения наблюдаемого периода полураспада мёссбауэровских изомеров $^{161\text{m}1}\text{Dy}$ ($E=25.6$ кэВ, $T_{1/2} \sim 30$ нс) и $^{161\text{m}2}\text{Dy}$ ($E=74.6$ кэВ, $T_{1/2} \sim 3$ нс). Эти изомеры образуются в цепи распада $^{161}\text{Gd} \rightarrow ^{161}\text{Tb} \rightarrow ^{161}\text{Dy}$ продуктов ядерной реакции $^{160}\text{Gd}(n,\gamma)^{161}\text{Gd}$ после реакторного облучения образца $^{160}\text{Gd}_2\text{O}_3$. В облученном образце изомеры $^{161\text{m}1}\text{Dy}$ и $^{161\text{m}2}\text{Dy}$ находятся в кристаллической решетке $^{160}\text{Gd}_2\text{O}_3$. Установлена зависимость значения наблюдаемого периода полураспада изомера $^{161\text{m}1}\text{Dy}$ от количества стабильного $^{161}\text{Dy}_2\text{O}_3$, добавленного к облученному образцу [37]. Из **рисунков 5.4** и **5.5** видно, что зависимость наблюдаемого $T_{1/2}$ от веса стабильной резонансной добавки существует для $^{161\text{m}1}\text{Dy}$ и не наблюдается для $^{161\text{m}2}\text{Dy}$.

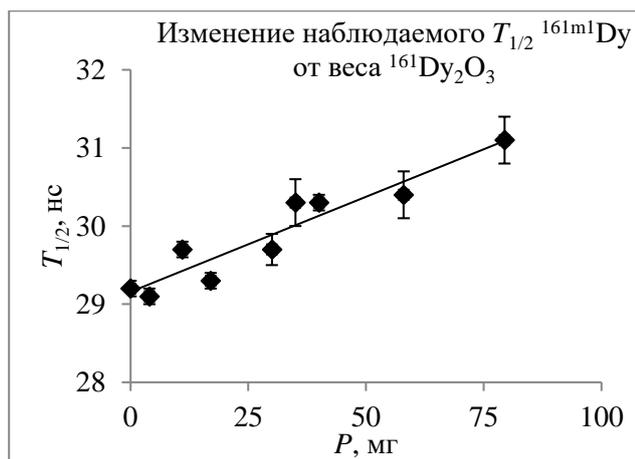


Рисунок 5.4

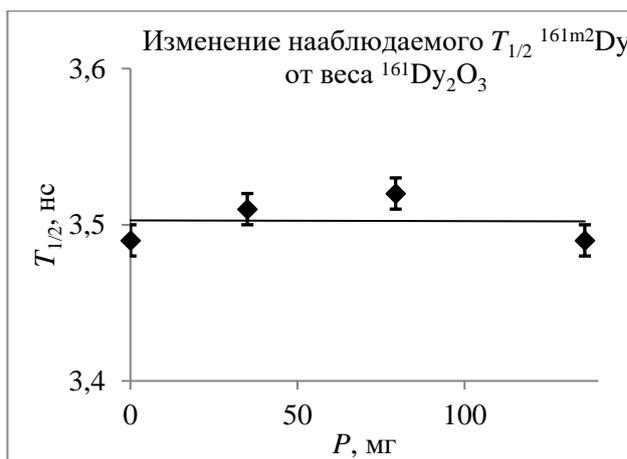


Рисунок 5.5

Кратность актов резонансного рассеяния невелика. В основном изомеры распадаются по каналу внутренней конверсии (для $^{161\text{m}1}\text{Dy}$ $\alpha_{\text{tot}} \sim 3$), который конкурирует с испусканием γ -излучения. Поэтому процесс перерассеяния γ -кванта быстро прекращается. Следовательно, уменьшение концентрации стабильных ядер ^{158}Gd (резонансное окружение) и увеличение концентрации ядер ^{157}Gd сократит время высвечивания аналитического γ -излучения, увеличит эффективность и быстродействие детектора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Измерена температура нейтронов, выполнена оценка жесткости тепловой составляющей нейтронного спектра с учетом температуры нейтронов, что в пределах 1 % увеличило точность абсолютных методик ИНАА. Учет $1/v$ составляющей и изменения

формы резонансных линий в сечении ядерных реакций от температуры среды увеличили точность расчета коэффициентов самоэкранирования эпитепловых нейтронов материалом образца. Для γ -излучения с $E_\gamma < 100$ кэВ рассчитана разница поглощения в образце и стандарте. Полученные данные увеличили на 1–15 % точность абсолютных методик ИНАА образцов с большим сечением захвата нейтронов.

2. Учет эффекта Комптона в формуле Вартанова увеличил точность расчета эффективности регистрации γ -излучения от большого образца планарным HPGe детектором. Формализм Брейта – Вигнера использован для расчета сечений (n,γ) , (n,n) , (n,n') , (n,f) реакций на ядрах H, C, N, Na и Cl с учетом изменения формы резонансных линий от температуры. Смоделированы распределения плотности потока нейтронов внутри образца. Полученные данные позволили рассчитать концентрации определяемых элементов в больших образцах нефти. Методика анализа больших образцов в 3 раза увеличила число определяемых элементов и улучшила пределы их обнаружения в 5–100 раз по сравнению с традиционным НАА. Впервые трехмерное пространственное распределение взрывчатых веществ (H, C, N) в багаже определено методом меченых нейтронов с разрешением ± 2.5 см и вероятностью определения 90 %.

3. Исследована кинетика сорбции, ионообменное хроматографическое поведение элементов на сорбентах А400 и С100 в солянокислых растворах сложносолевого состава образцов зювита, тагамита, кварца, адуляра, диктионемовых сланцев. Определены равновесные параметры ионообменного выделения Au, Ag, Pt, Pd, Ir, Re. Исследовано экстракционное хроматографическое поведение, определены равновесные параметры одновременной экстракции Au и Ag трибутилфосфатом из бромистоводородных растворов сложносолевого состава хвостов горно-обогадительных комбинатов (Алмалык, Чадак).

4. Измерено влияние ^{239}Np и вклад продуктов деления ^{235}U в результаты радиохимического анализа чистого U. Методом предварительного концентрирования в системе ТБФ – 6М HNO_3 в образцах чистого урана измерено содержание 29 элементов, в том числе элементов из состава продуктов деления ^{235}U (Mo, Ce, Se, Eu, Gd, Tb). Исследовано ионообменное хроматографическое поведение элементов в системе сорбент АВ-17 – раствор HCl . Определены равновесные параметры сорбции Hg, Te, Sb, J на сорбенте АВ-17 из раствора образца $\text{Mn}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ в 4М HCl .

5. Исследована кинетика и термодинамика сорбции Gd^{3+} на сорбенте С100 из водных и солянокислых растворов. Определены кинетические и термодинамические константы сорбции. Определены оптимальные условия сорбции Gd^{3+} на сорбенте С100. Мишень детектора $\bar{\nu}_e$ из сорбента С100 с нанесенным Gd^{3+} (5 % масс) имеет эффективность регистрации нейтронов в 8 раз выше и энергетическое разрешение в 10 раз больше, чем

сцинтиллятор BC525. Экспериментально установлено, что если изомерный уровень в ядре распадается без отдачи, то возникающий при этом квант гамма-излучения может многократно рассеиваться на ближайших резонансных ядрах, находящихся в основном состоянии. Измерена интенсивность нейтронного излучения при спонтанном делении ядер из равновесных цепочек распада $^{238,235}\text{U}$, ^{232}Th в конструкционных материалах детектора. Выбраны материалы с минимальным уровнем нейтронного фона.

6. Решена задача учета вклада в возбуждение вторичного рентгеновского излучения определяемого элемента вторичного излучения более тяжелого матричного элемента образца $\text{ZnSe}(\text{Te})$ при возбуждении внешним источником рентгеновского излучения. Применение вторичного K_α излучения Cd для возбуждения спектра образца снизило интерференцию линий рентгеновского излучения K и L серий определяемых элементов и фон в спектре образца $\text{ZnSe}(\text{Te})$. Исследованы оптические свойства и радиационная стойкость монокристаллов $\text{ZnSe}(\text{Te})$.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации Web of Science и Scopus

1. Zinovyev V.G. Neutron activation analysis of the tagamite and suevite from the Kara astrobleme // Journal Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2016. – V. 307, № 2. – P. 1315–1324.
2. Zinovyev V.G., Ablesimov N.E., Egorov A.I. Instrumental and radiochemical neutron activation analysis of the quartz adularia veins from the deposit Milogradovka, the Far East, Primorye // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2017. – V. 311, № 1. – P. 141–153.
3. Zinovyev V.G., Mitropolsky I.A., Shulyak G.I. Study of the gadolinium sorption on the C100 ion-exchange resin for the development of the antineutrino detector targets // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2018. – V. 315, № 3. – P. 459–473.
4. Mukhamedshina N.M., Mirsagatova A.A., Zinov'ev V.G. Determination of $\text{ZnSe}(\text{Te})$ stoichiometry and dopant content by X-ray analysis // Journal radioanalytical and nuclear chemistry. – 2005. – V. 264, № 1. – С. 97–100.
5. Sadikov I.I., Rakhimov A.V., Salimov M.I., Zinov'ev V.G. Neutron activation analysis of pure uranium: Preconcentration of impurity elements // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2009. – V. 280, № 3. – P. 489-493.
6. Зиновьев В.Г. Расчетные методы для нейтронно-активационного анализа больших образцов нефти // Атомная энергия. – 2014. – Т. 116, № 2. – С. 89–94.

7. Serebrov A.P., Fomin A.K., Zinov'ev V.G. On the Possibility of Experimentally Confirming the Hypothesis of Reactor Antineutrino Passage into a Sterile State // *Technical Physics Letters*. – Vol. 39. – No. 7. – July 2013. – P. 25–33.
8. Серебров А.П., Ивочкин В.Г., Самойлов Р.М., Фомин А.К., Зиновьев В.Г. Создание нейтринной лаборатории для проведения эксперимента по поиску стерильного нейтрино на реакторе СМ-3 // *Журнал технической физики*. – 2015. – Т. 85. – № 12. – С. 128–137.
9. Серебров А.П., Ивочкин В.Г., Самойлов Р.М., Фомин А.К., Зиновьев В.Г. Эксперимент «Нейтрино-4» по поиску стерильного нейтрино с многосекционной моделью детектора. // *Журнал технической физики*. – 2017. – Т. 87, вып. 2. – С. 294–300.
10. Mukhamedshina N., Zinov'ev V.G. Determination of impurities in technical cobalt by instrumental neutron activation analysis // *Czechoslovak Journal of Physics*. – 2003. – V. 53. – С. 217–223.
11. Садыков И.И., Зиновьев В.Г., Садыкова З.О. Нейтронно-активационный анализ теллурида марганца ртути. // *Журнал аналитической химии*. – 2005. – Т. 60, № 10. – С. 1064–1068.
12. Логинов Ю.Е., Зиновьев В.Г. Распад изомеров $^{161m1,m2}\text{Dy}$ в условиях резонансного окружения (мессбауэровский экран) // *Ядерная физика*. – 2013. – Т. 76, № 6. – С. 715–718.
13. Zinov'ev V.G., Mitropolsky I.A., Shulyak G.I., Sushkov P.A. The Neutron-Radiation Study of Kinetics and Thermodynamics of Gd Sorption on C100 for Creation a Target for the Electronic Antineutrino Detector // *Physics of Atomic Nuclei*. – 2018. – Vol. 81. – No. 10. – P. 1412–1425.
14. Serebrov A.P., Ivochkin V.G., SamoiloV R.M., Fomin A.K., Zinoviev V.G. New Results of Measurements in the Neutrino-4 Experiment Devoted to Searches for Sterile Neutrinos // *Physics of Atomic Nuclei*. – November 2020. – V. 83, Issue 6. – P. 930–936.

Перечень публикаций в рецензируемых научных изданиях ВАК

15. Зиновьев В.Г. Расчет температуры нейтронов в канале реактора ВВР-М на базе программного пакета Maple // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2009. – Т. 73, № 4. – С. 544–546.
16. Серебров А.П., Ивочкин В.Г., Самойлов Р. М., Фомин А.К., Полюшкин А.О., Зиновьев В.Г. Первое наблюдение эффекта осцилляций в эксперименте «Нейтрино-4» по поиску стерильного нейтрино // *Письма в ЖЭТФ*. – 2019. – Т. 109, вып. 4. – С. 209–218.
17. Аксельрод Л.А., Белов С.Е., Диденко Г.П., Зиновьев В.Г. Сравнение потоков нейтронов, измеренных с помощью ^3He -пропорциональных газовых детекторов и рассчитанных с помощью пакета PHITS // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2020. – Т. 84. – № 8. – С. 1094–1097.

18. Zinovyev V.G. Monte-Carlo technique for calculation of thermal and epithermal neutron flux density distribution in the large cylindrical samples by using endf files // *Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике : сборник статей 14-й международной научно-практической конференции.* – СПб. : Изд-во Политехнического университета, 2012. – Т. 2. – С. 146–154.
19. Зиновьев В.Г., Логинов Ю.Е., Шуляк Г.И. Определение вольфрама и натрия в образцах молибдена, обогащенного на 98,61% стабильным изотопом ^{98}Mo // *Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике : сборник статей 14-й международной научно-практической конференции.* – СПб. : Изд-во Политехнического университета, 2012. – Т. 1. – С. 260–265.
20. Зиновьев В.Г. Применение расчетных методов для разработки инструментальной методики нейтронно-активационного анализа больших образцов сырой нефти // *Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике : сборник статей 15-й международной научно-практической конференции.* – СПб. : Изд-во Политехнического университета. – 2013. – Т. 1. – С. 104–116.
21. Зиновьев В.Г., Логинов Ю.Е., Шуляк Г.И. Нейтронно-активационный анализ сцинтилляционной керамики $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S:Pr}$ // *Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в промышленности и экономике : сборник статей 16-й международной научно-практической конференции.* – СПб. : Изд-во Политехнического университета. – 2013. – Т. 1. – С. 78–85.
22. Иванов В.В., Зарубина Н.В., Зиновьев В.Г. Сравнительная оценка содержания рения в углеродосодержащих горных породах методами масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и инструментального нейтронно-активационного анализа // *ВАНТ. Серия: Ядерно-реакторные константы.* – 2015. – № 5. – С. 50–59.
23. Серебров А.П., Васильев А.В., Варламов В.Е., Гельтенборт П., Гриднев К.А., Зиновьев В.Г. Реактор ПИК и программа исследования фундаментальных взаимодействий // *Вестник Санкт-Петербургского университета. Сер. 4.* – 2015. – Т. 2 (60). – № 4. – С. 309–318.
24. Zinov'ev V.G., Martynov V.V., Loginov Yu.E. Neutron activation analysis of large crude oil samples // *Сборник трудов 9-й международной научно-практической конференции «Исследование, разработка и применение высоких технологий в промышленности».* – СПб. : Изд-во Политехнического университета. – 2010. – Т. 4. – С. 228–234.
25. Зиновьев В.Г. Инструментальный нейтронно-активационный анализ сырой нефти // *Сборник статей 12-й международной научно-практической конференции «Фундаментальные и прикладные исследования, разработка и применение высоких технологий в*

промышленности». – СПб. : Изд-во Политехнического университета. – 2011. – Т. 1. – С. 271–275.

Прочие публикации

26. Mukhamedshina N.M., Mirsagatova A.A., Zinov'ev V.G. Account of secondary excitation in X-ray analysis of some alloys // Uzbek Journal of Physics. – 2000. – V. 2, № 4. – С. 339–342.

27. Zinov'ev V.G. Determination of Co, Mn, Ta, Se, Au contents for absolute activity of the Fe monitor. // Uzbek Journal of Physics. – 2000. – V. 5, № 1. – С. 72–74.

28. G.V. Zinovyev. Absolute Neutron Activation Analysis Technique of a Large Crude Oil Sample // World Journal of Nuclear Science and Technology. – 2013. – V. 3, № 4. – С. 136–142.

29. Zinovyev V.G., Mitropolskiy I.A., Loginov Yu.E. Determination of Major, Minor and Trace Element Compositions of the Gd₂O₂S:Pr,Ce Scintillation Ceramics with Neutron Activation Analysis // World Journal of Nuclear Science and Technology. – 2014. – V. 4, № 3. – С. 139–147.

30. Zinovyev V.G., Serebrov A.P., Mitropolskiy I.A. Evaluation of Natural Radioactivity Levels for Structural Material Used in the Construction of the Neutrino Detector // World Journal of Nuclear Science and Technology. – 2015. – № 5. – С. 43–56.

31. Зиновьев В.Г., Егоров А.И. Инструментальное и радиохимическое нейтронно-активационное определение Pt, Pd, Re, Ir, Au и других элементов в геологических образцах Карской астроблемы // ВАНТ, Техническая физика и автоматизация. – 2015. – № 71. – С. 49–64.

СТАТЬИ В СБОРНИКАХ ТРУДОВ КОНФЕРЕНЦИЙ

32. Зиновьев В.Г., Шуляк Г.И. Нейтронно-активационный анализ больших образцов нефти // Ядерная и радиационная физика : материалы 8-й международной конференции. – Алматы : Изд-во Института ядерной физики НЯЦ РК. – 2011. – С. 321–323.

ОБЪЕКТЫ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

33. Свидетельство об аттестации методики выполнения измерений. № 242/100-09 от 14.12.2009. Санкт-Петербург, ВНИИМ им. Д.И. Менделеева.

34. Advances in Neutron Activation Analysis of Large Objects with Emphasis on Archaeological Examples. Достижения в нейтронно-активационном анализе больших объектов с акцентом на археологические образцы. Серия технической документации МАГАТЭ, IAEA-TECDOC-1838. – ISBN 978–92–0–100618–9. – Дата издания: март 2018.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Крамер-Агеев Е.А., Трошин В.С., Тихонов Е.Г. Активационные методы спектрометрии нейтронов. – М. : Атомиздат, 1976. – 232 с.
2. Ломакин С.С., Петров В.И., Самойлов П.С. Радиометрия нейтронов активационным методом. 2-е

изд. – М. : Энергоатомиздат, 1983. – 141 с.

3. Acharya R., Chatt A. Characterization of the Dalhousie University SLOWPOKE-2 reactor for k₀-NAA and application to medium-lived nuclides // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. – 2003. – Vol. 257, No. 3. – P. 525.
4. Jaćimović R., Maučec M., Trkov A. Verification of Monte Carlo calculations of the neutron flux in typical irradiation channels of the TRIGA reactor, Ljubljana // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. – 2003. – Vol. 257, No. 3. – P. 513.
5. Siong K.K., Sarmani S., Majid A.A. Assessment of Neutron Flux Gradients in Irradiation Channels at the TRIGA Reactor by Au-Cr-Mo Monitor Set Based on k₀-INAA (Penilaian Kecerunan Fluks Neutron Dalam Saluran Penyinaran di Reaktor TRIGA Dengan Set Pemantau Au-Cr-Mo Berdasarkan k₀-APNI) // *Sains Malaysiana*. – 2008. – Vol. 37, No. 4. – P. 401.
6. Beckurts K.H., Wirtz K. *Neutron physics*. – New-York: Springer-Verlag, 1964. – 259 p.
7. Steinhauser G., Merz S., Stadlbauer F., Kregsamer P. Performance and comparison of gold-based neutron flux monitors // *Gold Bull*. – 2012. – Vol. 45. – P. 17.
8. Klotz S. *Techniques in High Pressure Neutron Scattering*. – New York: CRC Press, 2012. – 276 p.
9. Ramkrishna D., Saibal B., Akhtar Mehboob S. Measurement of temperature of neutrons emanating from H₂O ice moderator at 77 K // *Journal of Neutron Research*. – 2008. – Vol. 16, No. 1. – P. 55.
10. Nuclear Techniques Being Developed to Provide More Discriminating Explosive Detection Capability // *Aviation Week & Space Technology*. – March 25, 1991. – P. 52-56.
11. Логинов Ю.Е., Егоров А.И. Исследование влияния резонансного окружения (мёссбауэровский экран) на наблюдаемое значение периода полураспада изомера ^{119m}In (E=23.8 кэВ, T_{1/2}~18 нс) // *Письма в ЖЭТФ*. – 2008. – Vol. 87, No. 1. – P. 7.
12. Логинов Ю.Е. Change in the Observed Half-Life of an Excited Nuclear State under Conditions of a Resonance Environment // *Ядерная физика*. – 2010. – Vol. 73, No. 1. – P. 36.
13. ГОСТ 12559.1-82. Сплавы платино-иридиевые. Методы анализа. – М. : Стандартинформ, 1982. – 5 с.
14. Никольский Б.П. *Справочник химика*. 2-е изд. – Т. 4. – М. : Химия, 1966. – 920 с.
15. Гинзбург С.И., Езерский Н.А. *Аналитическая химия платиновых металлов*. – М. : Наука, 1972. – 611 с.
16. Браун Т., Герсини Г. *Экстракционная хроматография*. – М. : Мир, 1978. – 625 с.
17. Brinkman U.A.Th., De Vries G. The chromatographic methods with use of liquid anionites // *J.Chromatography*. – 1971. – Vol. 56. – P. 103.
18. Мархол М. *Ионообменники в аналитической химии*. – Т. 2. – М. : Мир, 1985. – 280 с.

19. Faris J. P., Buchanan R. F. Anion exchange characteristics of elements in nitric acids medium // *Anal. Chem.* – 1964. – Vol. 36, No. 6. – P. 1157.
20. Küppers G., Erdtmann G. Determination of traces of uranium in tungsten and molybdenum by radiochemical neutron activation analysis via the fission product ^{140}Ba // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* – 1995. – Vol. 198, No. 2. – P. 457.
21. Kennedy G., Fowler A. Interference from uranium in neutron activation analysis of rare-earths in silicate rocks // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* – 1983. – Vol. 78, No. 1. – P. 165.
22. Sadikov I.I., Rakhimov A.V., Salimov M.I., Zinov'ev V.G. Neutron activation analysis of pure uranium: Preconcentration of impurity elements. // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* 2009. – Vol. 280, No. 3. – P. 489.
23. Graghulene S. S., Karandashev V. K., Yakovlev Yu. V. Neutron activation analysis of tellurium // *Radiochem. Radioanal. Lett.* – 1983. – Vol. 57. – P. 273.
24. Кузнецов Р. А. Нейтронно-активационный анализ ртути высокой чистоты. Анионообменное хроматографическое разделение ртути и методика анализа. – Ташкент : ИЯФ АН УзССР, 1988. – 17 с.
25. Karandashev V. K., Yakovlev Yu. V., Graghulene S. S. Neutron activation analysis of $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}\text{Te}$ // *J. Radioanal. Nucl. Chem. Lett.* – 1985. – Vol. 95, No. 6. – P. 367.
26. Sadykov I.I., Zinov'ev V.G., Sadykova Z.O. Neutron Activation Analysis of Manganese Mercury Telluride // *Journal of Analytical Chemistry.* – 2005. – Vol. 60, No. 10. – P. 946–950.
27. Zinov'ev V.G., Mitropol'skii I.A., Loginov Y.E. Computational methods for neutron-activation analysis of large oil samples // *Atomic Energy.* – 2014. – Vol. 116, No. 2. – P. 116.
28. Зиновьев В.Г. Определение содержания элементов Co, Mn, Ta, Se, Au по абсолютной активности эталона Fe // *Узбекский физический журнал.* – 2003. – Т. 5, № 1. – С. 72.
29. Зиновьев В.Г. Расчет потоков эпитепловых и быстрых нейтронов в каналах реактора ВВР-М ПИЯФ РАН // ПИЯФ. – [Препринт 2725]. – Гатчина, 2007.
30. Chilian C., St-Pierre J., Kennedy G. Complete thermal and epithermal neutron self-shielding corrections for NAA using a spreadsheet // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* – 2008. – Vol. 278, No. 3. – P. 745.
31. Иванов Н.А., Колобов Ю.К., Коробков И.Н., Ольшанский Ю.И., Онегин М.С., Зиновьев В.Г. Применение «меченых» нейтронов в установках для обнаружения взрывчатых веществ // ПИЯФ. – [Препринт 2839]. – Гатчина, 2010.
32. Zinoviev V.G., Egorov A.I., Shulyak G.I. Neutron activation analysis of the tagamite and suevite from the Kara astrobleme // *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* – 2015. – Vol. 306, No. 1. – P. 1.
33. Zinovyev V.G., Ablesimov N.E., Egorov A.I., Mitropolsky I.A., Shulyak G.I. Instrumental and radiochemical neutron activation analysis of the quartz adularia veins from the deposit Milogradovka, the

Far East, Primorye // J Radioanal Nucl Chem. – 2017. – No. 311. – P. 141.

34. Sullivan C.P., Donachie M.J., Morral F.R. A critical survey of cobalt-base superalloy development with emphasis on the relationship of mechanical properties to microstructure // In: Cobalt-base superalloys - 1970 / Ed. by Sullivan C. – Brussels: Centre d'information du cobalt, 1970. – 72 p.
35. Мамиканян С.В. Аппаратура и методы флуоресцентного рентгенорадиометрического анализа. – М. : Атомиздат, 1976. – 278 с.
36. Zinovyev V.G., Serebrov A.P., Mitropolsky I.A. Evaluation of Natural Radioactivity Levels for Structural Material Used in the Construction of the Neutrino Detector // World Journal of Nuclear Science and Technology. – 2015. – No. 5. – P. 43.
37. Логинов Ю.Е., Зиновьев В.Г. Распад изомеров $^{161m1,m2}\text{Dy}$ в условиях резонансного (мессбауэровский экран) окружения // Ядерная физика. – 2013. – Vol. 76, No. 6. – P. 715.

ЗИНОВЬЕВ Владимир Георгиевич

**Развитие нейтронных и радиохимических методик определения редких,
рассеянных элементов в геологических образцах, исследования состава и
его влияния на свойства высокочистых материалов**

АВТОРЕФЕРАТ

**диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук**

Сдано в набор 01.07.2021 г.

Подписано в печать 02.07.2021 г.

Формат бумаги 60x90 1/6 Объем 1.4 печ.л., 1.0 уч.-изд.л.

Тираж 100 экз. Бесплатно. Заказ № 3

Обработано на РС и отпечатано на

ротапринте ИЯФ им. Г.И.Будкера СО РАН

Новосибирск, 630090, пр. академика Лаврентьева, 11