(19) **RU** (11) **2 006 890** (13) **C1**

(51) МПК[5] **G 01 V 5/00**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: **4953498/25, 14.06.1991**

(46) Дата публикации: **30.01.1994**

(71) Заявитель:
Всесоюзный научно-исследовательский институт разведочной геофизики

(72) Изобретатель: **Золотницкий В.А., Кочеванов В.А., Кулаковский А.М., Новиков А.А.**

(73) Патентообладатель:
Всесоюзный научно-исследовательский институт разведочной геофизики

(54) СПОСОБ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

(57) Реферат:

Использование: в области контрольно-измерительной техники. Сущность изобретения: на пару спектральных окон системы автоматической регулировки усиления усилителя (АРУ) анализатора подают калиброванные импульсы и стабилизируют коэффициент усиления усилителя по соотношению скорости счета импульсов в спектральных окнах АРУ. На пробе, не содержащей излучения исследуемой спектральной линии, с помощью генератора импульсов формируют спектральный репер в энергетической области фотопика излучаемой спектральной линии, спектральную линию и спектральный репер смещают в начале энергетической области, максимально удаленной в сторону высоких энергий, и настраивают пары спектральных окон реперов так, чтоюы разность скоростей счета или потенциал рассогласования равнялись нулю. Затем вводят измеряемую пробу и отрабатывают изменение коэффициента усиления по сигналу рассогласования спектрального и индикаторного реперов, измеряют потенциал рассогласования или скорость счета в окнах индикаторного репера и по этим данным судят об интенсивности спектральной линии и о содержании элемента, излучающего эту линию. 2 с. и 1 з. п. ф-лы, 3 ил.

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1

(19) **RU** (11) **2 006 890** (13) **C1**

(51) Int. Cl.[5] **G 01 V 5/00**



RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **4953498/25, 14.06.1991**

(46) Date of publication: **30.01.1994**

(71) Applicant:
VSESOJUZNYJ NAUCHNO-ISSLEDOVATEL'SKIJ INSTITUT RAZVEDOCHNOJ GEOFIZIKI

(72) Inventor: ZOLOTNITSKIJ V.A., KOCHEVANOV V.A., KULAKOVSKIJ A.M. , NOVIKOV A.A.

(73) Proprietor:
VSESOJUZNYJ NAUCHNO-ISSLEDOVATEL'SKIJ INSTITUT RAZVEDOCHNOJ GEOFIZIKI

(54) METHOD FOR SPECTROMETRIC MEASUREMENTS AND DEVICE FOR ITS REALIZATION

(57) Abstract:

FIELD: testing and measuring instruments. SUBSTANCE: calibrated pulses are fed to pair of spectral windows of automatic gain control (AGC) circuit of analyzer amplifier and gain factor of amplifier is stabilized with reference to relation of pulse counting rate in spectral windows of automatic gain control circuit. Spectral reference mark is formed on sample with no radiation of spectral line to be analyzed. This reference mark is formed with the aid of pulse generator in energy band of photopeak of emitted spectral line. Then spectral line and spectral reference mark are moved to head of energy band most away towards high energies. Pairs of spectral windows of reference marks are adjusted so that difference in counting rates or mismatch potential should be equal to zero. Then sample to be measured is introduced and change of gain factor is worked out in response to mismatch signal of spectral and indicator reference marks. After that mismatch potential or counting rates in indicator windows are measured to determine intensity of spectral line and content of element emitting this line. EFFECT: improved accuracy of measurements. 3 cl, 3 dwg

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1

Изобретение относится к области радиометрических и ядерно-геофизических исследований и может быть использовано при радиоэкологических измерениях загрязнений, например, по цезию-137, на геолого-разведочных предприятиях и в горной промышленности при ядерно-геофизических определениях содержаний элементов, присутствующих в породах в малых ($q \approx n \cdot 10^{-3}\%$) содержаниях или при исследованиях сложных по составу руд, состоящих из элементов с близкими атомными номерами, а также в металлургии для оценки содержания элементов-примесей в сплавах и смесях.

Известен способ спектрометрических измерений, осуществляемый приборами РКП-305. Этот способ предусматривает выделение спектральных линий, излучаемых естественными радионуклидами, и измерение интенсивности их излучения в каналах спектрометра. Основной недостаток способа и аппаратуры состоит в жесткой привязке к трем или четырем спектральным линиям и в плохой чувствительности определений, вызванной взаимовлиянием соседних (мешающих) спектральных линий.

Наиболее близким к изобретению является способ спектрометрических исследований, на основе которого создан рентгенорадиометрический метод определения содержаний различных элементов [1] . Этот способ заключается в спектрометрических измерениях интенсивности спектральных линий, возбуждаемых источниками гамма-квантов, с использованием детектора и амплитудного анализатора импульсов и реперной системы в виде подачи калиброванных импульсов на выбранную пару спектральных каналов АРУ (автоматической регулировки усиления усилителя) анализатора с коррекцией коэффициента усиления усилителя по соотношению скоростей счета в паре спектральных каналов (окон) реперной системы. Способ основан на учете взаимовлияния рентгеновских спектров определяемого и мешающего элементов (способ Долби) и позволяет в сложных рудах разделять элементы с соотношением концентраций мешающего и определяемого не более 2: 1 и имеет пределы обнаружения не лучше $n \cdot 10^{-2}\%$, что исключает применение его при определениях более низких содержаний и зачастую не удовлетворяет требованиям промышленности.

Способ может быть реализован с помощью малоканальной спектрометрической аппаратуры, к которой относится наиболее распространенный прибор РРК-103 "Поиск". Этот прибор работает следующим образом. Характеристическое рентгеновское излучение от пробы, возбуждаемое специальным источником гамма-квантов, преобразуется в детекторе в электрические импульсы, которые через предусилитель и усилитель поступают на амплитудный анализатор и после него на стрелочный или цифровой индикатор. Калиброванные импульсы, обусловленные излучением реперного источника гамма-квантов, подают на пару спектральных каналов блока АРУ и по соотношению скоростей счета в каналах автоматически корректируется коэффициент усиления усилителя и стабилизируется регистрируемый спектр в паре спектральных каналов анализатора. Для осуществления способа измеряют скорость счета импульсов в энергетическом диапазоне, соответствующем излучению исследуемой спектральной линии.

Недостатком способа и устройства является невысокая чувствительность анализа и плохой предел обнаружения, что обусловлено наложением спектральных линий и невозможностью их разделения при использовании современных детекторов гамма-излучения, и следовательно, плохим пределом обнаружения.

Цель изобретения - повышение чувствительности.

Указанная цель достигается тем, что по способу спектрометрических измерений, предусматривающему выделение и измерение интенсивности исследуемых линий посредством детектора, амплитудного анализатора импульсов и реперной системы, формирующей калиброванные импульсы, подаваемые на выбранную пару спектральных каналов блока автоматической регулировки усиления усилителя анализатора, с коррекцией коэффициента усиления по соотношению скорости счета импульсов на спектральных каналах, на пробе, не содержащей излучения исследуемой спектральной линии, формируют спектральный репер импульсами точной частоты и амплитуды в энергетической области фотопика излучаемой спектральной линии, спектральную линию и спектральный репер смещают в начало энергетической шкалы исследуемого энергетического диапазона, формируют индикаторный репер в энергетической области, максимально удаленной к концу энергетической шкалы исследуемого энергетического диапазона в область высоких энергий, на той же пробе настраивают спектральную и индикаторную реперные системы из условия равенства нулю их потенциалов рассогласования, затем вводят исследуемую пробу и в каналах индикаторного репера измеряют сигналы в виде потенциала рассогласования индикаторного репера или скорости счета импульсов, по предварительно найденной зависимости потенциала рассогласования или скорости счета импульсов индикаторного репера от интенсивности излучения изучаемой спектральной линии на стандартных образцах с известными содержаниями элементов, излучающих данные спектральные линии, судят об интенсивности изучаемой спектральной линии и о содержании элемента, излучающего ее.

При наличии мешающих излучений указанная цель достигается тем, что спектральный репер формируют в энергетическом диапазоне аналитического канала, состоящего по крайней мере из двух рабочих окон и компенсационного окна, причем полезный сигнал, очищенный от помех, подают в аналитический канал в виде импульсов с амплитудами, соответствующими амплитудам исследуемой спектральной линии.

Цель достигается тем, что устройство для спектрометрических измерений, содержащее детектор с предусилителем, усилитель и блок АРУ анализатора, дополнительно содержит генератор импульсов точной частоты и амплитуды, делитель частоты с двумя

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1

независимыми аттенюаторами, линию задержки с аттенюатором, полярный селектор, регулируемые усилитель и усилитель-экспандер и блоки спектрального и индикаторного реперов, причем один из выходов генератора точной частоты и амплитуды подключен к входу предусилителя и через усилитель и полярный селектор - к блоку АРУ анализатора, другой выход генератора соединен с входом делителя частоты, один из выходов которого подключен к входу предусилителя и через усилитель, полярный селектор и регулируемый усилитель соединен с блоком спектрального репера, выход которого подключен к одному из входов регулируемого усилителя, а другой выход делителя частоты через линию задержки связан непосредственно с регулируемым усилителем и через него - с усилителем-экспандером и блоком индикаторного репера, один из выходов которого подключен к входу усилителя-экспандера, а другой - к регистратору сигналов.

На фиг. 1 показана схема расстановки каналов спектрометра; на фиг. 2 - блок-схема устройства; на фиг. 3 - пример осуществления способа.

На фиг. 1 приведена схема расстановки каналов спектрометра АИ-1024 с детектором на пропорциональном счетчике СИ-11Р-3 при анализе медно-цинковых руд. Линию меди возбуждали ампульным источником ^{109}Cd (22.2 кэВ). Спектральный и индикаторный реперы формировали периодическими импульсами от генератора Г-5-54. Максимум пика спектрального репера совмещали с энергией 8,6 кэВ ($K_{\alpha}Zn$) и варьируя границами каналов и величиной коэффициента ослабления, добивались, чтобы сигнал $\delta = N_I - N_{II} = 0$ при отсутствии содержаний меди в пробе. С помощью такой настройки компенсируется влияние содержаний цинка в каналах спектрального репера (СР). Приняты следующие обозначения: каналы СР I и II, каналы индикаторного репера (ИР) III и VI, аналитические каналы I и III и компенсационные II и IV, Δ U - потенциал рассогласования ИР, а ИР' - положение максимального отклонения пика ИР.

Устройство (фиг. 2) содержит детектор 1, предусилитель 2, усилитель 3, полярный селектор 4, блок АРУ анализатора 5, генератор 6 точной частоты и амплитуды, делитель 7 частоты, линию 8 задержки, регулируемый усилитель 9, блок 10 спектрального репера, усилитель-экспандер 11, блок 12 индикаторного репера, регистратор 13 сигналов, причем один из выходов генератора 6 соединен через предусилитель 2 и усилитель 3 с входом полярного селектора 4 и так как импульсы, посылаемые с этого входа генератора, имеют, например, положительную полярность, они проходят на вход блока АРУ 5, второй вход генератора 6 посылает импульсы отрицательной полярности на вход делителя 7 частоты, один из выходов которого через предусилитель 2, усилитель 3 и полярный селектор 4 соединен с входом регулируемого усилителя 9, который подключен к блоку 10 спектрального репера и к одному из входов регулируемого усилителя 9, а другой выход делителя частоты 7 через линию 8 задержки связан с регулируемым усилителем 9 и через него с входом усилителя-экспандера 11 и блоком 12, выходы которого соединены с одним из входов усилителя-экспандера 11 и регистратора 13 сигналов.

Устройство работает следующим образом.

От одного из выходов генератора 6 импульсы положительной амплитуды подаются на вход предусилителя 2 и через усилитель 3 - на полярный селектор 4, который положительные импульсы направляет на вход блока АРУ спектрометра 5, содержащий пару спектральных окон, где по отношению скоростей счета в этих окнах вырабатывается сигнал рассогласования, являющийся одновременно сигналом управления, с помощью которого через один из входов усилителя 3 осуществляется обратная связь, позволяющая стабилизировать устройство за счет автоматической регулировки коэффициента усиления усилителя 3.

На пробе, не содержащей исследуемую спектральную линию, осуществляют формирование и настройку спектрального и индикаторного реперов. От генератора 6 через один из выходов делителя 7 частоты, имеющего переменный коэффициент деления и два независимых аттенюатора, импульсы отрицательной полярности подаются на вход предусилителя 2 и через предусилитель, усилитель 3 и полярный селектор 4 (вход на блок АРУ спектрометра 5 для отрицательных импульсов закрыт) поступают на вход регулируемого усилителя 9, выход которого соединен с входом блока спектрального репера 10, выход которого подключен к одному из входов регулируемого усилителя 9. С помощью регулируемого усилителя 9 амплитуды этих импульсов уменьшают так, чтобы сместить к началу энергетической шкалы данного прибора. Для этих импульсов вход на усилитель-экспандер 11 закрыт высоким порогом. Через другой выход делителя 7 частоты отрицательные импульсы подаются на вход линии задержки, причем длительность задержки должна быть больше длительности отрицательных импульсов, поступающих на вход блока спектрального репера, а затем они поступают на регулируемый усилитель 9 и усилитель-экспандер 11 и через последний по одному из выходов на блок 12 индикаторного репера и вновь на усилитель-экспандер, откуда после дополнительного усиления они направляются прямо на регистратор 13. С помощью делителя 7 частоты и усилителя-экспандера 11 амплитуды отрицательных импульсов индикаторного репера усиливаются так, чтобы сместить их максимально в сторону высоких энергий. Такая величина амплитуд импульсов, формирующих пик индикаторного репера, позволяет добиться максимальных величин сигнала рассогласования.

При измерении проб, не содержащих излучения изучаемой спектральной линии, окна блоков спектрального и индикаторного реперов настраивают так, чтобы сигнал рассогласования, измеряемый регистратором 13, был равен нулю.

При наличии в пробе излучения изучаемой спектральной линии или содержаний определяемого элемента и, следовательно, характеристического излучения от него при облучении источником гамма-квантов, это

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1

излучение регистрируется детектором 1, трансформируясь в отрицательные электрические импульсы с амплитудой, близкой к амплитудам первой серии отрицательных импульсов от генератора точной частоты и амплитуды. Эти импульсы подаются на предусилитель 2 и усилитель 3, где усиливаются, а затем на полярный селектор, где они отделяются от импульсов положительной амплитуды от генератора точной частоты и амплитуды, после чего они поступают на регулируемый усилитель 9 и через него на блок спектрального репера, на выходе которого и возникает сигнал рассогласования, пропорциональный скорости счета импульсов, обусловленной излучением исследуемой спектральной линии. Этот сигнал рассогласования изменяет коэффициент усиления регулируемого усилителя 9 и увеличивает амплитуды отрицательных импульсов спектрального и индикаторного реперов, но так как эти амплитуды различаются во много раз, то амплитуды отрицательных импульсов, образующих индикаторный репер, возникают (по абсолютной величине) во столько раз больше амплитуд импульсов, образующих спектральный репер, во сколько раз амплитуды в энергетическом эквиваленте больше друг друга.

Применение генератора точной частоты и амплитуды для формирования реперных систем существенно расширяет возможности предлагаемого способа, позволяя анализировать практически любые химические элементы, любые спектральные линии естественного или захватного спектра излучения.

Для осуществления способа проводят следующие операции.

На пару спектральных каналов АРУ спектрометра подают калиброванные импульсы и стабилизируют коэффициент усиления усилителя по соотношению скоростей счета импульсов в каналах. АРУ считается настроенным, если скорости счета импульсов в правом ($N_п$) и левом ($N_л$) спектральных каналах равны, т. е. $\sigma = N_п - N_л \approx 0$.

Снимают спектр излучения изучаемых проб и устанавливают местоположенние спектральной линии, которую требуется исследовать. Определяют также местоположение каналов и значит амплитуды импульсов в каналах спектрального репера.

На пробе, не содержащей излучения исследуемой спектральной линии, с помощью генератора точной частоты и амплитуды формируют спектральный репер в энергетической области фотопика этой линии, захватывая одним из каналов весь фотопик или часть его.

С помощью регулируемого усилителя уменьшают амплитуды импульсов, обусловленные излучением исследуемой спектральной линии и амплитуды импульсов генератора точной частоты и амплитуды, из которых сформирован спектральный репер, смещая их к началу энергетической шкалы используемого прибора.

На той же пробе с помощью того же генератора импульсов формируют индикаторный репер в виде импульсов генератора точной частоты и амплитуды и с помощью регулировки усилителя-экспандера увеличивают их амплитуды так, чтобы они сместились к концу энергетической шкалы используемого прибора, не забывая, что нужно оставить некоторую часть шкалы для того, чтобы было можно регистрировать отклонения пика индикаторного репера.

Спектральный и индикаторный реперы настраивают на пробе, не содержащей излучения исследуемой спектральной линии так, чтобы сигналы их рассогласования в виде потенциала рассогласования или скорости счета импульсов равнялись нулю.

Вводят исследуемую пробу, содержащую излучение исследуемой спектральной линии и регистрируют сигнал рассогласования индикаторного репера в виде потенциала рассогласования (в мВ) при скорости счета импульсов (имп/с), обусловленной надвиганием пика индикаторного репера на аналитические каналы индикаторного репера.

Предварительно на стандартных образцах и пробе, не содержащей излучения исследуемой спектральной линии, получают градуировочную кривую, т. е. зависимость потенциала рассогласования индикаторного репера или скорости счета импульсов от уровня интенсивности исследуемой спектральной линии, обусловленного содержанием элемента, излучающего эту линию.

С помощью градуировочной кривой судят об интенсивности исследуемой спектральной линии, т. е. о содержании элемента, излучающего эту линию.

Изобретение иллюстрируется примером, показанным на фиг, 3, где представлены пики индикаторного репера при измерениях модели, не содержащей вольфрама ($q_W = 0$) (фиг. 3а-1), и моделей с известными содержаниями вольфрама, равными 0,5% (фиг. 3а-2) и 1% (фиг. 3а-3). Здесь же приведены графики зависимости потенциала рассогласования $U_{пр.}$ от содержаний вольфрама (фиг. 3б-1) и предела обнаружения вольфрама q_W^n также от содержаний вольфрама (фиг. 3б-2).

В качестве детектора здесь использовался сцинтилляционный кристалл NaI (Tl) размером 18 х 10 мм, в качестве регистратора - анализатор АИ-1024. Рентгеновский спектр излучения вольфрама (WK_α = = 59,3 кэВ, WK_β = 67,2 кэВ) возбуждался источником ^{153}Gd (97 кэВ и 103 кэВ), спектральный репер формировался излучением ^{142}Sm/61 кэВ, а индикаторный репер - импульсами от генератора Г-5-54.

В этом примере смещение пика индикаторного репера регистрировали как по потенциалу рассогласования, так и по скорости счета импульсов пика индикаторного репера в канале регистрации (отрезок аж на оси абсцисс). Потенциал рассогласования ($U_{пр.}$) измерялся с точностью не хуже 0,3 мВ при экспозиции 100 с и составил $U_{пр.}^{0,5}$ 80 мВ, и $U_{пр.}^{1,0}$ 180 мВ. Расчетный предел обнаружения в этом случае составил 0,002% .

При измерениях сигналов рассогласования пика индикаторного репера скорость счета в регистрирующем канале при измерениях модели пустой породы была представлена площадью а б д а, при измерениях модели с содержанием вольфрама 0,5% - а в е а и при измерениях модели с содержанием вольфрама 1% - а б г

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1

ж а. Расчетный предел обнаружения вольфрама здесь получился около 0,003% , т. е. несколько хуже. (56) 1. Леман Е. П. Рентгенорадиометрический метод опробования месторождений цветных и редких металлов. Л. : Недра, 1978, с. 150-182.

2. Аппаратура РРК-104. "Поиск". Техническое описание и инструкция по эксплуатации НПО "Рудгеофизика", Л. , 1984.

Формула изобретения:

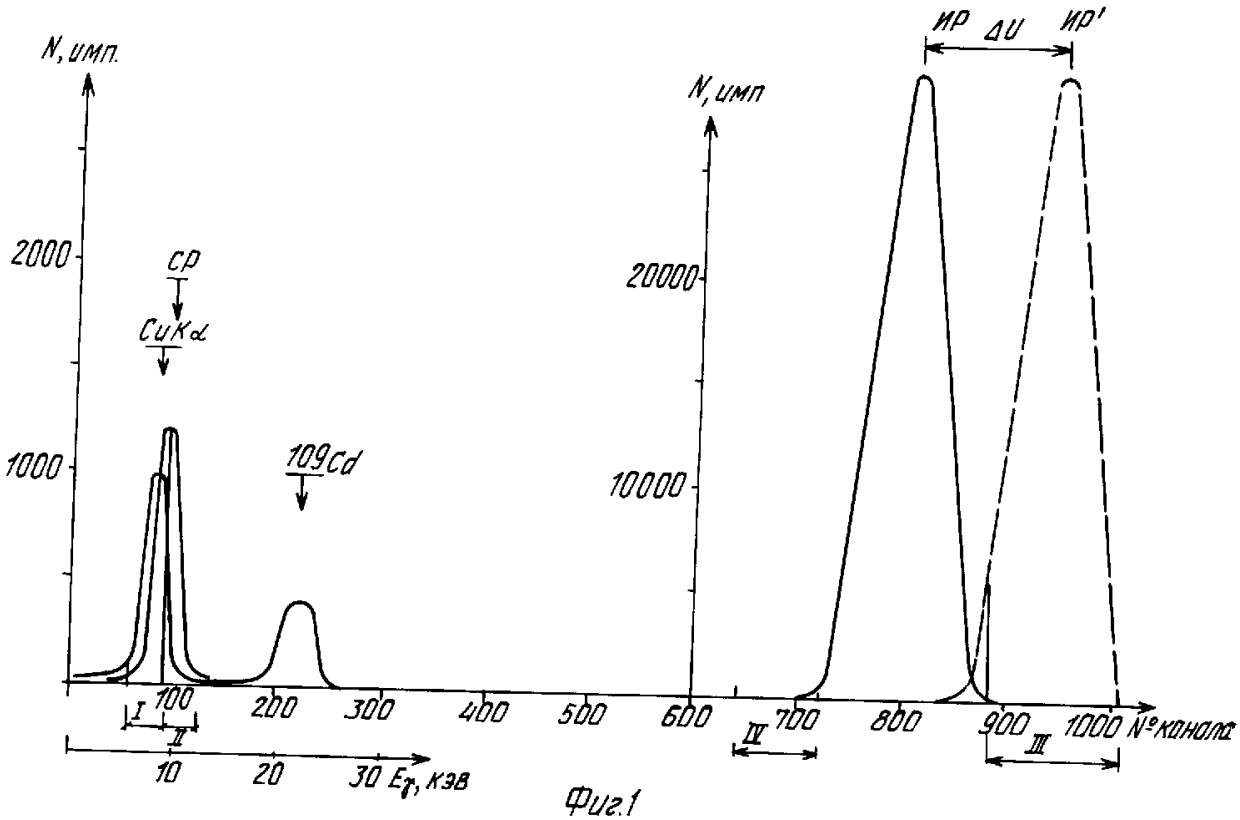
1. Способ спектрометрических измерений, включающий выделение и измерение интенсивности исследуемых спектральных линий посредством детектора, амплитудного анализатора импульсов и реперной системы, формирующей калиброванные импульсы, подаваемые на выбранную пару спектральных каналов блока автоматической регулировки усиления усилителя анализатора, с коррекцией коэффициента усиления по соотношению скорости счета импульсов на спектральных каналах, отличающийся тем, что, с целью повышения чувствительности, на пробе, не содержащей излучения исследуемой спектральной линии, формируют спектральный репер импульсами точной частоты и амплитуды в энергетической области фотопика излучаемой спектральной линии, спектральную линию и спектральный репер смещают в начало энергетической шкалы исследуемого энергетического диапазона, формируют индикаторный репер в энергетической области, максимально удаленной к концу энергетической шкалы исследуемого энергетического диапазона в область высоких энергий, на той же пробе настраивают спектральную и индикаторную реперные системы из условия равенства нулю их потенциалов рассогласования, затем вводят исследуемую пробу и в каналах индикаторного репера измеряют сигналы в виде потенциала рассогласования индикаторного репера или скорости счета импульсов, по предварительно найденной зависимости потенциала рассогласования или скорости счета импульсов индикаторного репера от интенсивности излучения изучаемой спектральной линии на стандартных образцах с известными содержаниями элементов, излучающих данные спектральные линии, судят об интенсивности изучаемой спектральной линии и о содержании элемента, излучающего ее.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что, с целью исключения влияния мешающих спектральных линий, спектральный репер формируют в энергетическом диапазоне аналитического канала, состоящего по крайней мере из двух рабочих окон и компенсационного окна, причем полезный сигнал, очищенный от помех, подают в аналитический канал в виде импульсов с амплитудами, соответствующими амплитудам исследуемой спектральной линии.

3. Устройство для спектрометрических измерений, содержащее детектор с предусилителем, усилитель и блок АРУ анализатора, отличающееся тем, что дополнительно содержит генератор импульсов точной частоты и амплитуды, делитель частоты с двумя независимыми аттенюаторами, линию задержки с аттенюатором, полярный селектор, регулируемые усилитель и усилитель-экспандер и блоки спектрального и индикаторного реперов, причем один из выходов генератора точной частоты и амплитуды подключен к входу предусилителя и через усилитель и полярный селектор к блоку АРУ анализатора, другой выход генератора соединен с входом делителя частоты, один из выходов которого подключен к входу предусилителя и через усилитель, полярный селектор и регулируемый усилитель соединен с блоком спектрального репера, выход которого подключен к одному из входов регулируемого усилителя, а другой выход делителя частоты через линию задержки связан непосредственно с регулируемым усилителем и через него с усилителем-экспандером и блоком индикаторного репера, один из выходов которого подключен к входу усилителя-экспандера, а другой - к регистратору сигналов.

RU 2006890 C1

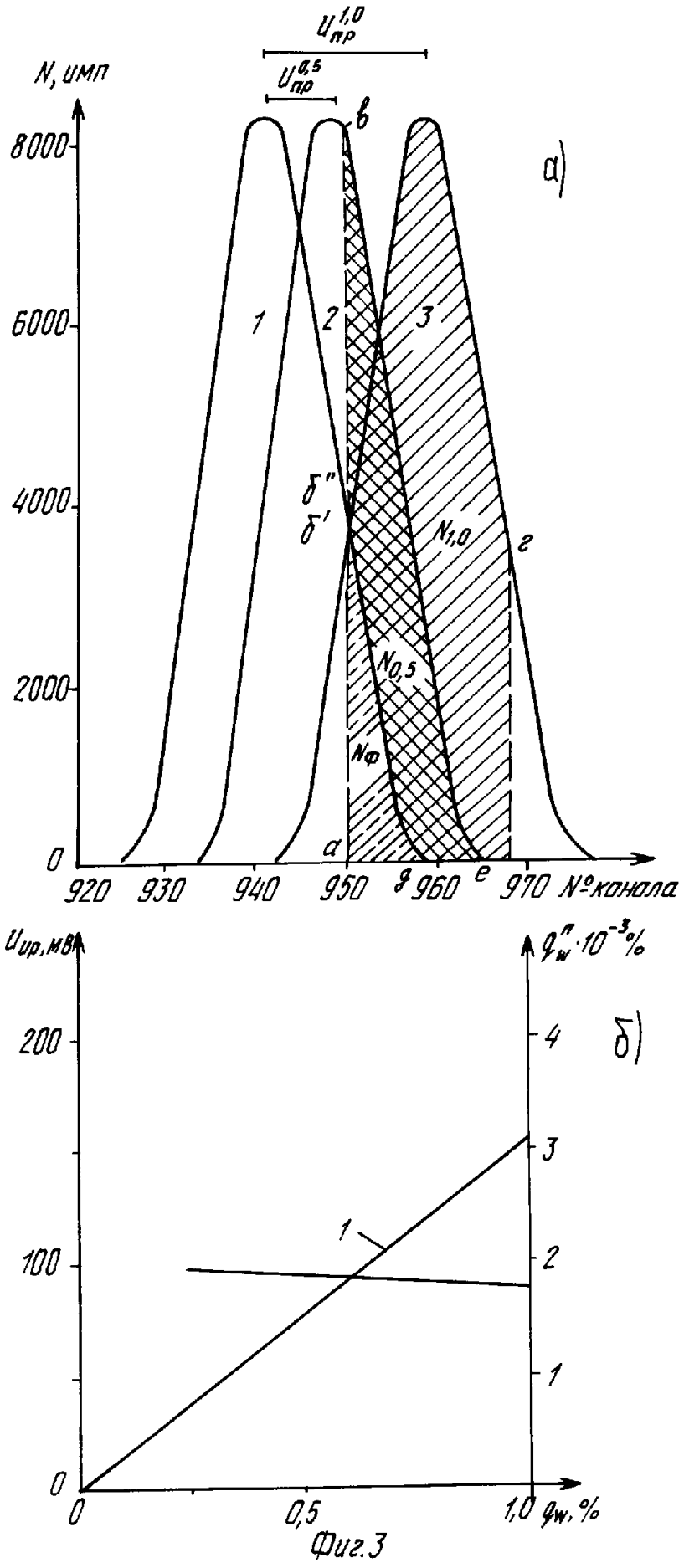
RU 2006890 C1



Фиг.1

RU 2006890 C1

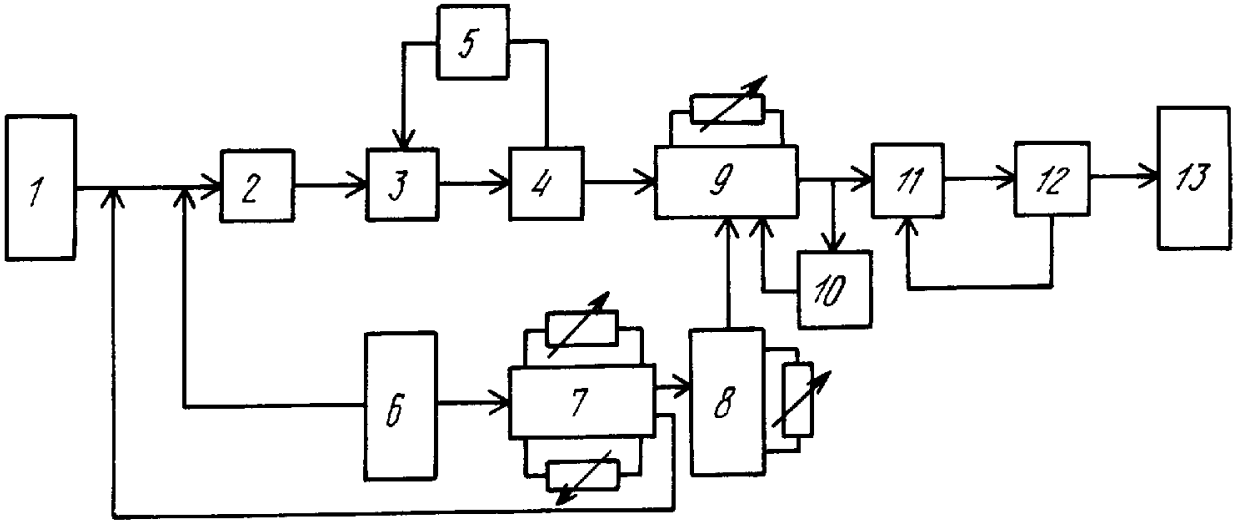
RU 2006890 C1



Фиг.3

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1



Фиг.2

RU 2006890 C1

RU 2006890 C1