



Лекция

Радиографические методы

- Методы анализа, позволяющие определять пространственное распределение элементов, называют радиографическими.
- Термин «*радиография*» дословно означает «*запись излучения*» (*radio* (лат.) – излучаю, *grafo* (греч.) – пишу). Вначале этот термин применялся при описании действия радиоактивных или рентгеновских излучателей на чувствительный слой фотографической пластинки или эмульсии.

Беккерель, Антуан Анри (15 декабря 1852 - 25 августа 1908)
Antoine Henri Becquerel

Выдающийся ученый-физик, лауреат Нобелевской премии по физике (1903 г.). Место рождения - Париж.



Изображение фотопластинки Беккереля, засвеченной излучением солей урана (1896 г.). Видна тень металлического мальтийского креста, помещённого между пластинкой и солью урана.

Ключевые этапы и открытия

- Л.В. Мысовский, в 1919 г. разработал метод выявления следов заряженных частиц в толстослойных эмульсиях.
- С. Гудмэн, Д. Пиктон, Г. Томпсон – 1941-1943 гг., первые исследования по нейтронно-активационной автордиографии
- Р.Л. Флейшер, П.Б.Прайс, Р.М.Уокер – 1959 г., 1962 г. обнаружение следов осколков спонтанного деления урана в слюде и эффекта химического травления треков.
- Прогресс в развитии радиографических методов связан с именами П. Кюри, И. Складовская-Кюри, Г. Хевеши, Ф. Панета, С.З. Рогинского, В.Г. Хлопина, а также Игода, С. Бовье, В.И. Баранова, Ю.А. Шуколюкова, С.Р. Пелка, В.И. Коробкова, Б.И. Брука, Э.Роджерса, Г.Н. Флерова, И.Г. Берзиной, Ю.Ф. Бабиковой, Ф. Поттса, А.Г. Миронова, Л.П. Рихванова Е. С. Флициян и других.

Радиографические методы выявления пространственного распределения элементов при одновременном определении их локальных и общих концентраций позволяют решать в комплексе с другими методами конкретные геологические, геохимические, минералогические, геоэкологические задачи. В частности, радиографические методы позволяют изучать:

- поведение различных элементов в гидротермальных, инфильтрационных, магматических, метаморфических и осадочных процессах (результаты исследований могут быть использованы для определения критериев поиска рудопроявлений, изучения генезиса месторождений и создания теории рудообразования);
- процессы переотложения элементов, которые могут фиксироваться как в виде самостоятельных минералов, выделяющихся по зонам роста или трещинам минералов, так и в виде равномерно распределенной примеси по всему объему вмещающего минерала;
- явление сорбции минералами различных элементов, что важно для решения генетических и технологических задач;
- закономерности процессов перераспределения элементов и их миграции за время существования минералов, горных пород и руд;

- потенциальные источники оруденения в экзогенно-эпигенетических месторождениях;
- особенности распределения и нахождения элементов в бедных рудах с целью увеличения эффективности технологических процессов;
- ореолы окolorудных изменений;
- пространственное и временное смещение равновесия в минералах между материнским и дочерним элементами в рядах радиоактивных распадов;
- соотношения измененных и неизмененных пород с одновременным выявлением в них наложенных процессов;
- перераспределение элементов в метасоматических процессах при образовании одних минералов по другим;
- закономерности, связанные с тепловой историей горных пород, с выявлением времени термометаморфизма;
- пространственное распределение в биологических объектах (древесине, костях, биолитах, крови, волосах и т.д.).

Классификация радиографических методов

(Флеров Г.Н., Берзина И.Г., 1979)

1. *Радиография, основанная на регистрации многозарядных ионов и заряженных частиц (электроны, протоны и α -частицы).*
 - а. *Радиография, основанная на регистрации осколков спонтанного (α -авторадиография) и вынужденного (f-радиография) деления тяжелых элементов.*
 - б. *Радиография, основанная на регистрации а частиц, образовавшихся в результате ядерных реакции.*
 - в. *Радиография, основанная на регистрации природного α -излучения (α -авторадиография).*
 - г. *Радиография, основанная на регистрации протонов и электронов.*

2. Рентгенорадиография и γ -радиография.

а. Рентгенорадиография.

б. γ -радиография

в. Локальный рентгеноспектральный метод

3. Активационная радиография

4. Нейтронная радиография.

а. Просвечивающая нейтронная радиография

б. Нейтронно-спектральная радиография

Радиографические методы применяющиеся на кафедре ГЭГХ

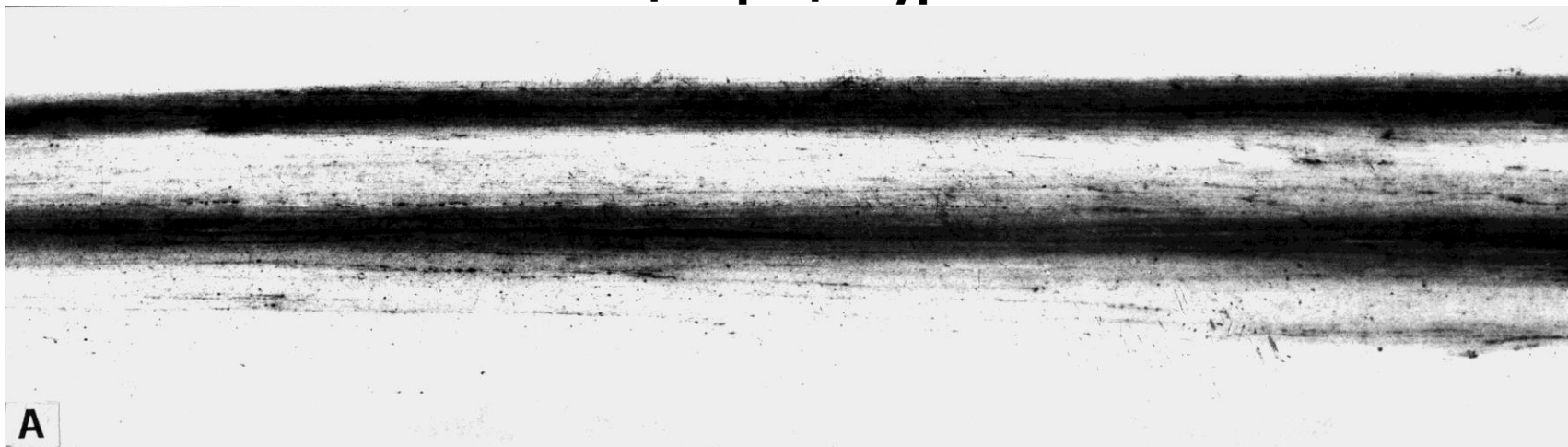
- Макрорадиография
- Микрорадиография
- Осколочная радиография (f-радиография)

Макрорадиография

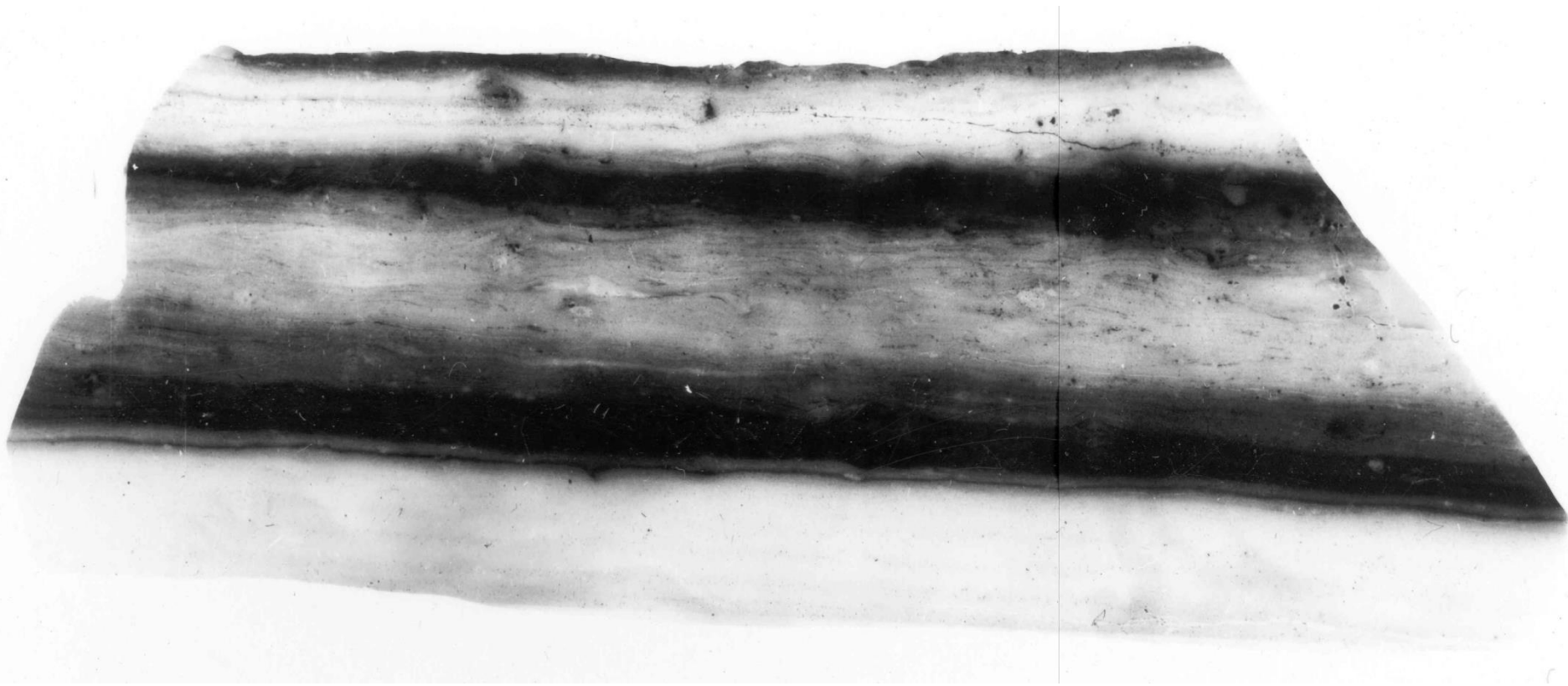
- Макрорадиография является одним из широко распространенных методов изучения характера распределения и формы выделения радиоактивных минералов в исследуемых образцах горных пород и руд.
- Он основан на способности радиоактивных веществ оказывать влияние на эмульсионный слой фотографической пластинки, фотопленки или рентгеновской пленки.
- Это выражается в почернении после проявления тех участков негатива, которые контактировали с радиоактивным минералом.

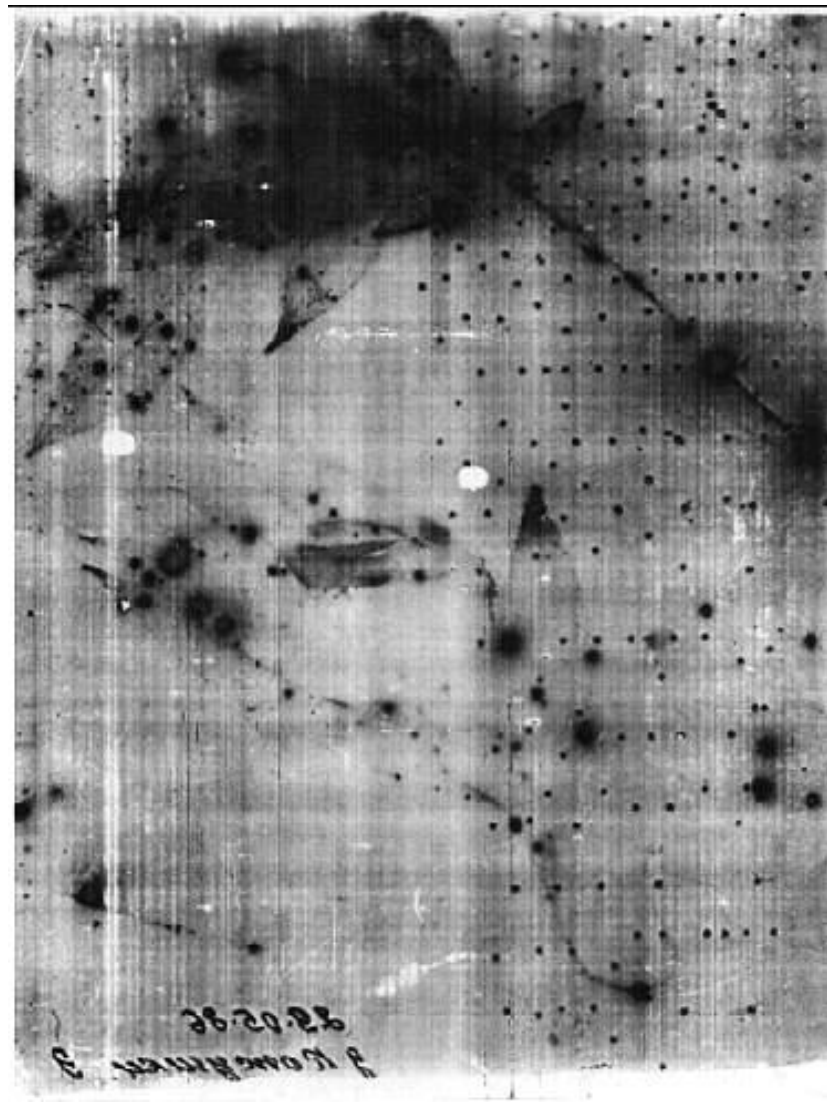
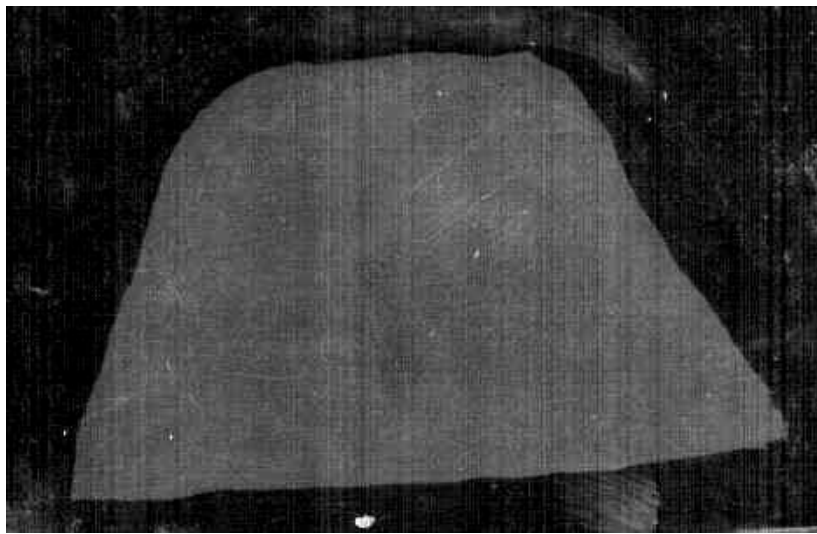
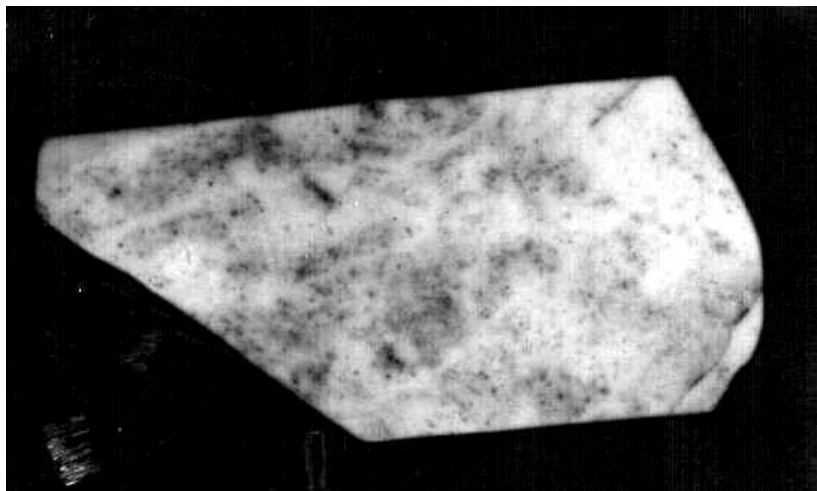
- Для макрорадиографических исследований используются фотографические пластинки и некоторые сорта фотобумаги, выпускаемые промышленностью для обычной фотографии.
- Основным критерием, определяющим пригодность фотоматериалов для целей радиографии, являются высокая разрешающая способность эмульсий, их мелкозернистость и малая вуалирующая способность.
- Наиболее удачным материалом для получения радиографических снимков могут быть рентген-безэкранная пленка, рентген-пленки «Agfa», «Codak» и др.

Контрастные альфа-авторадиограммы ураноносных черных сланцев В.Саяна. Максимальная плотность почернения, соответствует тах концентрации урана.



Контрастная бета-авторадиограмма ураноносного черного сланца В.Саяна. Максимальная плотность почернения, соответствует \max концентрации урана





Методика макрорадиографических исследований достаточно проста и заключается в следующем:

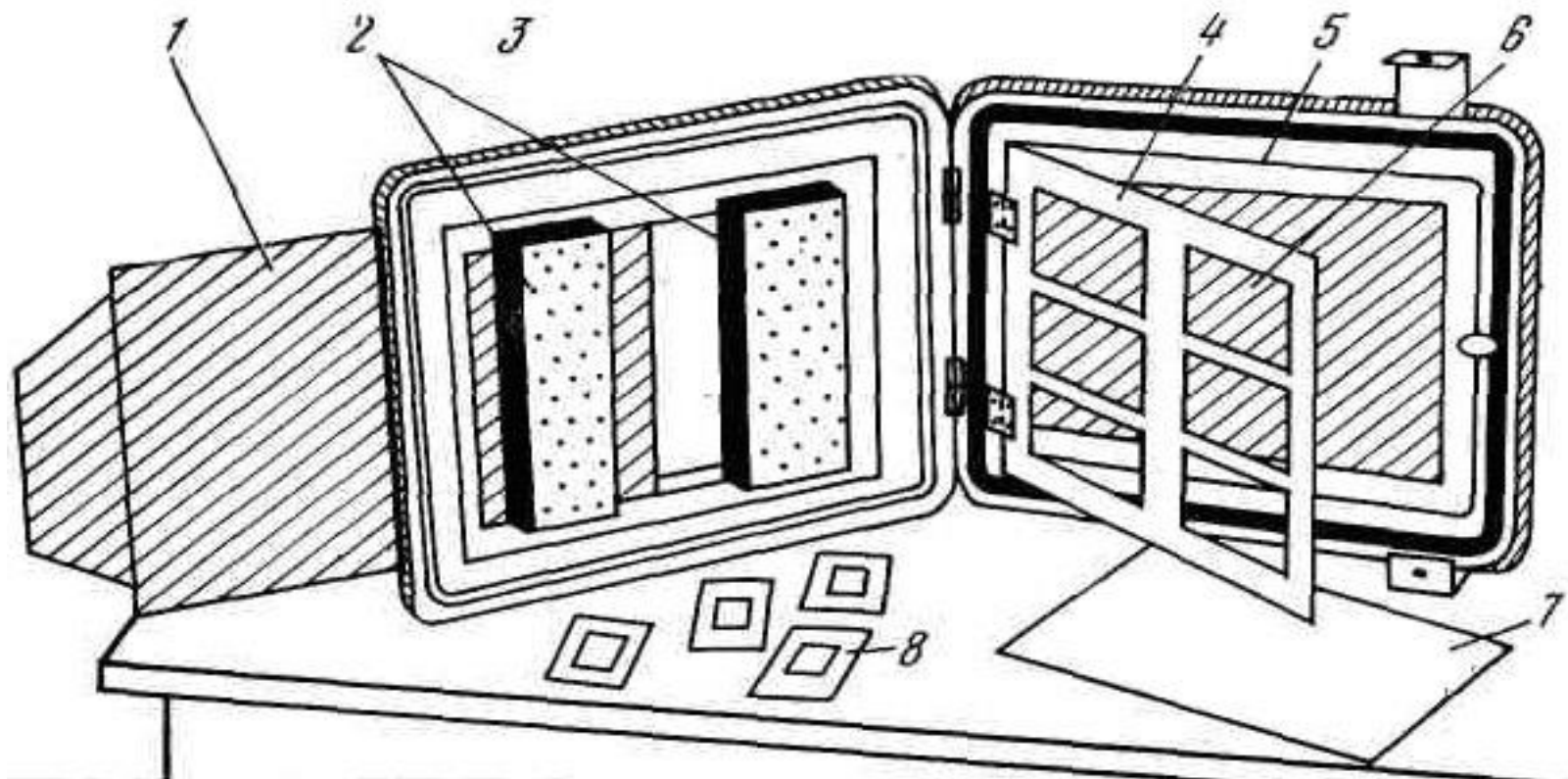
- В полной темноте лист рентгеновской пленки кладется на совершенно гладкую поверхность.
- На нее накладываются шлифы и пришлифовки так, чтобы их полированные стороны плотно прилегали к пленке.
- После того как все предназначенные для работы объекты уложены на лист рентгеновской пленки, необходимо отметить на пленке номера шлифов и обвести их контур для последующего сопоставления радиографии и шлифов, с которых они получены.
- Лучше всего это сделать методом «засвечивания».

- После «засвечивания» пленку с наложенными шлифами убирают в светонепроницаемый ящик для экспозиции. Время экспозиции зависит от радиоактивности минералов.
- Оно колеблется от нескольких часов до нескольких суток. По истечении этого срока шлифы аккуратно снимают с пленки, которую затем (в полной темноте) проявляют и фиксируют обычным порядком

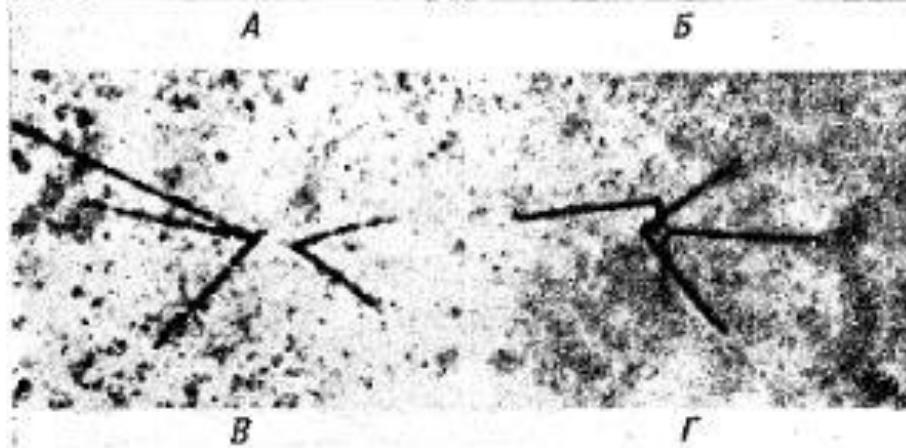
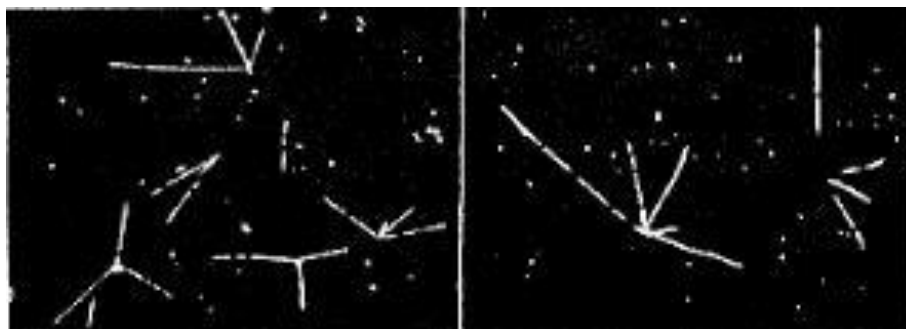
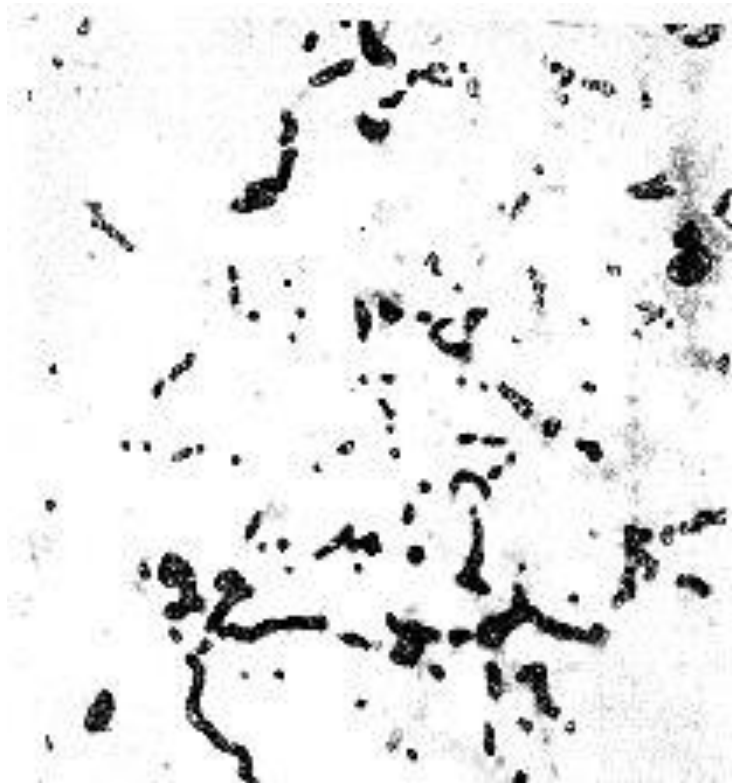
Микрорадиография

- Микрорадиографии аншлифов и непокрытых шлифов выполняются на специальных толстослойных пластинках (или пленках) с мелкозернистой эмульсией светочувствительного слоя. Они позволяют воспроизводить мельчайшие детали размещения рудного вещества. Толстослойные фотоматериалы бывают разных видов, чувствительные как к α -, так и к β -излучениям.
- Метод микрорадиографий с помощью толстослойных пластинок с высокой чувствительностью к α -частицам позволяет: выявить количественную сторону радиоактивности путем подсчета α -треков на единицу площади в единицу времени излучения; установить источник и природу радиоактивного излучения на основе разницы между максимальными длинами пробега α -частиц для элементов ряда урана – актиния и тория.

- Для получения микрорадиографий используются обычные (толщиной 0,03 мм) непокрытые шлифы. Они размещаются на чувствительной к α -лучам толстослойной пластинке размером, 9x12.
- Удобны в работе специальные кассеты, в которых обеспечивается плотное, равномерное прилегание шлифа к фотоэмульсионному слою и исключается возможность скольжения шлифа по эмульсии во время экспонирования. С помощью открывающейся шторки этой кассеты можно высветить номер шлифа для последующей идентификации с радиографией.

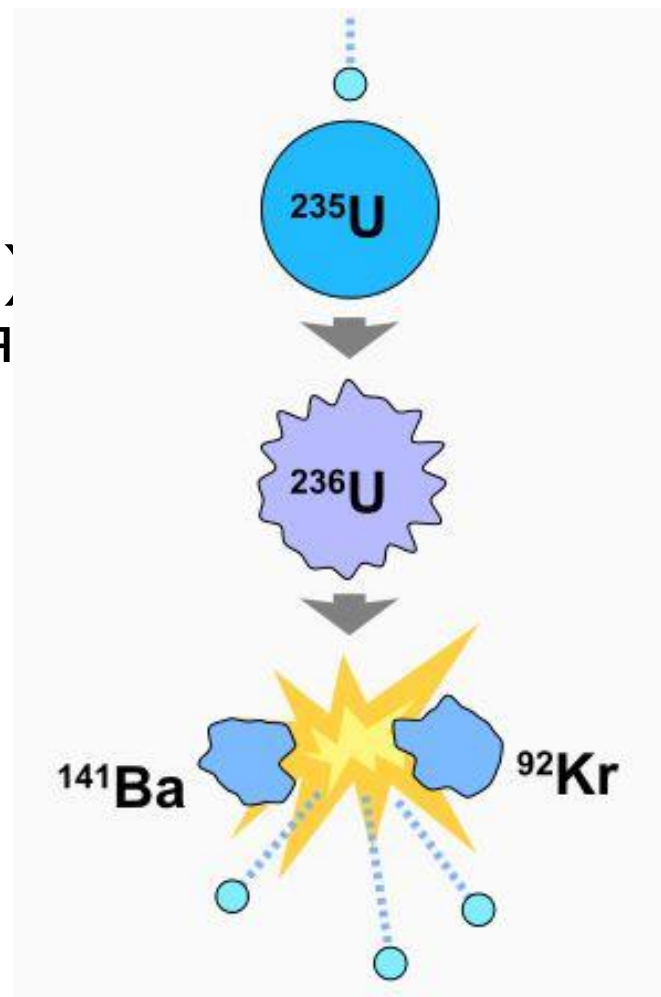


*Кассета для экспонирования микрорадиографий шлифов:
 1 – шторка, позволяющая высвечивать номера шлифов на фотопластинке; 2 –
 полоски пористой резины, равномерно прижимающие экспонирующую часть шлифа;
 3 – крышка кассеты; 4 – рамка; 5 – основание кассеты с углублением для
 фотопластинки; 6 – окна для шлифов; 7 – фотопластинка; 8 – шлифы*



Осколочная радиография (f-радиография)

Метод осколочной радиографии (f-радиография) основан на процессе деления ядер урана и тория под воздействием тепловых нейтронов в ядерном реакторе.



- Метод f-радиографии позволяет с высокой чувствительностью и точностью выявлять пространственное распределение урана и тория при одновременном определении локальных и общих концентрациях.
- Метод обладает повышенной чувствительностью (порог чувствительности порядка $n \cdot 10^{-10}$ г/г) и применяется как для качественных, так и для количественных определений радиоактивных элементов в образцах пород и минералов с кларковыми и закларковыми их содержаниями

- Принципиальная возможность определения содержаний урана в различных материалах основана на том, что осколки спонтанного или вынужденного деления ядер тяжелых элементов оставляют в окружающей среде дефектные области (треки), которые могут быть обнаружены под микроскопом после химического травления исследуемой поверхности.
- Для образования осколков от вынужденного деления ядер урана необходимо исследуемый образец облучить потоком тепловых нейтронов (интегральный поток порядок 10^{12} – 10^{16} част./см² в зависимости от содержания урана в образце). Вынужденное деление при этом испытывают только ядра атомов урана-235, относительное число актов деления других элементов весьма незначительно.



Свечение Вавилова-Черенкова



**Общий вид исследовательского
ядерного реактора ТПУ**

- Регистрация следов от осколков вынужденного деления урана осуществляется с помощью соответствующих детекторов.
- При содержании урана не меньше 10^{-10} г/г в качестве детектора применяется лавсановая пленка толщиной 15–40 мкм, при более низких содержаниях – синтетическая слюда, содержание урана в которой меньше, чем в исследуемом образце или стекло.
- Плотность следов, полученная на лавсане, пропорциональна содержанию урана в образце, величине нейтронного потока и некоторым постоянным, характеризующим детектор и образец.



Лавсан

Синтетическая слюда

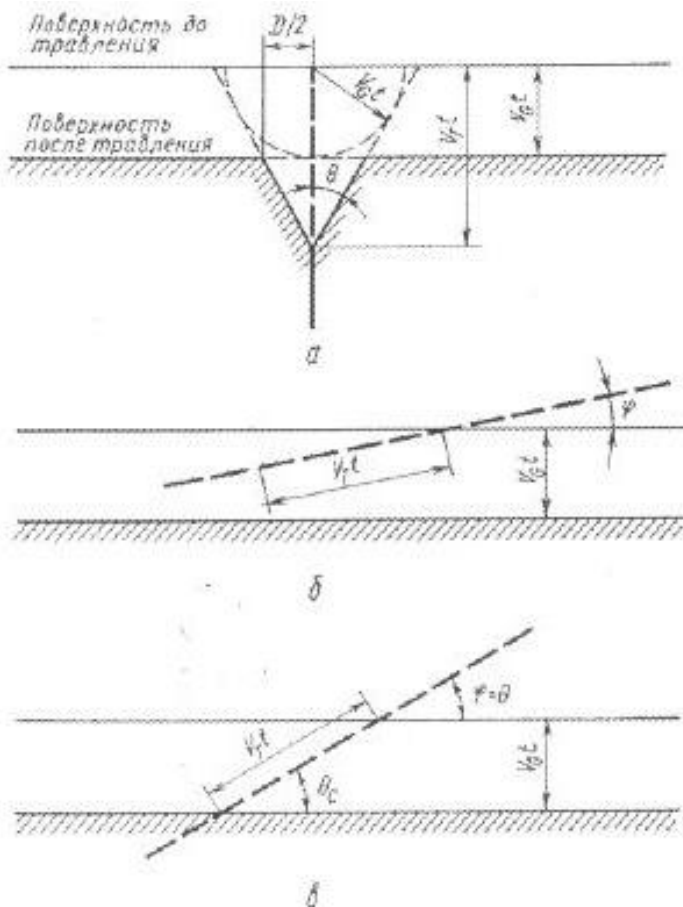


Рис. Геометрия регистрации трека:

a — форма трека определяется скоростью общего растворения вещества v_D и относительно более высокой скоростью растворения v_T по оси трека; *б* — при угле наклона трека меньше $\arcsin(v_D/v_T)$ поверхность сглаживается быстрее, чем развивается нормальная составляющая v_T , в результате трек не образуется; *в* — критический угол наклона $V_c = \arcsin(v_D/v_T)$. При его увеличении треки начинают регистрироваться.

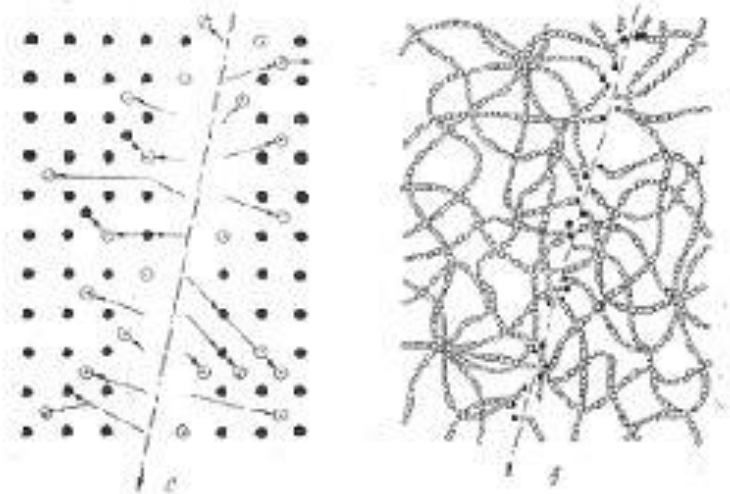


Рис. Атомная структура трека различной толщины в поликристалле (*a*) и полиметалле (*б*). Приближенное представление о структуре следа от ионизации и вторичных ячеек или слоев. В полиметалле из-за наличия разнородных молекулярных цепей и в других местах возникают реакционноспособные участки [5-7].

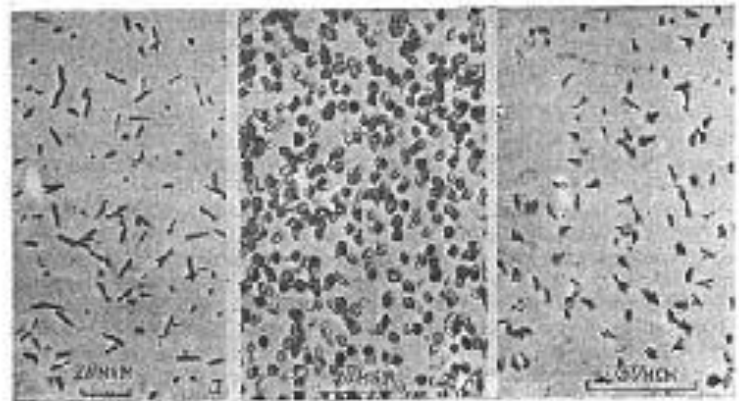


Рис. Треки зарпавленных пленки, в данном случае оксидной пленки SiO_2 , можно наблюдать после травления через оптический микроскоп в различных режимах съемки [5]: *a* — оптический микроскоп, дифференциальный режим, выделение структурной пленки; *б* — оптический микроскоп, дифференциальный режим, выделение структурной пленки; *в* — оптический микроскоп, дифференциальный режим, выделение структурной пленки.

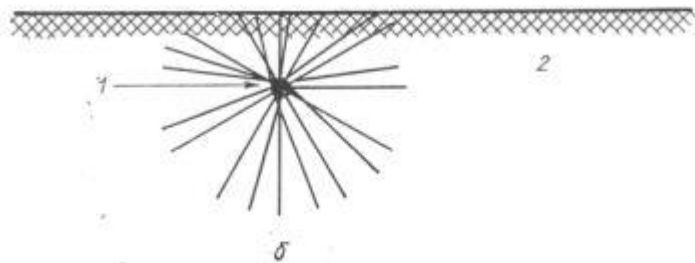


Рис. «Звезды» треков деления в кристаллах:

а — фотография «звезд» из треков спонтанного деления в слюде (треки принадлежат мелкому урансодержащему включению, по [200]); б — схема образования такой «звезды» (1 — богатое ураном включение, 2 — бедная ураном матрица)

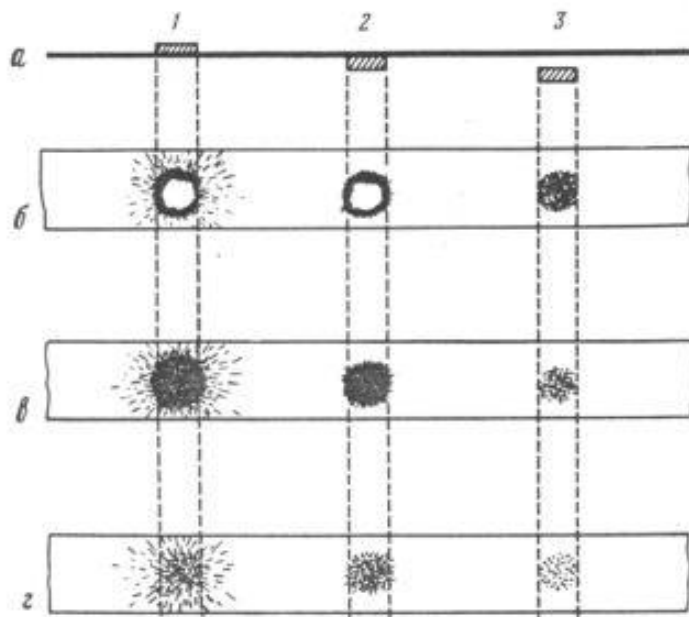
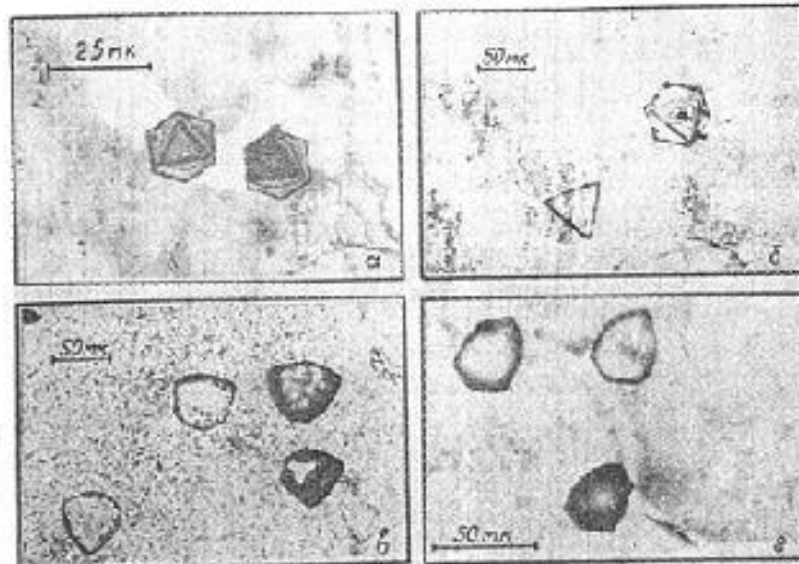
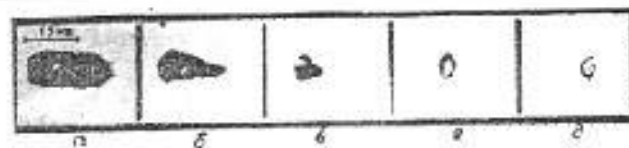


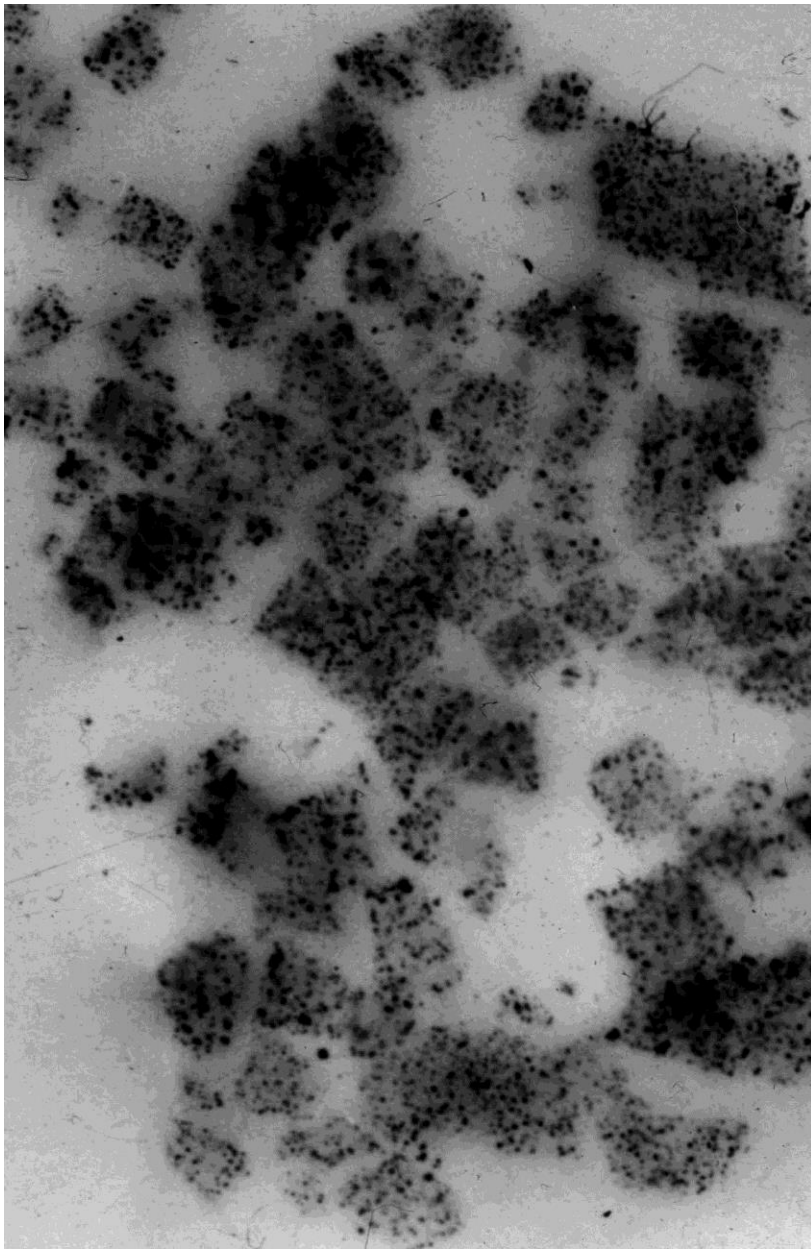
Рис. Схематические изображения вида возможных скоплений треков, получаемых на детекторах от микровключений с различным содержанием исследуемого элемента и разным по глубине расположением их по отношению к изучаемой поверхности образца: различные положения (а) микровключений 1—3 по отношению к рассматриваемой поверхности; различные концентрации в них исследуемого элемента соответственно от максимальных до кларковых (б—в)



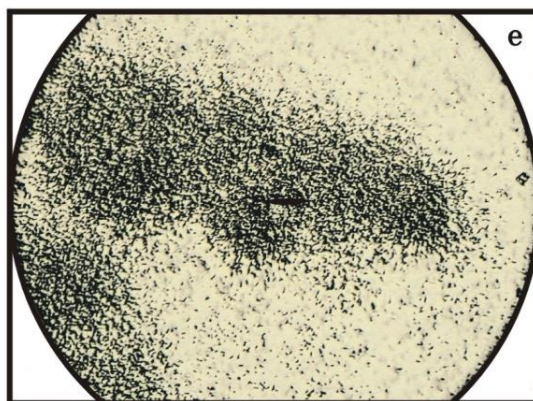
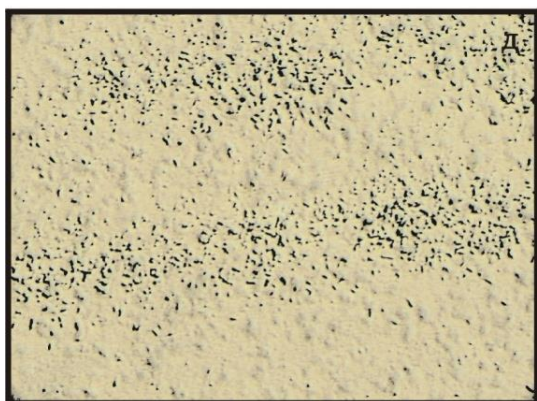
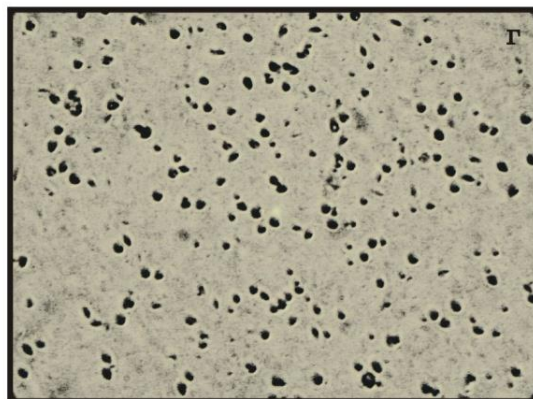
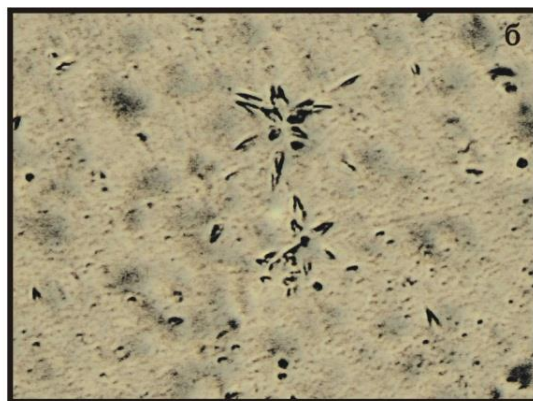
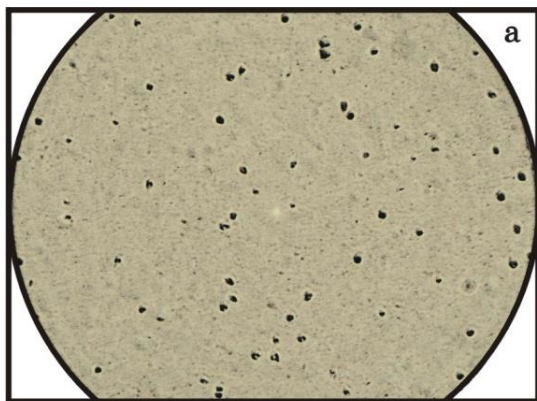
Характерные фигуры уранина на кристаллах, образовавшиеся в слюдах подгретых образцов с содержанием железистости: а) $I = 1,2\%$, б) $I = 2,3\%$, в) $I = 24,2\%$, г) $I = 77,2\%$, д) $I = 97,2\%$



Изменение формы фигур уранина в микровключениях при облучении в течение 1 час при температуре $T = 100^\circ\text{C}$: а) 100, б) 70, в) 50, г) 40, д) 60

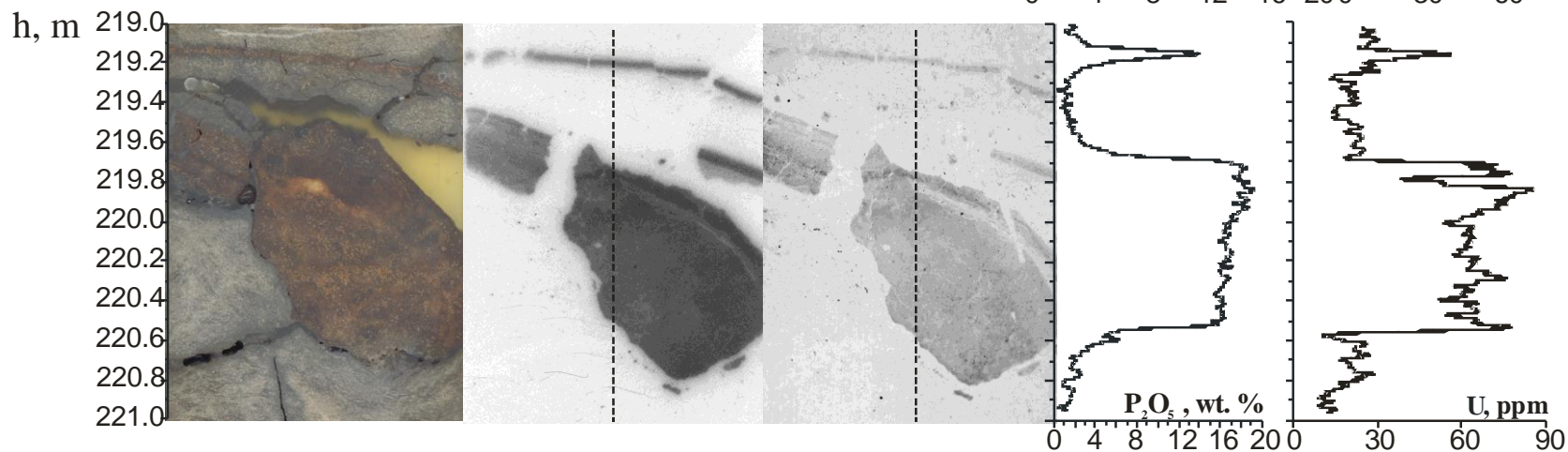
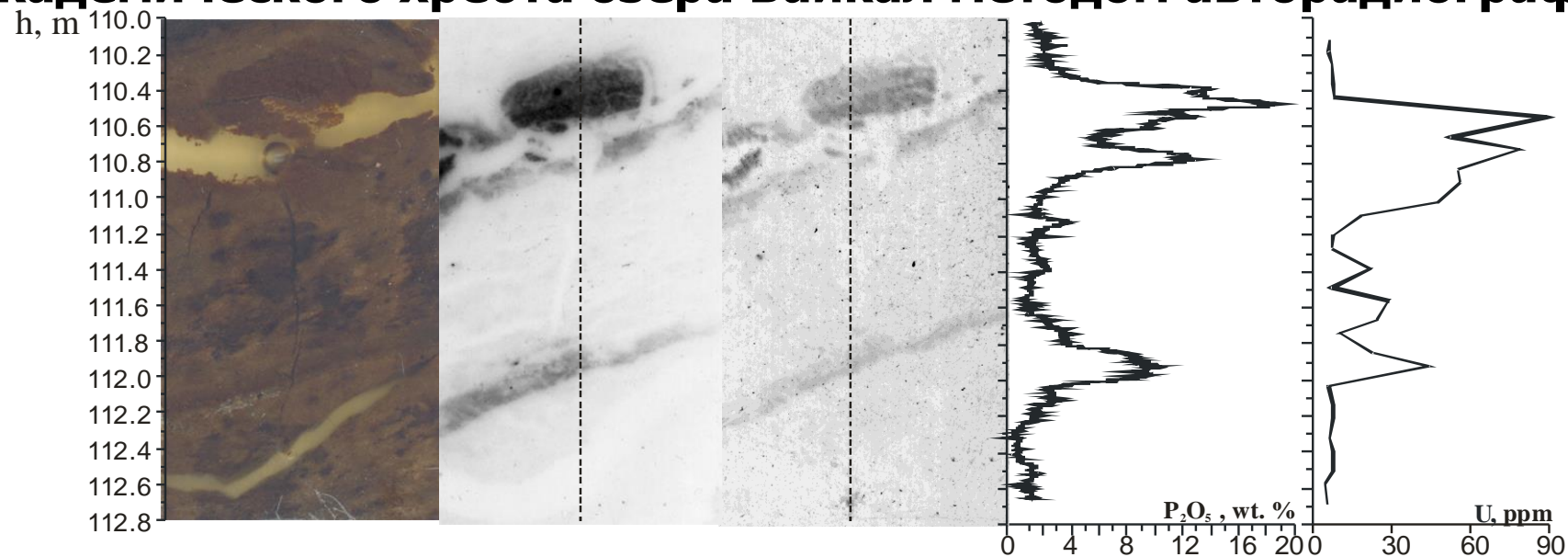


Распределение урана и тория
(уранторианит) в сливном
графите Ботогольского
месторождения, Восточный
Саян

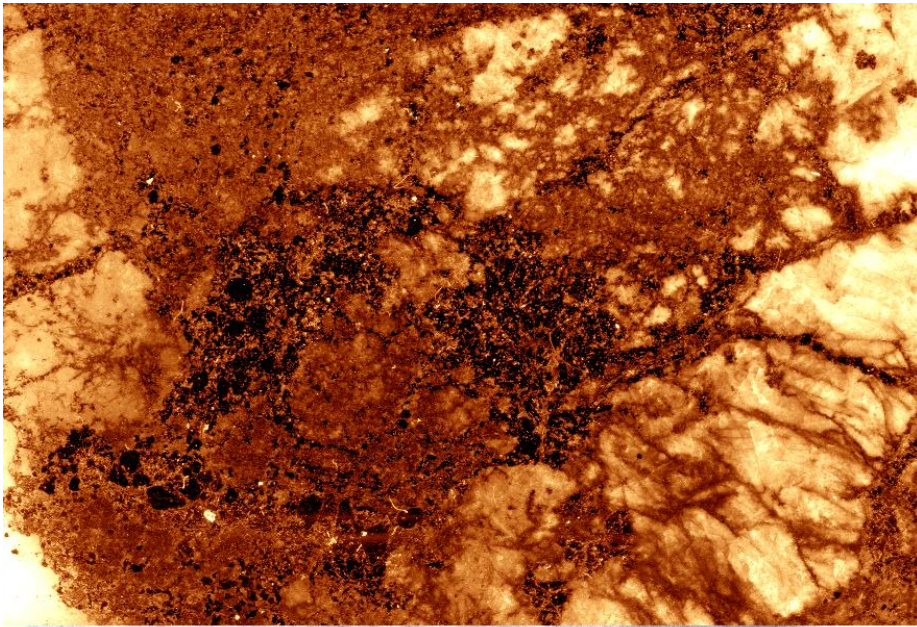


*Характер распределения урана в углях по данным f-радиографии.
Лавсановый детектор:
а – Равномерное распределение.
Увеличение 150Х.; б – Включения урансодержащих акцессориев ("звезды").
Увеличение 300Х.; в – Включения урансодержащих акцессориев ("звезды") с зоной обогащения ураном. Увеличение 300Х.; г – Сетчатое распределение урана. Увеличение 250Х.; д – Линейные зоны обогащения ураном. Увеличение 100Х.; е – Скопление треков субизометричной формы. Увеличение 100Х*

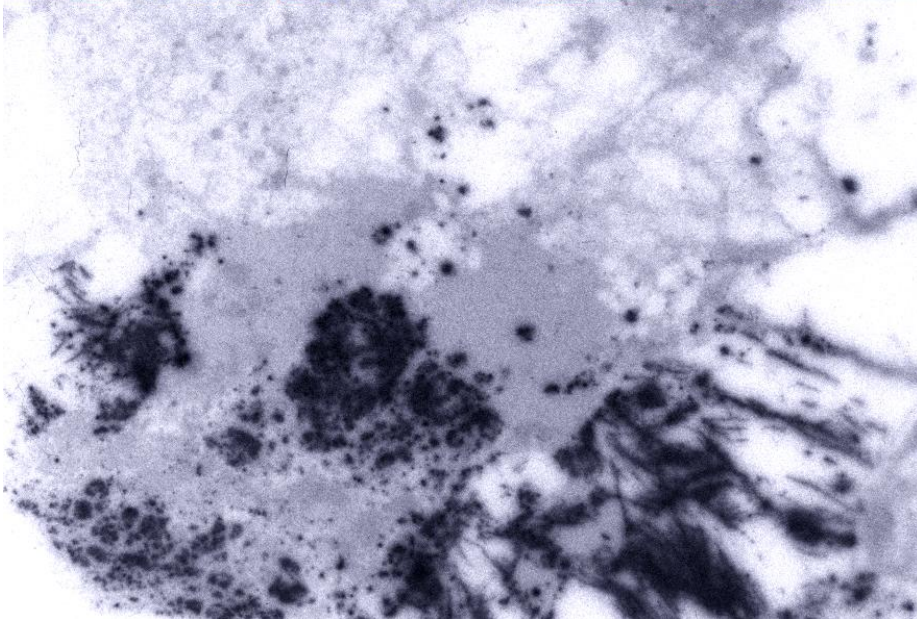
Результаты изучения колонок донных отложений с Академического хребта озера Байкал методом автораддиографии

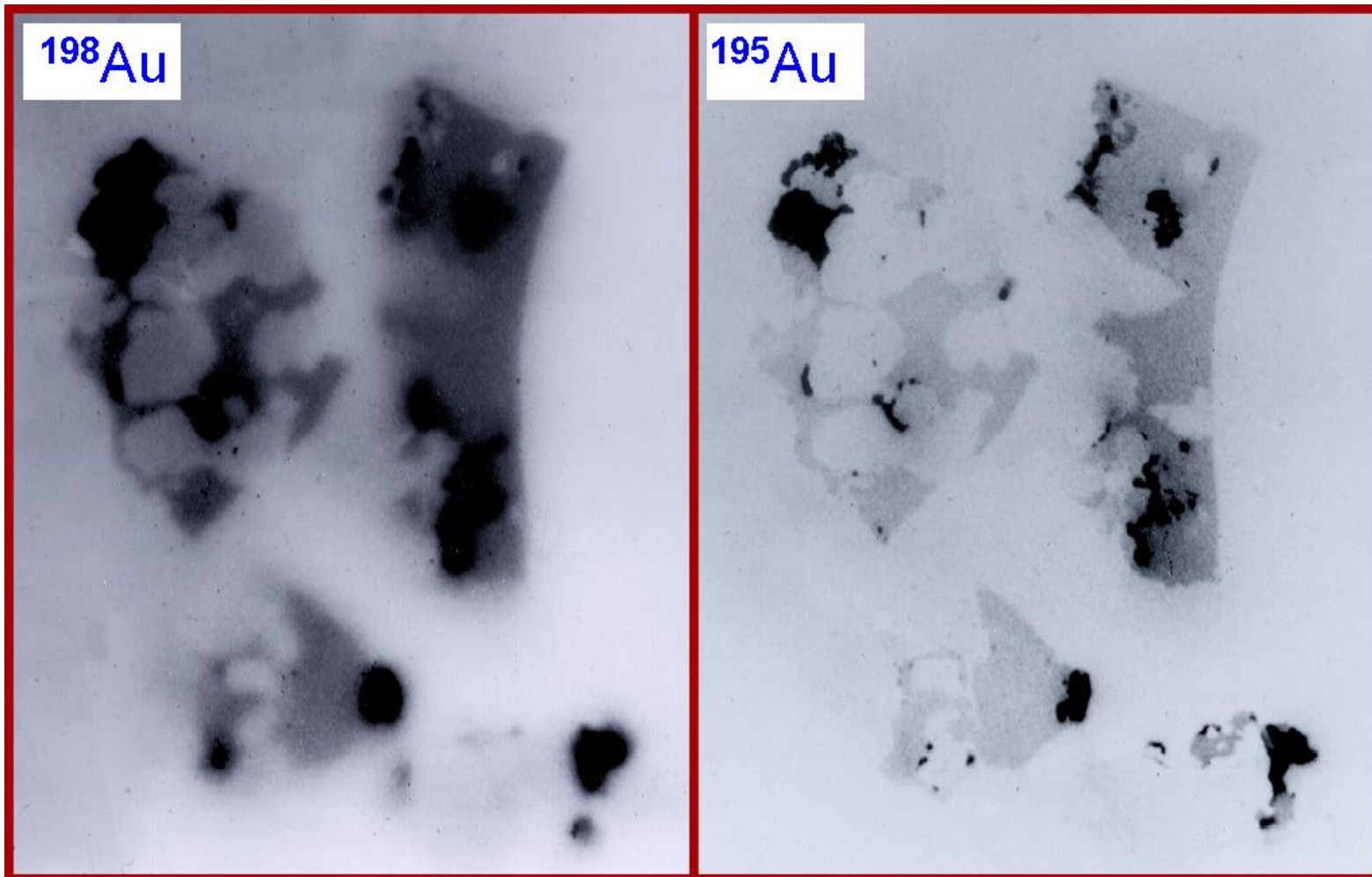


a – образец; b – (n,β)-автораддиограмма; c – (n,f)-автораддиограмма; d – распределение фосфора, e – распределение урана.

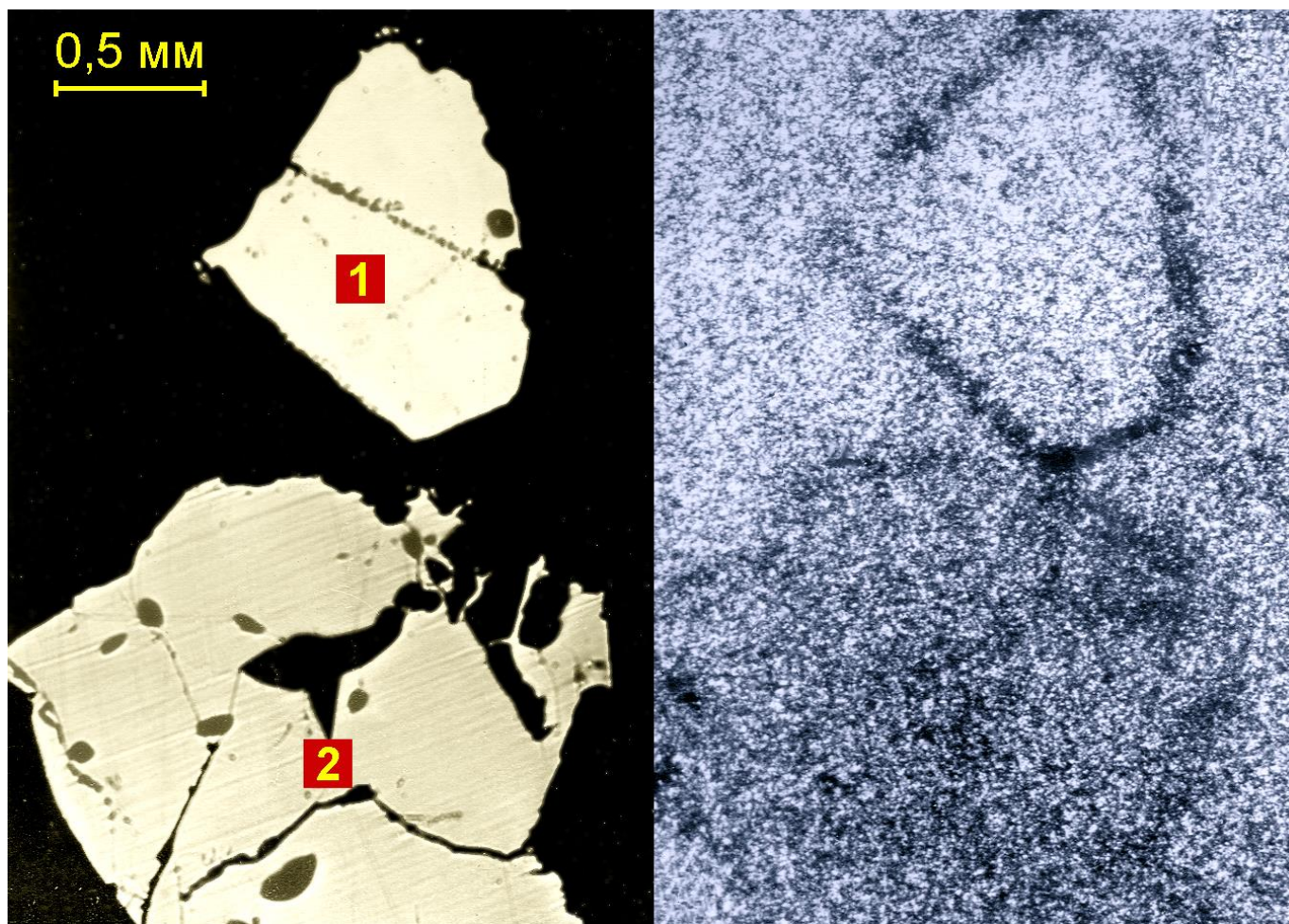


Аншлиф с образца, содержащего сульфидные агрегаты (пирит, халькопирит) – вверху; Нейтронно-активационная радиография ^{198}Au – внизу.

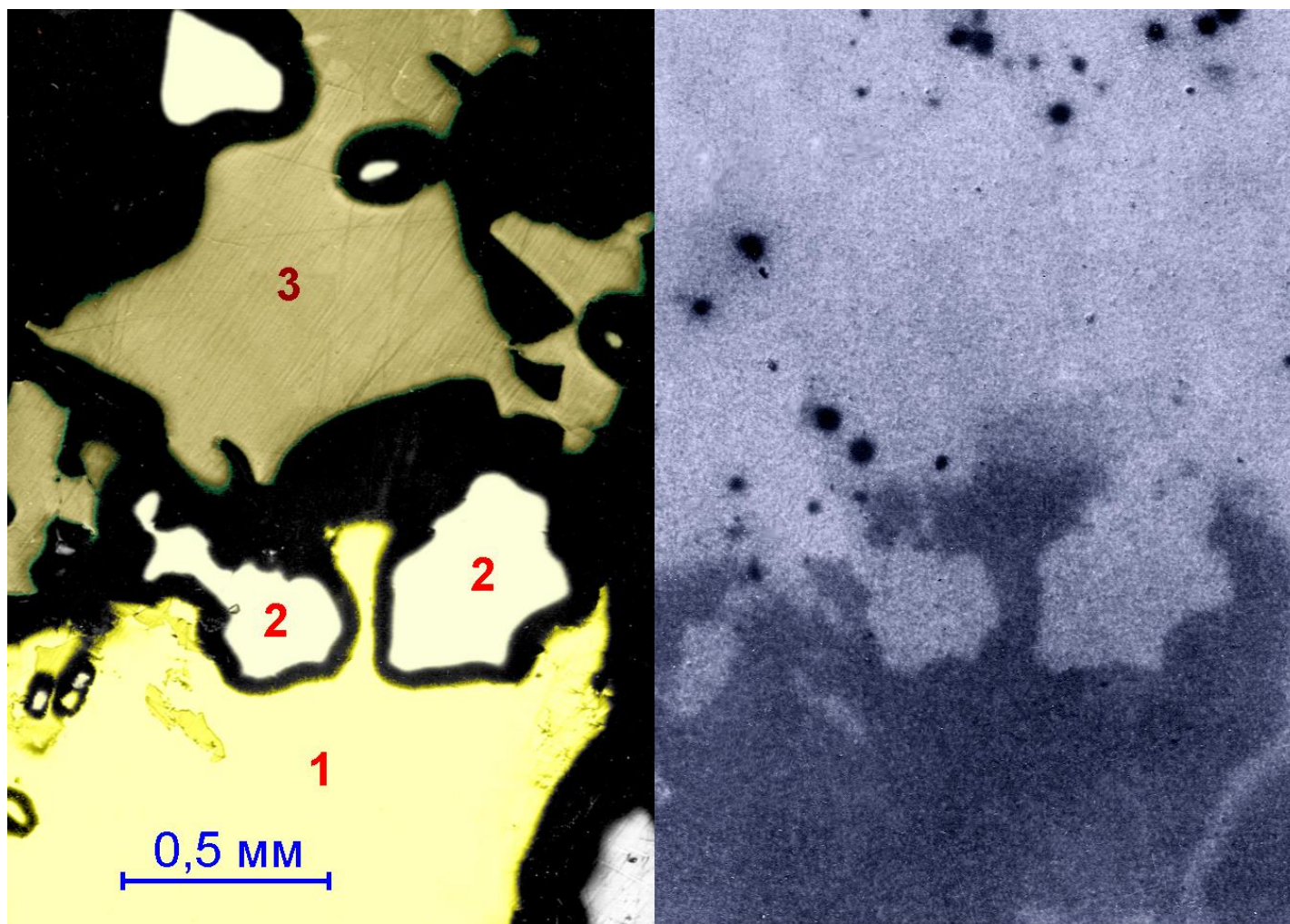




Распределение ^{198}Au и ^{195}Au . ^{198}Au – после нейтронной активации шлифа



Фотографии аншлифов кристаллов пирротина (1) и пирита (2). Справа – автордиограмма ^{195}Au



Фотография аншлифа агрегата сульфидов: халькопирит (1), пирит (2), сфалерит (3). Справа – автордиограмма, показывающая распределение ^{195}Au и две формы его нахождения.