

4. **ГОСТ 21427.2—83.** Сталь электротехническая холоднокатаная изотропная тонколистовая. Технические условия.
5. **ГОСТ 21427.4—83.** Лента стальная электротехническая холоднокатаная анизотропная. Технические условия.
6. **ГОСТ Р 53934—2010.** Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической анизотропной стали. Технические условия.
7. **ГОСТ 10160—75.** Сплавы прецизионные магнитомягкие. Технические условия.
8. **МИ 2378—96.** ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений магнитных потерь в магнитомягких материалах в диапазоне частот от 50 Гц до 200 кГц.

9. **Дидик Ю. И., Корзунин Г. С., Малюк В. П.** Метрологическое обеспечение измерений магнитных потерь в магнитомягких материалах при синусоидальном режиме перемагничивания // Дефектоскопия. 2003. № 5. С. 68—76.

10. **Малюк В. П., Люхина И. В., Корзунин Г. С.** Влияние несинусоидальности режима перемагничивания на удельные магнитные потери в электротехнической стали // Дефектоскопия. 2012. № 9. С. 24—30.

11. **ГОСТ 12635—67.** Материалы магнитомягкие высокочастотные. Методы испытаний в диапазоне частот от 10 кГц до 1 МГц.

Дата принятия 17.06.2013 г.

389:539.1.074

Государственный первичный специальный эталон единицы массы радия

Н. Н. МОИСЕЕВ

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева,
С.-Петербург, Россия, e-mail: N.N.Moiseev@vniim.ru

Рассмотрено современное состояние государственного первичного специального эталона единицы массы радия ГЭТ 7—2011, модернизация которого проводилась в период 2009—2011 гг. Описаны состав эталона, основные физические принципы его работы, метрологические характеристики.

Ключевые слова: масса радия, эталон, образец Хенигшмидта, активность.

The current status of the State primary special standard of radium mass unit GET 7—2011 modernized during 2009—2011 is considered. The structure of the standard, the basic physical operation principles and the metrological characteristics are described.

Key words: radium mass, standard, Honigshmidt sample, activity.

Радий-226 является единственным в мире радионуклидом, в отношении которого создана специальная международная система эталонов. В отличие от других радионуклидов в качестве количественной характеристики ^{226}Ra используется не активность, а масса элемента. Такая методика сохраняется уже второе столетие из-за необычайной сложности измерения активности ^{226}Ra доступными на сегодняшний день абсолютными методами.

В настоящее время обеспечивается передача единицы от эталона вторичным и рабочим эталонам, которые применяются в геологии при поиске месторождений урана, при аттестации генераторов радона и др. Радиевые эталоны широко используются для метрологического обеспечения мониторинга радиоэкологической безопасности: контроля за радиационной обстановкой путем измерения объемной активности ^{222}Rn в жилых и других закрытых помещениях; контроля за радиоактивной загрязненностью питьевой воды ^{226}Ra , ^{222}Rn ; измерения объемной активности ^{226}Ra , ^{222}Rn в строительных материалах и др.

Первый эталон — препарат, содержащий известную массу элемента радия, — был создан М. Склодовской-Кюри в 1911 г. Одновременно с ней подобную работу выполнил О. Хенигшмидт в Венском институте радия. Сессия Международного комитета по электричеству и радиологии в 1912 г. утвердила препарат, изготовленный М. Склодовской-Кюри, в качестве первичного международного эталона, а препарат,

изготовленный О. Хенигшмидтом, в качестве основной копии международного эталона. Первичный эталон решено было хранить в Институте радия в Париже, а копию — в Радиевом институте в Вене [1]. В соответствии с принятыми сессией решениями отныне масса радия во всех других радиевых источниках должна определяться сравнением их по ионизационному действию γ -излучения с эталонными источниками (методом «гамма-взвешивания») и выражаться в миллиграммах-эквивалентах радия.

Была образована Международная комиссия по радиевым эталонам под председательством Э. Резерфорда. Она распределяла между различными странами радиевые источники, которые изготавливали по ее заказу, сравнивали с парижским и венским международными эталонами и аттестовывали таким образом в ранге вторичных международных эталонов, и выдавала сертификаты на эти эталоны. По ним калибровали все радиевые препараты, применявшиеся в каждой отдельной стране. Так было обеспечено единство измерений массы радия в радиевых препаратах во всем мире.

В России работы по изучению свойств радия и других радиоактивных препаратов были начаты в 1903 г. в Главной палате мер и весов под руководством Д. И. Менделеева и продолжены В. А. Бородовским, Л. С. Коловрат-Червинским, Л. Н. Богоявленским, который стал руководителем радиологической лаборатории в апреле 1921 г. Получение между-

народных радиевых эталонов Россией в то время по понятным причинам было невозможно. Только в середине 1928 г. СССР были получены два вторичных международных эталона единиц массы радия №№ X и XI. В сертификатах Международного комитета по радиевым эталонам, подписанных Э. Резерфордом, М. Кюри и Ст. Мейером, удостоверялось, что эталоны X и XI сличены с первичным международным эталоном в Париже и эталоном-копией в Вене.

Для использования эталонов X и XI в качестве государственного эталона СССР при Главной палате мер и весов был образован Комитет по радиевым эталонам в составе Президента Главной палаты академика Д. П. Коновалова (председатель) и академиков В. И. Вернадского и А. Ф. Иоффе. Образованная при Главной палате Комиссия по выработке правил хранения и применения эталона (в составе сотрудников Главной палаты, Радиового института и Физико-технического института) рекомендовала утвердить основным эталоном образец XI как более близкий по содержанию радия к парижскому международному эталону, а образец X считать эталоном-копией. Эта рекомендация была утверждена Комитетом по радиевым эталонам. Одновременно была принята Инструкция по хранению и использованию эталонов [2].

В начале 30-х годов возникли опасения за сохранность международных радиевых эталонов 1911 г. [3], и Международная комиссия по радиевым эталонам обратилась к О. Хенигшмидту, работавшему в то время в университете Мюнхена, с просьбой изготовить некоторое количество новых эталонов. О. Хенигшмидт приготовил 20 навесок и поместил их в стеклянные ампулы внутренним диаметром 3 мм, толщиной стенок 0,27 мм и длиной около 40 мм. Один из изготовленных эталонов (№ 5430) был выбран в качестве нового первичного международного радиового эталона, подлежащего хранению в Париже. Эталон № 5428 был передан Институту радия в Вене для замены старого эталона-копии 1911 г. Остальные эталоны были распределены между различными странами. На основании результатов взаимных сличений эталонов, опубликованных в [4], был признан факт создания связанной системы эталонов, которая может существовать даже в отсутствие первичных эталонов. Специальная рабочая группа, назначенная Консультативным комитетом по эталонам для измерений ионизирующих излучений, в 1959 г. приняла следующую рекомендацию, утвержденную в 1960 г. Консультативным комитетом, а также Международным комитетом по мерам и весам: «Специальная рабочая группа рекомендует, чтобы нормализованная система радиевых эталонов Хенигшмидта 1934 г. рассматривалась в качестве исходной для всех относительных эталонирований и калибровок радия. Для всех практических целей в настоящее время это будет выполнено путем принятия масс, определенных Хенигшмидтом для этих эталонов, применяемых в качестве национальных или международных эталонов» [5, 6].

В 1956 г. СССР получил образец радия № 5427, изготовленный О. Хенигшмидтом в 1934 г. Этот образец в 1963—1964 гг. сличался с рядом эталонов из нормализованной системы, а также с первичным эталоном в Лаборатории М. Кюри Института радия (Париж) и эталоном-копией в Радиовом институте (Вена). В результате сличений была осуществлена связь эталона № 5427 с нормализованной системой эталонов О. Хенигшмидта. Из 20 образцов радия, изготовленных О. Хенигшмидтом, российский образец № 5427 был сличен с образцами № 5426 — Германия (РТВ), № 5430 — Франция (BIPM), № 5428 — Австрия (Вена, Инсти-

тут радия), № 5422 — Франция (Лаборатория М. Кюри), № 5432 — Англия (NPL), № 5440 — США (NIST) и может уверенно считаться полноправным элементом международной нормализованной системы эталонов единицы массы радия. Постановлением 13.05.1969 г. образец радия № 5427 был утвержден в качестве государственного специального эталона единицы массы ^{226}Ra (миллиграмма радия) ГЭТ 7—69 [7].

С 2009 по 2011 г. во ВНИИМ проводились работы по совершенствованию государственного специального эталона. Приказом № 117 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28.02.2012 г. был утвержден государственный первичный специальный эталон единицы массы радия ГЭТ 7—2011. Первичный эталон обеспечивает воспроизведение единицы со средним квадратическим отклонением результата измерений, не превышающим 0,3 % при десяти независимых измерениях; неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,2 %; стандартная неопределенность, оцененная по типу А — 0,3 % и оцененная по типу В — 0,1 %; суммарная стандартная неопределенность 0,3 %; расширенная неопределенность 0,6 % при коэффициенте охвата $k = 2$.

Единица массы радия воспроизводится первичным эталоном, представляющим собой образец радия № 5427, изготовленный О. Хенигшмидтом 02.06.1934 г. вместе с другими 19 подобными образцами, образующими международную нормализованную систему, содержащий 27,96 мг чистого безводного хлористого радия в ампуле из тюрингенского стекла внутренним диаметром 3 мм и толщиной стенок 0,27 мм. Стеклянная ампула заключена в два съемных металлических футляра, на которых нанесен номер 5427. Масса радионуклида ^{226}Ra в образце, определенная при изготовлении и подтвержденная результатами международных сличений, составляла $(21,283 \pm 0,02)$ мг на дату изготовления образца. Пересчет ее на последующие даты проводится с использованием значения периода полураспада (1600 ± 7) лет; на 01.01.2012 г. она равнялась 20,58 мг.

В целях обеспечения сохранности образца № 5427 для передачи единицы массы радия используется эталон-копия — образец радия № X5, изготовленный Чешским институтом радия в 1988 г., упакованный в двойную ампулу из платино-иридиевого сплава суммарной толщиной 0,5 мм. Масса радионуклида ^{226}Ra в образце, определенная при изготовлении и подтвержденная результатами международных сличений [8], составляла $(17,78 \pm 0,02)$ мг на 01.01.1988 г. На 01.01.2012 г. она равнялась 17,62 мг.

Разработана и изготовлена система контроля сохранности образца № 5427, оснащенная системой сигнализации о возможной разгерметизации ампулы.

Принцип действия системы основан на регистрации α -излучения ^{222}Rn , образующегося при распаде радия. Пенал с образцом № 5427 помещен в герметичную капсулу, соединенную при помощи шлангов с рабочим объемом α -радиометра — цилиндрической камерой объемом 0,5 л, внутренняя поверхность которой покрыта сцинтиллирующим составом. Среднее значение чувствительности системы к α -излучению ^{222}Rn составляет 0,25 импульса на один α -распад ^{222}Rn .

В качестве устройства отображения информации используется амплитудно-цифровой преобразователь (АЦП) и персональный компьютер. Использование АЦП в качестве устройства отображения позволяет получать информацию не только об уровне активности, но и о спектральном составе

излучения (в действительности ли это — утечка радона или «внешняя подсветка»).

Система в непрерывном режиме проводит измерение фона в рабочем объеме α -радиометра, информация выводится в виде гистограммы на экран монитора. Среднее значение фона составляет 0,02 импульса в секунду. При разгерметизации источника радиоактивный газ ^{222}Rn попадет в рабочий объем камеры и фон возрастет. Если фон превысит 1 импульс в секунду, то система подает звуковой сигнал о разгерметизации источника и отправляет сообщения по электронной почте ученому — хранителю эталона и руководителю отдела.

Для передачи единиц массы и активности радия используется набор компараторов.

Установка УЭИ — ионизационная камера. Физический принцип метода заключается в измерении ионизационного тока, возбуждаемого γ -излучением радия в камере. Сила тока пропорциональна количеству радиоактивного материала. Чувствительность измерительного канала к γ -излучению ^{226}Ra составляет $(1,635 \pm 0,003) \cdot 10^{-9}$ А/мг. Масса радия в аттестуемом источнике m_x определяется методом компаратора относительно массы эталона m_0 . Измеряемой величиной является ионизационный ток I_x , уравнение измерения имеет вид

$$m_x = m_0 (I_x - I_y) / (I_0 - I_y), \quad (1)$$

где I_0 — ионизационный ток эталона; I_y — ток утечки.

Уравнение для расчета неопределенности значения массы радия имеет вид

$$u_{m_x} = \sqrt{u_m^2 + u_{I_0}^2 + u_{I_x}^2 + 2u_{I_y}^2}.$$

Установка УЭК — дифференциальный калориметр. Дифференциальный α - β -калориметр можно использовать как в качестве компаратора, так и для абсолютных измерений активности (и однозначно связанной с ней массы радия). Активность радионуклида связана с его массой соотношением

$$A = [mN_A / (M_z T)] \ln 2, \quad (2)$$

где N_A — число Авогадро; M_z — атомная масса элемента; T — период полураспада, для ^{226}Ra это соотношение составляет $3,6577 \cdot 10^7$ Бк/мг.

При использовании калориметра в качестве компаратора уравнение измерения аналогично (1), только вместо ионизационных токов используются значения термоЭДС. При проведении абсолютных измерений калориметрическим методом уравнение для расчета активности имеет вид

$$A = W / \Sigma E_i,$$

где W — тепловая мощность источника; ΣE_i — сумма энергий всех составляющих распада радия и его дочерних продуктов, поглощаемых калориметром за один акт распада радионуклида ^{226}Ra .

Из анализа схемы распада понятно, что тепловая мощность обусловлена тремя основными составляющими:

легкопоглощаемым излучением (α - и β -частиц, ядер отдачи, конверсионных и

оже-электронов, характеристического рентгеновского излучения) радия и короткоживущих продуктов его распада, находящихся в равновесии с радием: $E_0 = E_\alpha + E_\beta + E_{\text{я.о.}} + E_\kappa$;

излучением долгоживущих продуктов распада радия (зависит от даты герметизации источника) и находящихся с ними в равновесии короткоживущими продуктами их распада;

γ -излучением, поглощенном в самом источнике, его оболочке и материале калориметра E_γ .

В таблице приведены основные составляющие тепловой мощности E_0 — энергии радия и короткоживущих продуктов его распада до ^{214}Po включительно; энергии E_γ и $E_\Sigma = E_0 + E_\gamma$

Долю энергии γ -излучения, поглощенную в материале источника, материале ампулы источника, стенках калориметрического стакана рассчитывали для каждой из 64 γ -линий, для образца № 5427 она составила 6,7 % или 0,1156 МэВ/распад.

Значения активностей долгоживущих дочерних продуктов ^{210}Pb находящегося с ним в равновесии ^{210}Bi (A_2), а также значение активности ^{210}Po (A_3) в единицах активности ^{226}Ra (A_1) вычисляли из соотношений

$$A_2 / A_1 = [1 - e^{-(\lambda_2 - \lambda_1)t}] \lambda_2 / (\lambda_2 - \lambda_1);$$

$$\frac{A_3}{A_1} = \frac{\lambda_2 \lambda_3}{(\lambda_2 - \lambda_1)(\lambda_3 - \lambda_1)} \times$$

$$\times \left[1 - \frac{(\lambda_3 - \lambda_1)}{(\lambda_3 - \lambda_2)} e^{-(\lambda_2 - \lambda_1)t} + \frac{(\lambda_2 - \lambda_1)}{(\lambda_3 - \lambda_2)} e^{-(\lambda_3 - \lambda_1)t} \right],$$

где $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$ — постоянные распада соответственно ^{226}Ra , ^{210}Pb и ^{210}Po ; t — время, прошедшее с момента герметизации источника.

Для образца № 5427, упакованного 02.06.1934 г., на 01.01.2012 г. $A_2 = 0,9194A_1$, $A_3 = 0,9180A_1$, суммарное энерговыделение на один распад ^{226}Ra составляет: 0,3942 МэВ для ^{210}Pb и находящегося с ним в равновесии ^{210}Bi ; 4,9620 МэВ для ^{210}Po .

Установка УЭС — полупроводниковый гамма-спектрометр. Для передачи единицы активности в диапазоне десятков беккерель, что эквивалентно массе радия в доли нанограмм, методы и аппаратура, описанные выше, непригодны. Единственный доступный на сегодня метод, обеспечивающий передачу единиц активности и массы радия в этом диапазоне — спектрометрический. Необходимым условием использования метода является достижение равновесия между ^{226}Ra и γ -излучающими продуктами его распада.

Средняя энергия, МэВ, выделяемая при одном распаде

Нуклид	E_α	$E_{\text{я.о.}}$	E_β	E_κ	E_0	E_γ	E_Σ
^{226}Ra	4,7739	0,0846	—	0,0043	4,8628	0,0061	4,8689
^{222}Rn	5,4888	0,0988	—	0,0001	5,5877	0,0004	5,5881
^{218}Po	6,0023	0,1101	—	—	6,1124	—	6,1124
^{214}Pb	—	—	0,2227	0,0700	0,2927	0,2424	0,5351
^{214}Bi	0,0012	—	0,6406	0,0105	0,6523	1,4862	2,1385
^{214}Po	7,6870	0,1438	—	—	7,8308	0,0001	7,8309
Сумма	23,9532	0,4373	0,8633	0,0849	25,3387	1,7352	27,0739

Масса ^{226}Ra в поверяемом источнике γ -излучения из радия определяется по формуле

$$m_x = m_0 (S_x - S_{\text{ф}}) / (S_0 - S_{\text{ф}}),$$

где S — сумма площадей фотопиков в спектре ^{226}Ra и дочерних продуктов; $S_{\text{ф}}$ — сумма площадей части спектра в тех же границах («окнах») в отсутствие источника.

Уравнение для расчета неопределенности значения массы радия имеет вид

$$u_{m_x} = \sqrt{u_{m_0}^2 + u_{S_0}^2 + u_{S_x}^2 + 2u_{S_{\text{ф}}}^2}.$$

Работа по совершенствованию эталона сопровождалась созданием проекта новой поверочной схемы, согласно которой от государственного эталона наряду с единицей массы радия предлагается передавать единицу активности радия в источниках с использованием соотношения (2).

Для этой цели, чтобы обеспечить сохранность эталона — образца № 5427 целесообразно использовать эталон-копию — источник № X5. Нижняя граница диапазона передачи размера единицы массы радия снижается с 1 до 0,01 нг.

В разработанном проекте в отличие от поверочной схемы [7], которая допускает передачу единицы массы радия только «твердым» источникам, предлагается расширить номенклатуру средств измерений, которым передается единица, с добавлением растворов радия и приборов, измеряющих концентрацию радия и продуктов его распада (в основном, радона) в различных средах.

Модернизированный эталон ГЭТ 7—2011 обеспечивает единство и правильность измерений массы и активности

радия и его дочерних продуктов в медицине, геологии и геофизике, экологии, санитарии, ядерном приборостроении, строительстве. Эталон соответствует современным отечественным и международным требованиям по точности и диапазонам воспроизведения и передачи единиц.

Л и т е р а т у р а

1. **Curie M.** Les mesures en radioactivité et l'étalon de radium // J. de Phys. Oct. 1912. P. 795—798.
2. **Богоявленский Л. Н.** Установление основного эталона радия СССР // Исследование в области радиологии: Труды ВНИИМ, 1939. Вып. 26 (42), С. 3—19.
3. **Joliot-Curie F.** Rapport sur L'évolution de la Question des Etalons de Radium // Comité Consultatif pour les Etalons de Mesure des Radiations Ionisantes auprès du Comité International des Poids et Mesures, 1^{re} Sess., 1959. Ann. R2. P. 68—74.
4. **Conner W. S., Jouden W. J.** // J. Res. NBS. 1959. V. 53. P. 273.
5. **Comité Consultatif pour les Etalons de Mesure des Radiations Ionisantes** auprès du Comité International des Poids et Mesures, 2^{re} Sess. Paris, 1960. P. 46—48.
6. **Comité International de Poids et Mesures.** Procès-Verbaux des Séances. 1961. 2 Ser. T. 28, 49 Sess., P. 77, 119.
7. **ГОСТ 8.036—74.** ГСИ. Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений массы радия.
8. **Woods S. A. e. a.** An Intercomparison of the Radium Mass Standards of the UK and USSR // NPL Report RSA (Ext) 34. Oct. 1992.

Дата принятия 17.06.2013 г.

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

389.53.089.686:006.354

Метрологическая прослеживаемость координатно-временных измерений

А. С. ДОЙНИКОВ, Б. Н. КРУПИН, Л. В. ЮРОВ

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево, Россия, e-mail: doynikov@miiftri.ru

Рассмотрены основные положения, предназначенные для построения Государственной системы обеспечения единства измерений в области координатно-временных измерений на основе достижений астрометрии и принятых международных небесной и земной систем координат.

Ключевые слова: метрологическая прослеживаемость, координатно-временные измерения, шкала измерений.

The basic provisions of formation of the state system of the unity of measurements ensuring in the field of coordinate-temporal measurements based on the astrometry achievements accepted by the international celestial coordinates system are considered.

Key words: metrological traceability, coordinate-temporal measurements, measurement scale.

Настоящая публикация подготовлена в целях распространения положений законодательной метрологии, элементов теории шкал измерений в сочетании с традиционными

понятиями, относящимися к геодезическим измерениям, на комплекс координатно-временных измерений (КВИ), выполняемых, в том числе, с использованием навигационных и