

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«СЕВАСТОПОЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ЭНЕРГИИ И ПРОМЫШЛЕННОСТИ

В.А. Ерофеев, Н.И. Черкашина

РАДИОХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Практическое руководство по подготовке
и проведению радиохимического анализа

Учебное пособие



Севастополь
СевГУ
2019

УДК 541.15 (541.28)
Е78

Рецензент:
А.М. Акимов - д.т.н., профессор

Ерофеев В.А.

Е78 Радиохимический анализ. Практическое руководство по подготовке и проведению радиохимического анализа: учеб. пособие / В.А. Ерофеев, Н.И. Черкашина. – Севастополь: СевГУ, 2019. – 131 с.

В учебном пособии приведены общие положения по организации подготовки и проведению радиохимического анализа, в соответствии с требованиями нормативных документов в части обеспечения радиационной безопасности персонала предприятий, населения и окружающей среды.

В пособии кратко освещены теоретические вопросы по основам и методам радиохимического анализа, в соответствии которых представлен комплекс лабораторных работ, составляющих основу лабораторного практикума по радиохимии.

Данное пособие предназначено для студентов дневной и заочной формы подготовки по специальности 18.03.01 «Химическая технология», а также может быть использовано для подготовки специалистов других специальностей, изучающих дисциплину «Радиохимия», «Основы радиационной безопасности» и «Аппаратура дозиметрического и радиационно-технологического контроля».

Руководство может быть использовано в производственных условиях на предприятиях ядерно-топливного цикла, а также в лабораториях, работающих с источниками ионизирующих излучений и контролирующими воздействие ионизирующих излучений на окружающую среду.

УДК 541.15 (541.28)

Рассмотрено и рекомендовано на заседании кафедры ХИиД ИЯЭиП СевГУ, протокол № 12 от 16 апреля 2018 г.

© ФГАОУ ВО «Севастопольский
государственный университет», 2019

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	6
1. Общая организация, требования по подготовке и проведению практических и лабораторных работ по радиохимии	8
1.1 Основные понятия, термины и определения радиохимии	8
1.2 Требования, предъявляемые при работе с ИИИ	11
1.3 Основные лабораторные процессы и связанная с ними опасность	13
1.4 Особенности проведения работ с ИИИ	14
1.5 Средства индивидуальной защиты и порядок их использования	16
1.6 Работа в радиохимической лаборатории и техника безопасности	18
1.6.1. Порядок работы в лаборатории	18
1.6.2 Меры предосторожности при работе в лаборатории	18
1.6.3 Оказание первой помощи пострадавшим	20
2 Радиохимическая лаборатория, приборы и оборудование	21
2.1 Назначение и классификация радиохимических лабораторий	21
2.2 Основное оборудование радиохимических лабораторий	22
2.2.1 Специальное оборудование и устройства	22
2.2.2. Оборудование и лабораторная посуда для проведения Химических анализов	23
2.3 Приборы для измерения ИИ в радиохимическом анализе	24
3 Теоретические основы и методы радиохимического анализа и радиохимических измерений	25
3.1 Основы радиохимического анализа	25
3.1.1 Состояние радионуклидов в водных средах	25
3.1.2 Изотопный обмен	26
3.1.3 Носители и использование их в РХА	29
3.2 Методы радиоактивных индикаторов	31
3.2.1 Однократное изотопное разбавление, вариант 1	31
3.2.2 Однократное изотопное разбавление, вариант 2	31
3.2.3 Радиометрическое титрование	32
3.2.4 Активационный анализ	34
3.3 Методы радиохимического анализа	35
3.3.1 Сокристаллизация	35
3.3.2 Адсорбция	40
3.3.3 Экстракция	42
3.3.4 Хроматография	46
3.3.5 Электрохимия	52
3.4 Методы радиометрических измерений	55
3.4.1 Абсолютный и относительный методы измерения радиоактивности	55
3.4.2 Определение абсолютной радиоактивности препаратов методом фиксированного телесного угла	56
3.4.3 Определение радиоактивности методом полного телесного угла	56
3.4.4 Методы санитарно-дозиметрического контроля при работе с закрытыми радионуклидными источниками	57
3.4.5 Методы приготовления радиоактивных препаратов	58
4 Лабораторный практикум по радиохимии	60

4.1 Методы соосаждения	60
Работа №1 Выделения радионуклидов цезия осаждением в виде фосформолибдата цезия	60
Работа №2 Выделение радионуклидов цезия осаждением в виде висмутйодида цезия	61
Работа №3 Осаждение радиоизотопов редкоземельных элементов осаждением в виде гидроксидов	63
Работа №4 Определение стронция и бария в сложных смесях хроматным методом	64
Работа №5 Разделение бария-140 и лантана-140 соосаждением неизотопным носителем	66
Работа №6 Разделения ниобия-95 и циркония-95 адсорбционным методом	67
Работа №7 Определение бария-137 и цезия-137 соосаждением с носителем	67
Работа №8 Отделение стронция-90 от иттрия-90 соосаждением с изотопным носителем	68
Работа №9 Выделение протактиния-137 соосаждением на неизотопных носителях	70
4.2 Методы экстракции	71
Работа №10 Выделение радиоизотопов йода методом экстракции	71
Работа №11 Выделение железа-59 экстракцией диизопропиловым эфиром	73
Работа №12 Разделение стронция-90 и иттрия-90 экстракцией 8-оксихинолином	74
Работа №13 Разделение ниобия-95 и циркония-95 экстракцией ацетилацетоном	76
Работа №14 Разделение урана и тория экстракцией трибутилфосфатом	77
Работа №15 Экстракционное выделение кобальта-60 в виде роданидного комплекса	78
4.3 Метод хроматографии	79
Работа №16 Хроматографическое разделение железа-59 и фосфора-32 на катионите	79
Работа №17 Хроматографическое разделение железа-59 и кобальта-60 на катионите	80
Работа №18 Хроматографическое разделение бария-140 и лантана-140 на катионите	81
Работа №19 Хроматографическое разделение стронция-90 и иттрия-90	83
Работа №20 Хроматографическое разделение рубидия и цезия	84
Работа №21 Выделение радионуклидов цезия сорбцией на ферроцианиде титана КНТЖ-1	85
Работа №22 Выделение натрия сорбцией на пятиокиси сурьмы	86
Работа №23 Разделение катионов методы осадительной хроматографии	87
4.4 Изотопное разбавление и радиометрическое титрование	89
Работа №24 Гомогенный изотопный обмен йодом между йодистым этилом и йодистым натрием	89
Работа №25 Радиометрическое титрование гидрофосфата натрия хлористым магнием	91
Работа №26 Определение количества стронция в растворе методом изотопного разбавления	92
4.5 Методы определения радиоактивного загрязнения объектов	93

окружающей среды	
4.5.1 Виды радиоактивных препаратов и методики их приготовления	93
4.5.2 Отбор и подготовка проб для измерения радиационных параметров окружающей среды	94
Работа №1 Контроль объемной радиоактивности атмосферного воздуха	94
Работа №2 Контроль радиоактивных выпадений из атмосферы	95
Работа №3 Контроль объемной радиоактивности природных сбросовых и подземных вод	96
Работа №4 Контроль удельной радиоактивности почвы	96
Работа №5 Контроль удельной радиоактивности донных отложений	97
Работа №6 Контроль удельной радиоактивности растительности	97
Работа №7 Контроль удельной радиоактивности водорослей	98
Работа №8 Контроль удельной радиоактивности молока, рыбы и сельскохозяйственной продукции	98
Работа №9 Определение загрязненности радиоактивными веществами рабочих поверхностей при работе с радиоактивностью	99
4.5.3 Определение объемной (удельной) радиоактивности образцов	101
4.5.4 Расчеты объемной (удельной) радиоактивности измеряемой пробы	102
А. Расчет объемной радиоактивности атмосферного воздуха по β -излучению	102
Б. Расчет объемной радиоактивности атмосферных выпадений по β -излучению	102
В. Расчет объемной радиоактивности воды по β -излучению	102
Г. Расчет удельной (объемной) радиоактивности почвы по β -излучению	102
Д. Расчет удельной радиоактивности донных отложений, растительности, водорослей по β -излучению	103
Е. Расчет удельной (объемной) радиоактивности сельскохозяйственных продуктов, рыбы, молока по β -излучению	103
4.5.5 Оценка погрешности измерений. Определение минимальной измеряемой радиоактивности	103
4.5.6 Требования к препаратам для измерения радиоактивности	104
5 Радиометрическая лаборатория	106
5.1 Назначение радиометрической лаборатории	106
5.2 Состав типовых радиометрических лабораторий	106
5.2.1 Сцинтилляционные спектрометры β -излучения	106
5.2.2 Сцинтилляционные спектрометры γ -излучения	107
5.2.3 Устройства и блоки детектирования	111
5.2.4 Дозиметры	111
5.2.5 Приборы контроля радона и физических факторов	112
Приложения	113
Литература	131

ВВЕДЕНИЕ

Радиохимический анализ – это комплекс методов выделения радионуклидов в радиохимически чистом состоянии из сложных по составу анализируемых сред, с последующим измерением альфа-, бета-, и гамма-излучения с помощью соответствующей радиохимической аппаратуры (интегральных счетчиков, спектрометров, радиометров и т. п.), которые позволяют регистрировать отдельные акты распада радиоактивных атомов. Радиохимические методы анализа являются самыми чувствительными из всех существующих способов количественного определения элементов, так как они позволяют регистрировать схемы распада отдельных атомов, определять до 10^{-12} – 10^{-15} , элемента в 1 г анализируемого вещества.

Радиохимический анализ основан на принципах и методах аналитической химии (соосаждения, экстракции, хроматографии, электрохимическом осаждении и т. п.), но имеет свои специфические особенности, связанные с выделением следовых количеств вещества и применением экспрессных методик при определении радионуклидов с периодом полураспада до 20 мин., а также использования специфических методик радиометрических измерений.

Целью радиохимического анализа является нахождение содержания радиоактивных изотопов в исследуемых объектах с применением химических методов отделения и очистки.

В радиохимическом анализе исследователи имеют дело со сложными физико-химическими системами, состояние и валентность отдельных компонентов может изменяться во времени под действием собственного радиоактивного излучения. В связи с этим обстоятельством в радиохимическом анализе главное внимание обращается на специфичность применяемых методов, а не на полноту выделения элементов. Это в известной мере является преимуществом радиохимического анализа, так как в значительной степени расширяет круг методов и реагентов по сравнению с аналитической химией.

Впервые радиохимический метод анализа был применен Пьером и Марией Кюри при выделении и определении полония, радона, радия и актиния в отходах урановой руды. Большая роль принадлежит радиохимическому анализу в открытии и изучении искусственной радиоактивности и различных типов ядерных реакций.

Развитие атомной техники и энергетики, а также ускорителей, позволяющих получать различные частицы и многозарядные ионы с очень высокой энергией, потребовало разработки новых радиохимических методов для анализа высокорadioактивных смесей большого числа радиоэлементов. В настоящее время радиохимический анализ широко используется на предприятиях ядерно-топливного цикла с целью дозиметрического и радиационно-технологического контроля персонала и технологического оборудования; при выделении и исследовании свойств радиоактивных элементов и изотопов; определении содержания и установлении закономерностей поведения искусственных и естественных радионуклидов в окружающей среде; в радиогеологии, геохимии, а также при нейтронно-активационном определении следовых количеств элементов в сверхчистых материалах, минералах и концентрациях микроэлементов в атмосфере; природных водах; почвах, растениях и биологических объектах, донных осадках.

Радиохимический анализ широко используется для обнаружения на поверхности Земли радиоактивных продуктов ядерных взрывов, для изучения индуцированной космическим излучением радиоактивности метеоритов, поверхностных слоев Луны и околоземных объектов.

В настоящем учебном пособии приведены наиболее характерные и часто используемые в лабораторной и производственной практике методики радиохимического анализа и радиометрических измерений, в целях радиационного контроля на объектах атомной энергетики и окружающей среды.

1. ОБЩАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ И ТРЕБОВАНИЯ ПО ПОДГОТОВКЕ И ПРОВЕДЕНИЮ ПРАКТИЧЕСКИХ И ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО РАДИОХИМИИ

1.1. Основные понятия, термины и определения

Радиохимия – наука, изучающая химические свойства и физико-химические закономерности радиоактивных элементов, химию ядерных превращений и сопутствующие им реакции. Прикладная радиохимия занимается разработкой методов применения радионуклидов в химических исследованиях.

Радиоактивный элемент – совокупность радиоактивных атомов с одинаковым зарядом ядра и различной массы (т.е. совокупность радиоактивных изотопов одного и того же элемента – например: уран, радий, актиний, плутоний и т. п.).

Радионуклиды – радиоактивные атомы с данным числом протонов и нейтронов, т. е. с определенным атомным номером (место в таблице Д.И. Менделеева указывает на число протонов).

Радиоактивность – самопроизвольное превращение одних ядер в другие, сопровождаемое ионизирующим излучением и изменением физико-химических свойств.

Радиоактивность нуклида в источнике A – отношение числа спонтанных ядерных переходов dN из определенного энергетического состояния ядра радионуклида в источнике за интервал времени dt к этому интервалу

$$A = dN/dt. \quad (1.1)$$

Единица измерения Бк (беккерель), $1 \text{ Бк} = 1 \text{ расп/с}$.

Удельная активность радионуклида в источнике A_m – отношение активности радионуклида A в источнике к массе источника m

$$A_m = A/m, [\text{Бк/кг}]. \quad (1.2)$$

Объемная активность радионуклида в источнике A_v – отношение активности радионуклида A в источнике к объему источника V

$$A_v = A/V, [\text{Бк/м}^3]. \quad (1.3)$$

Поверхностная активность радионуклида в источнике A_s – отношение активности радионуклида A в плоском источнике к площади источника S

$$A_s = A/S, [\text{Бк/м}^2]. \quad (1.4)$$

Единицы измерения радиоактивности. Количество радионуклида в веществе определяется скоростью распада – количеством распадающихся в единицу времени ядер (активностью).

В качестве единицы измерения радиоактивности принят Беккерель (Бк)

Производные единицы радиоактивности:

$1 \text{ кБк (килобеккерель)} = 10^3 \text{ Бк}$

$1 \text{ МБк (мегабеккерель)} = 10^6 \text{ Бк}$

$1 \text{ ГБк (гигабеккерель)} = 10^9 \text{ Бк}$

Внесистемная единица радиоактивности кюри (Ки)

$1 \text{ Ки} = 3,7 \cdot 10^{10} \text{ Бк}$

$1 \text{ Бк} = 2,7 \cdot 10^{-11} \text{ Ки}$

Для радионуклида радиоактивность является мерой его количества. Массу радионуклида m , радиоактивность которого равна A (Бк) можно выразить формулой

$$m = 3,3 \cdot 10^{-3} \cdot A_{\text{в}} \cdot T_{1/2} \cdot A. \quad (1.5)$$

где m – масса радионуклида, г;

$A_{\text{в}}$ – атомный вес;

$T_{1/2}$ – период полураспада, с;

A – радиоактивность радионуклида, Бк.

На практике обычно абсолютную активность непосредственно не измеряют, а измеряют с помощью радиометрической аппаратуры пропорциональную величину – регистрируемую радиоактивность, например, имп/с (имп/мин), которую с помощью поправок измерительного радиометрического прибора переводят в абсолютную радиоактивность.

Радионуклидный источник – радиоактивное вещество в определенном конструкционном оформлении (на подложке, в капсуле, ампуле, кювете).

Радионуклидный радиометрический источник – радионуклидный источник предназначенный для использования в качестве меры активности, потока или плотности потока частиц или фотонов.

Радионуклидный закрытый источник – радионуклидный источник, конструкция которого гарантирует отсутствие загрязнения окружающей среды и оборудования при использовании его в предусмотренных эксплуатационных условиях.

Радионуклидный открытый источник – радионуклидный источник, конструкция которого не исключает возможности загрязнения оборудования и окружающей среды.

Радионуклидный точечный источник – радионуклидный источник, линейными размерами активной части которого можно пренебречь по сравнению с расстоянием до устройства, с помощью которого производят измерения.

Радиоактивный эталонный источник – радиоактивный источник унифицированной конструкции, являющийся мерой одной или нескольких физических величин, предназначенных для передачи размера единиц однотипным источникам или для градуировки и проверки приборов.

Эталонный раствор радионуклидов – раствор радионуклидов, применяемый как мера удельной активности радионуклида, унифицированный по номиналу, химическому составу, кислотности для обеспечения хранения и передачи размера единицы удельной активности.

Радиометрический эталонный источник альфа-; бета-излучения – закрытый радиоактивный источник, унифицированной конструкции на металлической подложке с стойким герметизирующим покрытием, являющийся мерой внешнего альфа-; бета-излучения, а в отдельных случаях мерой активности радионуклидов, предназначенный для проверки средств измерения альфа-; бета-излучения.

Контрольный источник – радионуклидный источник, служащий для контроля работы и проверки работоспособности радиометрических приборов и установок на местах их эксплуатации.

Образцовый источник – радионуклидный источник, предназначенный для калибровки радиометрической аппаратуры и определения радиоактивности относительным методом.

Типовой источник – это условное название радионуклидного источника $d = 8,0$ мм и $m = 40 \pm 0,1$ мг (толщина типового источника определяется весом хими-

ческого соединения, из которого готовится типовой источник, и примерно равен 80 мг/см^2).

Толстый источник – радионуклидный источник, для которого увеличение толщины не приводит к увеличению скорости счета от источника. Это возможно в том случае, когда толщина источника превосходит максимальный пробег альфа- или бета-частиц в материале источника.

Тонкий источник – радионуклидный источник, для которого можно пренебречь самопоглощением и саморассеянием излучения в собственном веществе источника. Готовятся тонкие источники из растворов с высокой удельной активностью и малым содержанием.

Спектрометрический эталонный источник гамма-излучения – закрытый радионуклидный точечный источник унифицированной конструкции предназначенный для использования в качестве меры активности радионуклидов, а с использованием табличных данных схем распада нуклида – в качестве меры потока фотонов определенной энергии.

Объемный источник (проба, образец) – непереработанная проба промышленной или окружающей среды или источник имитирующий пробу среды.

Радионуклидный дозиметрический источник фотонного излучения – закрытый радионуклидный источник, предназначенный для использования в качестве меры мощности экспозиционной дозы рентгеновского и/или гамма-излучения в установленной геометрии.

Радионуклидный дозиметрический источник бета-излучения – закрытый радионуклидный источник, предназначенный для использования в качестве меры мощности поглощенной дозы бета-излучения в установленной геометрии.

Радионуклидный источник нейтронов – источник, в котором нейтроны образуются в результате ядерных реакций взаимодействия альфа-излучения радиоактивного препарата с нерадиоактивным материалом мишени.

Метод счета ионизирующих частиц – метод, основанный на измерении числа отдельных актов взаимодействия ионизирующих частиц с веществом чувствительного объема детектора.

Метод $4\pi\alpha$ -счета – метод измерения активности альфа-излучающих нуклидов в источнике, при котором источник альфа-излучения на тонкой электропроводящей пленке-подложке помещают внутрь чувствительного объема пропорционального газоразрядного 4π -счетчика.

Метод $4\pi\beta$ -счета – метод измерения активности бета-излучающих нуклидов в источнике, при котором источник бета-излучения на тонкой электропроводящей пленке-подложке помещают внутрь чувствительного объема пропорционального газоразрядного 4π -счетчика.

Сцинтилляционный метод – метод измерений основанный на регистрации световых вспышек – сцинтилляций возникающих в сцинтилляционном детекторе под воздействием ионизирующего излучения.

Спектрометрический метод – метод основанный на измерении распределения измеряемой характеристики ионизирующего излучения, обычно энергии частиц или фотонов по заданному параметру.

Химический метод – метод, основанный на измерении концентрации продуктов радиационно-химических реакций в химическом детекторе под воздействием ионизирующего излучения.

Калориметрический метод – метод измерения активности нуклида в образце, ампуле, основанный на измерении в калориметре тепловой энергии полного поглощения частиц и фотонов с использованием табличного значения энергии на распад для измеряемого радионуклида.

Метод активации – метод измерения плотности потока нейтронов основанный на измерении активности радионуклида, образовавшегося в результате взаимодействия нейтронов с материалом детектора.

1.2. Требования, предъявляемые при работе с источниками ионизирующих излучений

1.2.1. Общие положения и требования к организации работ с источниками ионизирующих излучений

Общая организация проведения работ с использованием источников ионизирующих излучений, и контроль за обеспечением радиационной безопасности персонала и населения, должна соответствовать требованиям нормативных документов: «Нормы радиационной безопасности» (НРБ-99) и «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99). Эти требования излагаются в инструкциях по обеспечению радиационной безопасности, которые должны быть согласованы с государственной санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения.

В инструкциях должны быть определены и согласованы:

- порядок проведения работ, учета, хранения, выдачи и транспортирования источников ионизирующих излучений, сбора и удаления радиоактивных отходов;
- мероприятия по радиационной безопасности во время работ с источниками ионизирующих излучений;
- организация радиационного контроля;
- средства индивидуальной защиты и порядок их использования.

А. Порядок проведения работ

Работы с радиоактивными веществами производятся в соответствии с инструкциями: по выдаче, учету и хранению источников ионизирующих излучений, сбору радиоактивных отходов, ликвидации аварий и аварийных ситуаций, типовой инструкцией на рабочем месте, методике выполнения работ (исследований).

К работам связанными с использованием источников ионизирующих излучений (ИИИ) допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинский осмотр (периодичность медицинского осмотра не реже 1 раза в год), не имеющих медицинских противопоказаний, ознакомившиеся с правилами работы и сдавшие техминимум по технике безопасности.

После получения задания на выполнение работ, исполнитель оценивает сложность возможных операций с ИИИ и, в соответствии с классом работ готовит на рабочем месте необходимое защитное оборудование и спецодежду.

Лабораторная посуда и приборы проверяются на пригодность к работе, отсутствие радиоактивного загрязнения, наличие которого может внести ошибки в результаты исследований.

Радиоактивный источник (препарат) получают согласно действующим правилам. При перемещении с радиоактивным препаратом внутри, и вне лаборатории ис-

пользуют транспортные контейнеры, чашки «Петри» и другие приспособления; разрешенные санитарными нормами и обеспечивающие защиту от воздействия ИИ и исключающие случайные потери радиоактивных веществ.

При необходимости (работа с высокоактивными препаратами) рабочее место оборудуется дополнительными защитными экранами для снижения интегральной дозы облучения работающего персонала до допустимых значений.

При получении радиоактивных материалов контейнеры ставят в бокс или вытяжной шкаф за защитным экраном. Отбор необходимого количества жидких радиоактивных препаратов производят пипеткой, пробоотборником, а больших количеств мензуркой. В лаборатории должны находиться только те радиоактивные препараты, которые необходимы для работы в данное время.

При работе с радиоактивными препаратами следует обращать внимание на возможность облучения рук и глаз, а также загрязнение радионуклидами перчаток. В связи с этим радиоактивные препараты следует брать пинцетом и манипуляторами, а чистоту рук (перчаток) контролировать на радиометрической установке. Персонал, работающий в лаборатории должен соблюдать меры предосторожности, исключающие возможность загрязнения лаборатории радиоактивными веществами, не производить резких движений, соблюдать максимальный порядок, что уменьшит вероятность возникновения аварийных ситуаций, связанных с миграцией радиоактивных веществ.

Лабораторная посуда и аппаратура, содержащие или загрязненные радиоактивными веществами должны находиться на отдельных подложках, чтобы в случае аварии все радиоактивные вещества оказались на подложке (подносе).

Спецодежду, поверхности столов, вытяжных шкафов, пол и стены лаборатории необходимо систематически, а по окончании работ в обязательном порядке, проверять на наличие поверхностного загрязнения радиоактивными веществами радиометрическими приборами. При необходимости проводятся дезактивационные работы и санитарная обработка.

Все операции с открытыми радиоактивными источниками (препаратами) должны выполняться в вытяжных шкафах или боксах снабженных фильтрами для очистки удаляемого воздуха.

По окончании работ все радиоактивные вещества удаляют в установленные места, рабочее место приводится в порядок. Жидкие среды, содержащие радионуклиды сливают в емкости для сбора жидких радиоактивных отходов, твердые радиоактивные отходы (бумага, ветошь, отработанные подложки после радиометрических измерений, битая лабораторная посуда загрязненная радионуклидами и т. п.) собирается в контейнер твердых радиоактивных отходов (КТО).

Лабораторная посуда, после проведения радиометрического анализа, направляется на дезактивацию. В случае достижения допустимых уровней загрязнения она используется повторно, в иных случаях, при не достижении допустимых уровней загрязнения после дезактивации, лабораторная посуда направляется к месту сбора твердых радиоактивных отходов. После окончания всех работ персонал проходит дозиметрический контроль до и после санитарной обработки.

Все работы с радиоактивными веществами с ИИ должны проводиться в условиях строгого соблюдения правил радиационной безопасности.

Б. В помещениях радиохимической лаборатории, где проводятся работы с радиоактивными веществами, запрещается:

- пребывание персонала и других лиц без необходимых СИЗ;
- хранение пищевых продуктов, табачных изделий, косметики, домашней одежды, и других предметов, не имеющих прямого отношения к выполняемым работам;
- прием пищи, курение, пользование косметикой;
- заполнение пипеток путем всасывания растворов ртом;
- сливать РАО в канализацию;
- работать в лаборатории с открытыми ранами и порезами лица и рук, при ранении необходимо тщательно промыть порез струей воды.

1.3. Основные лабораторные процессы и связанная с ними опасность

Основные лабораторные операции с открытыми ИИИ по степени опасности делятся на пять групп:

1 группа – хранение радиоактивных веществ;

2 группа – простые операции с растворами (переливание, разбавление, отбор проб, вскрытие ампул с радиоактивной жидкостью);

3 группа – растворение, осаждение, фильтрование, промывание осадков, титрование, экстрагирование, центрифугирование и другие обычные химические операции;

4 группа – сложные операции с растворами, связанные с нагреванием (выпаривание, перегонка, горячее экстрагирование и фильтрование, реакции с газовыделением);

5 группа – операции с сухими пылеобразующими и порошкообразными веществами (отбор проб, измельчение, смешивание и прессования порошков, взвешивание, проведение процессов прокаливания и возгонки твердых веществ).

Первичные три группы операций включают в себя проведение процессов, связанных с опасностью механических, в основном случайных потерь радиоактивного вещества.

Четвертая и пятая группы операций объединяют процессы, при выполнении которых велика опасность непосредственного перехода радиоактивного вещества в воздух рабочих помещений и соответственно в атмосферу. Переход радиоактивных веществ в воздух рабочих помещений закономерен, он определяется природой этих процессов. При выполнении операций этого типа требует использования специального оборудования.

В основе операции первого типа нет таких процессов, которые неотвратимо приводили бы к переходу в атмосферу радиоактивного вещества. Потери радиоактивного вещества при проведении процессов первого типа могут быть частично уменьшены за счет аккуратности, внимательного выполнения и применения простых приспособлений, а при выполнении процессов второго типа даже аккуратная работа не уменьшит степени перехода радиоактивного вещества в окружающую атмосферу.

Хранение реактивов – при длительном хранении открытых растворов радиоактивных веществ возможно загрязнение окружающих предметов и попадание радиоактивных нуклидов в воздух. При хранении растворов или твердых препаратов тория, радия, урана и др., в результате α -распада которых образуются дочерние ра-

диоактивные продукты, возможно попадание радиоактивных атомов в воздух за счет энергии отдачи.

Для концентрированных растворов или твердых соединений Po-210; Pu-234; Ra-226 и др. α -излучателей явление агрегатной отдачи может привести также к переходу активности в воздух. Такие препараты необходимо хранить в закрытых сосудах из пластмассы или металла.

Выпаривание, перегонка, кипячение и операции с газовыделением – переход в пар радиоактивных нелетучих продуктов при выпаривании растворов происходит за счет механизма захвата и уноса паром мельчайших капель раствора. Объемная активность радиоактивного вещества при парообразовании во многих случаях может значительно превышать ПДК, установленные для воздуха рабочих помещений, поэтому все операции связанные с выпариванием, перегонкой кипячением и т. п. должны осуществляться в вытяжных шкафах снабженные газоаэрозольными фильтрами.

Высушивание осадков – радиоактивные осадки при высушивании выделяют большое количество влаги более 50 %, с которыми возможен унос капель раствора. Кроме того высушивание осадков может быть опасным из-за выбрасывания частиц осадка.

Прокаливание осадка – в отличие от сушки при прокаливании возможна возгонка. Из-за высокой температуры прокаливания скорость отделяющих газов более высока, чем при сушке и выпаривании, поэтому существует опасность захвата довольно больших частиц. Такие летучие вещества, как ряд галогенидов, соединения мышьяка, элементарный йод и др. могут представлять большую опасность при нагревании. При нагревании раствора соединений Ru-106 с окислителями в воздух может перейти до 97 % радиоактивности.

Все этапы радиохимического анализа связанные с термическими процессами должны осуществляться в вытяжных шкафах или боксах оборудованных вентиляцией с газоаэрозольными фильтрами.

1.4. Особенности проведения работ с источниками ионизирующих излучений

Препараты, в составе которых входят радиоактивные вещества, являются радионуклидными источниками, которые подразделяются на закрытые и открытые.

Открытые радионуклидные источники являются источниками радиоактивного загрязнения, поэтому при работе с ними подразделяются особые требования при работе с открытыми источниками возможно как внешнее, так и внутреннее облучения, в результате попадания радионуклидов в организм человека или животных. При работе с закрытыми радионуклидными источниками присутствует только внешнее облучение.

При работе с закрытыми радионуклидными источниками специальных требований к помещениям и оборудованию не предъявляется. При работе с такими препаратами необходимо знать и учитывать их радиоактивные свойства: общую радиоактивность источника, тип и энергию излучения и период полураспада, которые используются для реагента текущих и прогнозируемых уровней облучения, работающих с источниками персонала, а также оперативное и долгосрочное планирование этих уровней для контроля неперевышения пределов дозы и/или контрольных уров-

ней. В этом случае защита от воздействия радиации от радионуклидов в закрытом виде сводится к защите от излучения.

При работе с открытыми радионуклидными источниками существует опасность как внешнего так и внутреннего облучения. В данном случае для оценки степени возможности опасности при работах с такими источниками необходимо знать не только величину их радиоактивности, но и тип, энергию излучения, период полураспада, но также и среднегодовое потребление радиоактивных препаратов в лаборатории, его физическое состояние, характер и особенность операций, производимых с этим веществом. При работе с открытыми радионуклидными источниками предусматривается комплекс мер безопасности, предотвращающих загрязнения воздушного пространства рабочей зоны, поверхности рабочих помещений и оборудования, спецодежды персонала и объектов окружающей среды.

Открытые радионуклидные источники, как потенциальные источники внутреннего облучения в зависимости от величины минимально значимой активности на рабочем месте (МЗА) подразделяются на четыре группы радиационной опасности:

группа А – радионуклиды с минимально значимой активностью 1 кБк;

группа Б – радионуклиды с минимально значимой активностью 10 кБк;

группа В – радионуклиды с минимально значимой активностью 1000 кБк;

группа Г – радионуклиды с минимально значимой активностью 1000 кБк и более.

Принадлежность радионуклидов к той или иной группе определяется в зависимости от предельно-допустимых концентраций (ПДК) в воздухе рабочих помещений исходя из радиотоксичности радионуклидов при поступлении их в организм через дыхательные пути.

Группа А – радионуклиды особо высокой токсичности (ПДК в воздухе не более $3,7 \cdot 10^{-3}$ Бк/л;

Группа Б – радионуклиды высокой токсичности (ПДК в воздухе от $3,7 \cdot 10^{-3}$ - $3,7 \cdot 10^{-1}$ Бк/л;

Группа В - радионуклиды средней токсичности $3,7 \cdot 10^{-1}$ - $3,7$ Бк/л;

Группа Г – радионуклиды наименьшей токсичности (ПДК в воздухе от $3,7$ Бк/л и выше).

Радионуклиды соответствующие определенным группам радиационной опасности приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Минимально-значимые активности радионуклидов на рабочем месте

Группа радиационной опасности радионуклида	Минимально-значимая активность (МЗА) на рабочем месте, кБк	Радионуклид
1	2	3
А	1	Po-210, Pb-210, At-211, Ra-226, Ra-228, Th-228, Th-229, Th-230, Th-232, Pa-231, Pu-240, Pu-242, Pu-244, Am-241, Am-243, Cm-242, Cm-243, Cm-244, Cm-246, Cf-249, Cf-250, Es-253, Fm-254

1	2	3
Б	10	Kr-85, Sr-90, Ru-106, Sb-122, Sb-124, I-125, I-126, I-129, I-131, Xe-133, Cs-134, Cs-137, Cs-138, Ce-144, Eu-152, Eu-154, Tm-170, Ta-182, Tl-204, Bi-210, Ra-223, Ra-224, Ac-228, Th-227, Pa-230, U-230, U-233, U-234, U-235, U-236, U-238, Pu-236, Pu-241, Pu-243, Bk-249, Cf-248
В	100	Na-22, Na-22, P-32, S-35, Cl-36, Cl-38, K-42, Ca-47, Sc-46, Sc-47, Sc-48, V-48, Mn-51, Mn-52, Mn-54, Mn-56, Fe-59, Co-56, Co-57, Co-58, Co-60, Ni-59, Ni-63, Ni-65, Zn-65, Ga-72, As-73, As-74, As-76, Se-75, Br-82, Kr-79, Rb-86, Sr-89, Sr-91, Sr-92, Y-90, Y-91, Y-92, Y-93, Zr-93, Zr-95, Zr-97, Nb-95, Nb-98, Mo-93, Mo-99, Tc-99, Ru-94, Ru-103, Ru-105, Rh-105, Pd-103, Pd-109, Ag-105, Ag-111, Cd-109, Cd-115, Sn-113, Sn-125, Sb-125, Te-127, Te-131, Te-132, Te-133, I-132, I-133, I-134, I-135, Cs-129, Cs-132, Cs-135, Cs-136, Ba-131, Ba-140, Ce-139, Ce-141, Pr-142, Pr-143, Nd-147, Pm-147, Pm-149, Sm-151, Sm-153, Eu-155, Cd-153, Cd-159, Tb-160, Dy-165, Dy-166, Er-169, Er-171, Tm-171, Lu-177, Hf-181
Г	1000	H-3, Be-7, C-14, F-18, Si-131, P-33, K-40, K-43, Fe-52, Fe-55, Co-55, Co-61, Cu-64, Zn-69, Ge-71, Nb-94, Nb-97, Mo-90, Mo-101, Tc-96, In-111, Te-129, Te-134, I-123, I-130, Cs-131, Nd-149
	10000	Tc-96m, Tc-97m, Te-123m, Rn-220, Th-226, U-231, Pu-234, Pu-235, Pu-237
	100000	Ar-37, Tc-97
	1000000	O-15, Ar-41, Mn-53, Kr-74, Kr-76, Kr-77, Kr-87, Kr-88
	10000000	Kr-85m, Xe-135
	100000000	Kr-83m

Примечание: Группа радиационной опасности радионуклидов не вошедших в табл. 1.1 определяется в соответствии с нормативными документами (ОСПУ).

В случаях, когда на рабочем месте используется открытые радионуклидные источники, принадлежащие к разным группам радиационной опасности, их активность приводится к группе А радиационной опасности по формуле

$$a = a_A + 0,1a_B + 0,01a_V + 0,001a_\Gamma \quad (1.6)$$

где а – суммарная активность, приведенная к группе А, Бк;

a_A, a_B, a_V, a_Γ – активность на рабочем месте радионуклидов групп А, Б, В, Г соответственно, Бк.

1.5. Средства индивидуальной защиты и порядок их использования

Персонал радиохимической лаборатории, а так же временно привлекаемые для работы с радиоактивными веществами и открытыми радионуклидными источниками специалисты, посетители во время посещения производственных помещений, в которых используются радиоактивные вещества, должны обеспечиваться на время работы и пребывания в помещениях, спецодеждой, спецобувью и другими средствами индивидуальной защиты.

При невозможности дезактивации спецодежды и средств индивидуальной защиты они заменяются новыми вне зависимости от сроков носки. При нарушении

целостности спецодежды и средств индивидуальной защиты, они заменяются на новые.

Спецодежда, спецобувь и средства индивидуальной защиты должны иметь специальные опознавательные знаки.

К средствам индивидуальной защиты относят защитные средства сугубо индивидуального пользования – к ним относят спецодежду и другие атрибуты для защиты различных органов человека.

Основное назначение средств индивидуальной защиты – предотвращение попадания радиоактивных веществ внутрь организма. Кроме того, средства индивидуальной защиты обеспечивают чаще всего частичную защиту от внешнего облучения, при работе с радионуклидами испускающее мягкое γ -излучение и полную защиту от внешнего излучения при работе с радионуклидными источниками испускающими мягкое β - и α -излучение. Кроме того, при работе с радионуклидными источниками, испускающими мягкое β -излучение (C-14, S-35 и т. п.) или α -излучение можно не применять каких-либо защитных экранов, так как посуда, одежда, перчатки уже полностью поглощают такие излучения. В других случаях, кроме средств индивидуальной защиты, необходимо применять дополнительные средства защиты от внешнего облучения (защитные экраны, дистанционный инструмент и т. д.).

К специальной одежде и средствам индивидуальной защиты относят: халаты, шапочки, нарукавники, фартуки, перчатки, спецобувь, респираторы, пневмокостюмы (обязательный комплект спецодежды и СИЗ для работы в РХЛ).

Халаты – все работы с радиоактивными веществами проводятся только в халатах. Халаты должны изготавливаться из гладкой белой ткани (сатин, молескин). Ворот у халата закрытый, завязки — на спине.

Шапочка – применяется для защиты головы и волос от радиоактивной пыли, закрепляет волосы. Изготавливается из той же ткани, что и халаты.

Нарукавники – применяются для предохранения рукавов халата от загрязнения радиоактивными веществами. Нарукавники делают из хлопчатобумажной ткани и различных пластикатов.

Фартук – применяется при работе, во время которой возможно разбрызгивание радиоактивных жидкостей (мытьё посуды, переливание радиоактивных жидкостей и т. п.). Фартуки должны быть изготовлены из пластикатов.

Перчатки – все работы с радиоактивными веществами в открытом виде нужно обязательно проводить в резиновых или пластиковых перчатках. Обычно применяются хирургические перчатки. В тех случаях, когда проводятся работы, при которых можно легко порвать хирургические перчатки (переноска и сборка оборудования и т. д.), лучше применять анатомические или другие более толстослойные перчатки. При работе в защитных шкафах и боксах применяются перчатки с длинными рукавами. Перчатки индивидуального пользования следует подбирать строго по руке. Перед их надеванием руки посыпать тальком. При надевании перчаток следует пальцами голый руки брать только за внутреннюю сторону манжеты, а пальцами руки, одетой в перчатку, брать только за внешнюю сторону манжеты второй перчатки. Манжеты перчаток должны находить на рукава халата.

Обувь – при работе в радиоизотопных лабораториях рекомендуется надевать отдельную обувь, например, тапочки на резиновой подошве. В отдельных случаях при работах, связанных с возможностью загрязнения радиоактивными веществами ног, применяется специальная обувь — резиновые калоши, резиновые чуни, бахилы

из специальной резины, ботинки, сапоги из специальной резины, болотные сапоги и др.

Респираторы – применяются для защиты дыхательных путей от попадания радиоактивной пыли и газов. Если существует какая-либо вероятность в процессе работы выделения радиоактивных газов нужно применять респираторы с химическими поглотителями радиоактивных газов.

Халаты и комбинезоны из пластика. Применяются обычно при работе с большими активностями, при монтажных и ремонтных работах в радиоизотопной лаборатории, при полевых работах с радиоактивными веществами и т. п.

Пневмокостюмы – применяются при заходе в шкафы, боксы, камеры, помещения, сильно загрязненные радиоактивной пылью или парами, при авариях, ремонтно-монтажных работах и т. д.

При работе с радиоактивными веществами очень важно соблюдать дисциплину труда, выполнять существующие защитные мероприятия, применять индивидуальные защитные средства. Самое серьезное значение должно придаваться соблюдению личной гигиены, знанию правил работы с радиоактивными веществами, правил дезактивации. В этом залог успеха обеспечения безопасного проведения работ, получения необходимых научных результатов без ущерба для здоровья.

1.6. Работа в лаборатории и техника безопасности

1.6.1. Порядок работы в лаборатории

1. Предварительно ознакомиться с методикой выполнения исследовательской работы и проработать соответствующие теоретические вопросы.

2. При работе точно соблюдать порядок и последовательность операций, указанных в инструкции (методике).

3. Сухие реактивы необходимо брать чистым шпателем или стеклянной ложечкой. При наливании растворов из склянок следует держать последние таким образом, чтобы этикетка была повернута вверх (во избежание её загрязнения).

4. Если нет указаний о дозировке реактивов для данной работы, то брать их надо в возможно меньшем количестве: сухие вещества – в количестве, закрывающие дно пробирки, а растворы – не более 1/6 объема пробирки.

5. Излишки реактивов запрещается высыпать (выливать обратно в сосуды, из которых они были взяты).

6. Крышки и пробки от банок с реактивами следует класть на поддон поверхностного, которая не прикасалась с реактивом (радиоактивным раствором). После использования реактива банку (склянку) закрыть пробкой и поставить на место.

7. Внимательно следить за ходом опыта (анализа), замечать все изменения и отмечать их в лабораторном отчете.

1.6.2. Меры предосторожности при работе в лаборатории

1. Запрещается проводить эксперименты (анализы) без разрешения руководителя (преподавателя).

2. При работе с лабораторными электроприборами соблюдать меры электробезопасности.

3. Все опыты с ядовитыми, неприятно пахнущими веществами, радиоактивными растворами, а также упаривание кислых и щелочных растворов производить в вытяжном шкафу.

4. Опыты (эксперименты) с легковоспламеняющимися веществами проводить на безопасном от огня расстоянии.

5. Для защиты работающего и обслуживающего персонала лаборатории от радиоактивных загрязнений и ИИ использовать защитную одежду, пинцеты, щипцы и т.п.

6. При нагревании растворов в пробирке, её следует держать таким образом, чтобы отверстие пробирки было направлено от работающего и соседей по столу. Особенно строго соблюдать это правило в тех случаях, когда нагреваемой жидкостью является кислоты и щелочи. Операции, связанные с нагреванием жидкостей, рекомендуется проводить в вытяжном шкафу.

7. Не наклонять лицо над нагреваемой жидкостью или сплавляемыми веществами во избежание попадания брызг на лицо.

8. Не следует вдыхать пахучие вещества, в том числе и выделяющиеся газы, близко наклоняясь к сосуду с этими веществами. Следует легким движением руки направлять струю воздуха от отверстия сосуда к себе и осторожно вдыхать.

9. При разбавлении концентрированных кислот, особенно серной, вливать кислоту в воду небольшими порциями, а не наоборот.

10. Следует иметь в виду, что азотная кислота при контакте с некоторыми органическими веществами, вызывает их воспламенение, в отдельных случаях со взрывом.

11. Использование радионуклидных источников закрытого типа и устройств генерирующих ИИ разрешается только в условиях, предусмотренными ГОСТами и технической документацией согласованной с мин. здравоохранения РФ.

12. Устройство, в котором размещен радионуклидный источник, должен быть герметичным, устойчивым к механическим, химическим, температурным и другим воздействиям, обеспечивать радиационную защиту в соответствии с требованиями санитарных норм РФ и иметь знак «радиационная опасность».

13. Для извлечения радионуклидного источника из контейнера следует пользоваться дистанционным инструментом или специальными приспособлениями. При работе с радиоактивными источниками, извлеченными из защитных контейнеров, должны использоваться защитные экраны и манипуляторы. Запрещается прикасаться к радионуклидным источникам руками.

14. Помещения, в которых проводятся работы на стационарных установках с радионуклидными ИИИ, должны быть оборудованы независимыми друг от друга системами блокировки и сигнализации о положении источника или блока источников и о превышении заданной мощности дозы излучения.

15. При использовании приборов с закрытыми радионуклидными источниками и устройств генерирующих ИИ, вне помещения или в общих производственных помещениях следует: обеспечить физическую защиту источника, направлять излучение предпочтительно в сторону поверхности земли, где нет людей, размещать источники как можно удаленнее от обслуживающего персонала и присутствующих лиц, ограничивать время пребывания людей вблизи источников.

16. Запрещается использование закрытых радионуклидных источников при наличии нарушений герметичности, а так же по истечению паспортного срока эксплуатации.

17. Обязательное получение индивидуальных документов и периодический контроль, показаний индивидуальных дозиметров.

18. Радиационная защита должна быть направлена на ограничение до возможных минимальных значений дозы облучения. Эффективность радиационной защиты достигается комплексом санитарно-гигиенических, инженерно-технических и организационных мероприятий в зависимости от технологии и способа применения источника.

1.6.3. Оказание первой помощи пострадавшим

1. При попадании на открытые участки тела (кожу) концентрированных кислот (серной, азотной, уксусной и т.д.) следует немедленно промыть сильной струей воды обожженное место в течение 3-5 минут, после чего наложить повязку, смоченную спиртовым раствором танина или 3%-раствором перманганата калия. При сильных ожогах после оказания первой помощи немедленно обратиться к врачу.

2. При ожоге кожи растворами щелочей промыть обожженный участок кожи до тех пор, пока она не перестанет быть скользкой на ощупь, после чего наложить повязку, смоченную спиртовым раствором или 3%-раствором перманганата калия.

3. При попадании брызг кислоты или щелочи в глаза, немедленно промыть поврежденный глаз большим количеством воды комнатной температуры, после чего немедленно обратиться к врачу.

4. При ожогах горячими предметами (стекло, металлы и т.п.) наложить сначала повязку, смоченную спиртовым раствором или 3%-раствором перманганата калия, затем повязку с мазью от ожогов.

5. При ожогах фосфором необходимо наложить на обожженное место повязку, смоченную 2%-раствором сульфата меди.

6. При отравлении хлором бором, сероводородом, окисью углерода, необходимо пострадавшего вывести из помещения на свежий воздух и обратиться к врачу.

7. В случае загорания одежды пламя гасить следует обертыванием в плотную ткань, которая должна находиться в строго определенном месте.

8. При превышении дозы облучения, во время периодического контроля индивидуальных дозиметров, работу с ИИИ прекратить и сообщить руководителю работ и обслуживающему персоналу.

9. При обнаружении нарушения герметичности оболочки закрытого радионуклидного источника, сообщить обслуживающему персоналу и руководителю работ.

2. РАДИОХИМИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ, ПРИБОРЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

2.1. Назначение и классификация радиохимических лабораторий

Радиохимическая лаборатория – специально оборудованная лаборатория, предназначенная для проведения химических операций с радиоактивными веществами (исследования с использованием меченых атомов в различных отраслях науки и техники – металлургии, машиностроении, биологии, атомной энергетике и промышленности и т.д.), которые проводятся в специальных радиоизотопных лабораториях со специфическим оборудованием.

В зависимости от группы токсичности радионуклидов, его степени радиоактивности на рабочем месте и сложности химических операций, все работы с радиоактивными веществами, так же как и радиохимические лаборатории подразделяются на три класса.

Класс радиохимической лаборатории определяется комплексом защитных мероприятий (КЗМ), который должен обеспечить безопасные условия работы персонала и предотвращать загрязнение объектов внешней среды, кроме того КЗМ включает рациональное решение, планировку и отделку помещений, эффективные системы вентиляции и канализации, контроль за соблюдением норм и правил радиационной безопасности, организацию системы транспортировки, получения, хранения и учета радиоактивных изотопов, сбора и удаления РАО, выбор и отработку технологических режимов, защитной техники и оборудования, разработку прогноза возможных аварийных ситуаций и мер по их ликвидации. Неконтролируемый сброс газообразных, жидких и твердых РАО из радиохимических лабораторий всех классов запрещены.

Класс работ, так же как и класс радиохимических лабораторий устанавливается учреждениями государственной санитарно-эпидемиологической службы министерства здравоохранения в соответствии с классификацией табл. 2.1.

Таблица 2.1 – Классы работ при производственном контакте с радиоактивными веществами в открытом виде

Группа радиоактивной опасности радионуклида	Минимальная значимая активность (МЗА), кБк	Радиоактивность на рабочем месте, кБк		
		Класс работ		
		1	2	3
А	1	10^5 и более	От 10^2 до 10^5	От 1,0 до 10^2
Б	10	10^6 и более	От 10^3 до 10^6	От 10 до 10^3
В	100	10^7 и более	От 10^4 до 10^7	От 10^2 до 10^4
Г	10^3 и более	10^8 и более	От 10^5 до 10^8	От 10^3 до 10^5

Радиохимические лаборатории 1-го класса – предназначены для проведения работ с высокими уровнями активности (верхний предел активности для них не устанавливается). Они оборудованы для работ по выделению радиоактивных изотопов из продуктов деления ядерного топлива, облученных материалов и мишеней, сборки тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) ядерных реакторов и др. работ, требующих высокого уровня герметизации защитного оборудования.

Радиохимические лаборатории 2-го класса – предназначены для проведения работ со средним уровнем активности (радиохимические, физико-химические, металлофизические, физические, некоторые биологические и др. виды работ).

Радиохимические лаборатории 3-го класса – предназначены для проведения работ с наименьшими («индикаторными») активностями. В таких лабораториях осуществляется большинство аналитических, химических и биологических исследований с использованием радиоактивных изотопов в качестве изотопных индикаторов.

2.2. Основное оборудование радиохимических лабораторий

2.2.1. Специальное оборудование и устройства

В зависимости от класса радиохимическая лаборатория имеет свою планировку и оснащена оборудованием и техническими средствами, основой комплекса защитных мероприятий (КЗМ).

Радиохимические лаборатории 1-го класса размещаются в отдельном здании или изолированной части здания с отдельным входом только через санпропускник. Для повышения безопасности работ радиохимические лаборатории имеют 3-зональную планировку: I зона (необслуживаемые помещения) — камеры и боксы, где размещается оборудование для работы с радиоактивными веществами, являющееся основным источником радиоактивного загрязнения; II зона — помещения (периодически обслуживаемые) для проведения ремонта оборудования, транспортировки, загрузки и выгрузки радиоактивных материалов из I зоны, хранения радиоактивных отходов; III зона — помещения постоянного пребывания персонала, операторские, пульта управления и др. Для исключения переноса загрязнения между II и III зонами оборудуется санитарный шлюз с пунктом дозиметрического контроля. Все работы с радиоактивными веществами производятся в герметичных боксах и камерах с помощью дистанционных манипуляторов. Наблюдение ведётся с помощью перископов, окон из свинцового стекла, телевизионной аппаратуры. Степень герметизации защитного оборудования и надёжная биологическая защита обеспечивают полную безопасность для персонала в помещениях III зоны. В помещениях II зоны персонал работает в герметичных изолирующих костюмах в течение безопасного (предельно допустимого) времени. Помещения I зоны могут посещаться персоналом только в аварийных ситуациях или после проведения дезактивации дистанционными средствами до предельно допустимых уровней; безопасность работ и используемые защитные меры контролируются службой радиационной безопасности.

Радиохимические лаборатории 2-го класса размещаются в отдельном здании (или изолированной части здания). Операции с радиоактивными веществами проводятся в боксах или вытяжных шкафах с применением манипуляторов и др. дистанционных приспособлений, используются также перчатки, герметично вмонтированные в фасадную стенку. В составе лаборатории должен быть санпропускник или душевая для дезактивации тела или пластиковой спецодежды, пункт радиационного (дозиметрического) контроля на выходе и хранилище радиоактивных изотопов и отходов.

Радиохимические лаборатории 3-го класса используют защитную одежду, кюветы из пластмассы или нержавеющей стали, простейшие дистанционные приспособления (пинцеты, щипцы и т.д.), защитные экраны из оргстекла, свинца и т.п. Работы с эманулирующими (образующими радиоактивные изотопы радона), летучими, порошкообразными веществами проводятся в боксах или вытяжных шкафах. Предусмотрены дополнительные средства индивидуальной защиты (респираторы или противогазы, пластиковая спецодежда). В составе радиохимической лаборатории 3-го класса рекомендуется иметь душевую и помещения для хранения и фасовки радиоактивных веществ.

2.2.2. Оборудование и лабораторная посуда для проведения химических анализов

Вытяжной шкаф — лабораторное оборудование, представляющее собой закрытую камеру с вытяжной вентиляцией для работы с летучими вредными веществами. Согласно классификации вентиляционного оборудования является полукрытым местным отсосом, предназначенным для проведения технологических процессов в лабораторных условиях. Шкаф оборудуется прозрачной передней стенкой и, как правило, подводкой воды, газа и электричества. Столешница шкафа выполняется из химически стойких материалов. Удаление воздуха из шкафа в зависимости от вида проводимых в нём технологических операций может осуществляться гравитационным (естественным) или механическим способом. Количество воздуха, удаляемого из шкафа, определяется токсичностью образующихся вредных веществ и температурой внутри шкафа.

Боксы – нестандартные укрытия определенной степени герметичности, предназначенные для работ с радиоактивными веществами под разрежением с использованием манипуляторов и перчаток. Имеются различные конструкции боксов, которые определяются задачами исследования, количеством применяемого радиоактивного вещества и характером излучения.

Камеры – стационарные укрытия определенной степени герметичности. Они предназначены для работ под разрежением с γ -активными веществами высокой активности и оборудуются смотровой системой, манипуляторами, системами приточно-вытяжной вентиляции, светильниками, транспортной системой и т. д.

Лабораторные столы – конструкция стола рассчитана на нагрузку, допускающую установку защитных экранов. Стол снабжен всеми необходимыми подводками и сливом. Работу на таких столах производят в кюветах из нержавеющей стали, пластмасс или эмалированных материалах.

Защитные экраны – материалы и конструкции определяются типом и энергией излучения используемого в работе радионуклида, продолжительностью работы и характером проводимых операций.

Контейнеры – предназначены для хранения, транспортировки и сбора радиоактивных изотопов. Тип контейнера, материал и толщина их стенок определяется количеством радиоактивного изотопа и характером его излучения.

Дистанционные приспособления – манипуляторы и механизмы, предназначенные для работы с радиоактивными веществами на расстоянии. Ручные манипуляторы отличаются разнообразием, каждый из них предназначен для выполнения одной или нескольких несложных операций. Простейшим типом манипуляторов яв-

ляются различного рода щипцы и захваты, ножницы, передвижные кассеты с захватами.

Центрифуга типа ОПн-8 – предназначена для отделения осадка от жидкости.

Весы аналитические электронные AS110/С – 1 класс точности, жидкокристаллический символьный индикатор с подсветкой.

Баня БКЛ-1 водная с электроподогревом – предназначена для нагревания образцов в химических стаканах, колбах или выпарительных чашках при проведении лабораторных работ. Баня может использоваться как водяная или песчаная баня.

Лампа выпарительная типа ЛСН-1 – для сушки (удаления влаги) анализируемых проб

Муфельная печь ТУ 16-531.408-72 – для прокаливания анализируемых проб (полное удаление влаги).

Химическая посуда — специальные и специализированные ёмкости различного конструктивного исполнения, объёма, и изготавливаемые из разнообразных материалов, устойчивых в агрессивных средах. При необходимости, лабораторная посуда обладает необходимой термостойкостью, прозрачностью и другими нужными физическими свойствами.

2.3. Приборы для измерения ИИ в радиохимическом анализе

Радиометр – прибор, предназначенный для измерения радиометрических физических величин, плотности потока частиц или фотонов, объемной удельной активности радионуклидов в аэрозолях, газах, жидкостях.

Спектрометр – прибор, предназначенный для измерения энергии частиц или фотонов, испускаемыми радиоактивными веществами.

Измеритель дозы – прибор, предназначенный для измерения дозы: экспозиционной, поглощенной в воздухе, воде, ткани, эквивалентной, амбиентной, направленной, индивидуальной.

Дозиметры – приборы, объединяющие функции измерителя дозы и мощности дозы.

3. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ И МЕТОДЫ РАДИОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1. Основы радиохимического анализа

3.1.1. Состояние радионуклидов в водных средах

Под состоянием радионуклидов в водных растворах понимается форма существования, характеризующая определенными физико-химическими свойствами. Различают три состояния: ионно-дисперсное, молекулярно-дисперсное и коллоидно-дисперсное (последнее может быть в виде истинных псевдорadioколлоидов).

Ионно-дисперсное состояние характеризуется наличием в растворе простых, сложных или комплексных ионов радионуклидов, имеющих заряд и небольшие размеры. Ионно-дисперсное состояние соответствует истинным растворам.

– простые ионы: $^{137}\text{Cs}^+$; $^{24}\text{Na}^+$; $^{90}\text{Sr}^{2+}$; $^{235}\text{U}^{4+}$; $^{232}\text{Th}^{4+}$; $^{36}\text{Cl}^-$; $^{131}\text{I}^-$ и др.

– сложные ионы: $^{238}\text{UO}_2^{2+}$; $^{131}\text{JO}_3^-$; $^{32}\text{HPO}_4^{3-}$ и др.

– комплексные ионы $[\text{}^{232}\text{Th}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]^{3-}$; $[\text{}^{235}\text{UO}_2(\text{CO}_3)_3]^{4-}$ и др.

Молекулярно – дисперсное состояние характеризуется наличием в растворе недиссоциированных молекул, в состав которых входит радионуклид не несущий заряда. То есть размер частицы (молекулы) больше чем ион и не имеющей заряда.

Например:

J_2 , Br_2 , ИРГ(Kr, Xe);

$[\text{Ce}(\text{Lac})_3]^0$ – лактат церия (соль церия и молочной кислоты);

$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}$

^{95}Zr ; ^{95}N ; ^{234}Th - в присутствии нитратов K и NH_3 образуют комплексы состава;

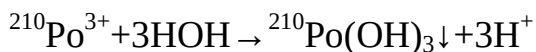
$[\text{Me}(\text{OH})_x(\text{NO}_3)_y]^0$ где Me – Zr; Ni; Th.

$x+y=4$; $x=3\div 1$; $y=1\div 3$.

В присутствии $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ Th^{4+} образует нейтральные комплексы $[\text{Th}(\text{C}_2\text{O}_4)_2]^0$

Коллоидно-дисперсное состояние характеризуется наличием в растворе частиц, несущих заряд и имеющие размеры ($10^{-3}\div 10^{-1}$ мкм).

а) истинные коллоиды – состоящие непосредственно из вещества радионуклида



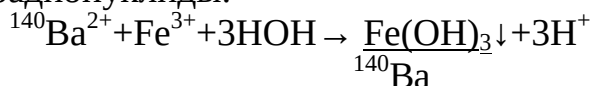
Любые элементы образующие нерастворимые гидроксиды, образуют коллоиды

$\text{Fe}(\text{OH})_2$; $\text{Fe}(\text{OH})_3$; $\text{Al}(\text{OH})_3$;

Условия образования истинного радиоколлоида:

$$C_{\text{микро}} \geq \text{Пр} \quad \text{Пр}_{\text{Po}(\text{OH})_3} = 10^{-37} \quad \text{Пр}_{\text{Po}(\text{OH})_3} = [\text{Po}^{3+}] \cdot [\text{OH}^-]^3$$

б) псевдорadioколлоиды – коллоиды образованные посторонними «примесями» других элементов находящихся в растворе, на которых сорбированы исследуемые радионуклиды.

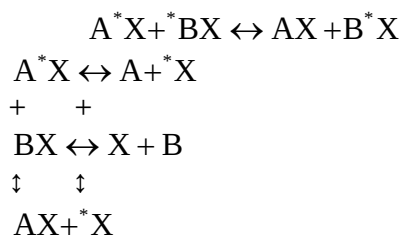


Условия образования радионуклидов:

- высокий РН раствора;
- наличия в растворе гидролизующихся компонентов;
- наличие в растворе посторонних примесей;
- повышенная температура.

3.1.2 Изотопный обмен

Изотопным обменом называется любой процесс, не приводящий к обычным химическим или физико-химическим изменениям системы, в результате которого изменяется распределение изотопов между различными химическими формами, различными фазами или внутри молекулы.



Классификация реакций изотопного обмена

1) В зависимости от фазы различают:

- гомогенный изотопный обмен;
- гетерогенный изотопный обмен.

2) По степени сложности:

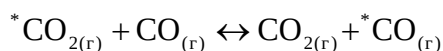
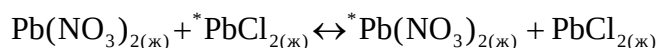
- простые;
- сложные.

3) По механизму реакции:

- процессы изотопного обмена связанные с нарушением одних и образованием других химических связей;
- процессы изотопного обмена не сопровождающиеся нарушением химических связей и перемещение изотопных атомов.

Рассмотрим каждый тип реакции изотопного обмена.

- гомогенный изотопный обмен.



- гетерогенный изотопный обмен

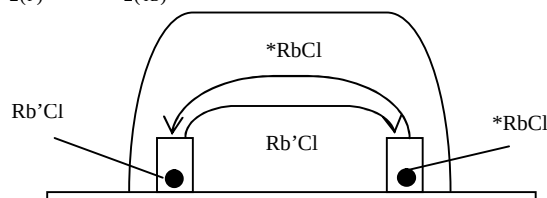
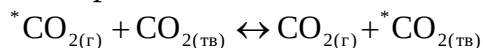
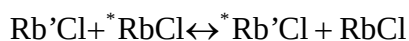


Рисунок 3.1. Распределение изотопов



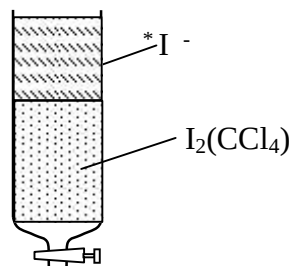
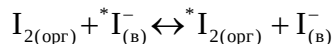
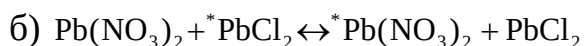
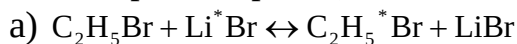


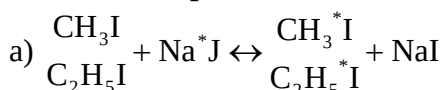
Рисунок 3.2. Пример распределение изотопов в хроматографической колонне



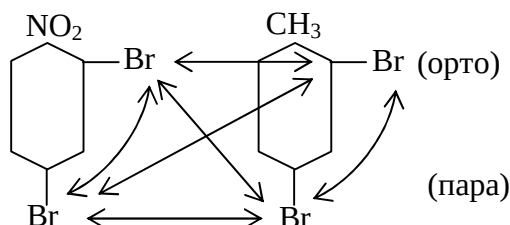
- Простые реакции изотопного обмена



- Сложные реакции изотопного обмена



б)



Все реакции протекающие в гетерогенных условиях относятся к сложным реакциям изотопного обмена. Сложные реакции изотопного обмена характеризуются не высокий скоростью обмена

Механизм протекания изотопного обмена

I-группа – реакции осуществляемые путем перехода электронов (т.н. электронный переход)

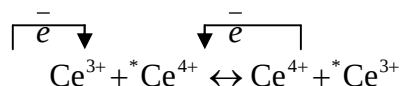
II-группа – реакции протекающие за счет перехода ионов, атомов, группы атомов и молекул.

Вторая группа разделяется на две подгруппы:

1-я подгруппа – изотопный обмен протекает с диссоциацией молекул или ионов (диссоциативный механизм)

2-я подгруппа – изотопный обмен протекает с образованием ассоциатов (ассоциативный механизм)

а) Реакции протекающие путем перехода электронов (электронный обмен)



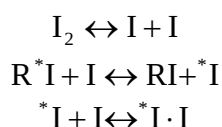
Изотопный обмен обусловлен протеканием реакции самоокисления – самовосстановления. Реакция протекает, когда в системе находится один и тот же элемент в разных окисленных формах.

Изотопный обмен по данному механизму протекает практически мгновенно

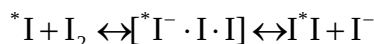
б) Реакции протекают с диссоциацией молекул или ионов (диссоциативный механизм)

Обмен изотопами протекает в следствии диссоциации молекул исходных соединений с образованием нейтральных атомов или радикалов (ионов)

Например: Обмен между газообразным йодом (I_2) и алкилиодом (R^*I):



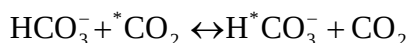
в) Реакции протекающие за счет частичной или полной ассоциации веществ (ассоциативный механизм):



Скорость обмена в этом случае достаточно высока, но ниже чем в случае [а)].

Этот механизм осуществляется в растворах электролитов и не электролитов и осуществляется по принципу бимолекулярных реакций.

г) Изотопный обмен обусловленный переходом молекул, радикалов, сложных групп.



Самопроизвольное – протекающие процессы при постоянном объеме и температуре отвечают уменьшением свободной энергии:

$F = U - TS$ - равновесное состояние

где F – свободная энергия;

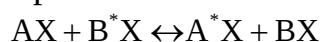
U – внутренняя энергия;

T – абсолютная температура $^{\circ}K$;

S – энтропия системы.

(S – функция состояния системы, изменение которой ΔS в обратимом изотермическом процессе перехода теплоты в количестве Q кал. равно приведенной теплоте процесса $\Delta S = \frac{Q}{T}$).

При изотопном обмене $T = \text{const}$ $V_1 = V_2$



F_1 – исходное состояние системы

$$F_1 = V_1 - TS_1$$

F_2 – конечное состояние системы

$$F_2 = V_2 - TS_2$$

При этом $F_1 > F_2$ $\Delta F = F_1 - F_2$

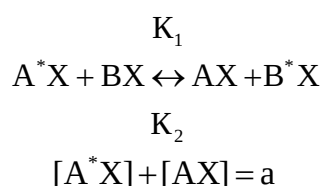
$$\Delta F = -TS_1 + TS_2$$

$$\Delta F = -T(S_1 - S_2)$$

$$\Delta F = -T\Delta S$$

$$-\Delta F = T\Delta S$$

Реальная реакция изотопного обмена



$$[B^*X] + [BX] = b$$

Объемные активности обозначим

$$A_1 = \frac{[A^*X]}{a}; A_2 = \frac{[B^*X]}{b};$$

Тогда $[A^*X] = A_1 a$; $[B^*X] = A_2 b$

Установлено:

$[A^*X]$ - убывает по обратной экспоненте;

$[B^*X]$ - возрастает по экспоненте.

$t = t_{1/2}$ - время при котором обмен происходит на половину.

$$\ln 2 = \frac{a+b}{a \cdot b} \cdot R \cdot t_{1/2} \quad (3.1)$$

где $t_{1/2} = \frac{a \cdot b}{a + b} \cdot \frac{0.693}{R}$

Это время позволяет установить требуемое время для начала РХА.

Таблица 3.1 Примеры изотопного обмена

Обменивающиеся ионы	Концентрация ионов, моль/дм ³	Среда раствора	$t_{1/2}$
$Mn^{2+} - Mn^{3+}$	10^{-2}	$HClO_4$	10-20 сек
$MnO_4^- - MnO_4^{2-}$	$4 \cdot 10^{-4}$	-	5 сек
$NpO_2^+ - NpO_2^{2+}$	10^{-4}	1 н $HClO_4$	97 сек
$Cr^{2+} - Cr^{3+}$	0,1	HCl	2 мин
$Cr^{2+} - Cr^{3+}$	0,1	$HClO_4$	14 часов
$Fe^{2+} - Fe^{3+}$	10^{-4}	$HClO_4$	2-4 мин

3.1.3. Носители и использование их в РХА

Соединение которое вводится в раствор в макроколичествах при определении микроэлемента и предназначено для уменьшения потерь микроэлемента.

Носители в исследуемый раствор вводят для достижения следующих целей:

- увеличения концентрации данного элемента для образования твердой фазы при последующим осаждении радионуклида;
- образование твердой фазы «инертного» вещества при последующем выделении радионуклида методом соосаждения и адсорбции;
- «разбавление» раствора относительно данного радионуклида для уменьшения потерь в адсорбционных процессах;
- ускорение процессов полного перевода радионуклида в другое состояние или другую форму с последующим его выделением;
- концентрация радионуклидов.

Классификация носителей:

- Специфический изотопный носитель

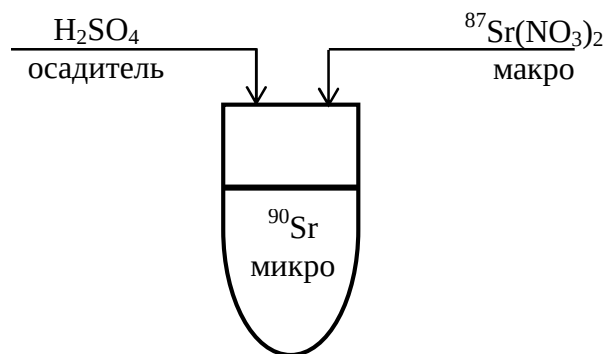
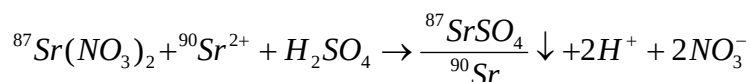


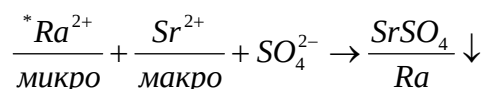
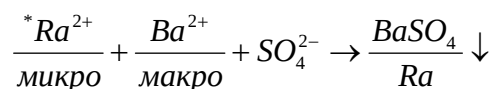
Рисунок 3.3. Схема осаждения с изотопным носителем



Изотопный носитель – стабильный нуклид (макро) радиоактивного нуклида (микро).

Специфичность носителя – при его введении выделяется конкретный элемент:

Специфический не изотропный носитель – химический элемент (соединение), не являющееся нуклидом определяемого элемента, предназначенный для выделения конкретного элемента.



Не специфический не изотопный носитель – химический элемент (соединение), не являющийся нуклидом определяемого элемента, предназначенный, как правило, для выделения группы элементов.

В качестве таких носителей используют элементы, образующие не растворимые гидроксиды. $\text{Al}(\text{OH})_3$; $\text{Fe}(\text{OH})_3$ и т.д.

Удерживающий носитель. При выделении из смеси элементов, с целью уменьшения потерь определенного элемента в исходный раствор вводят так называемый удерживающий (поддерживающий) носитель.

Например

Разделение ^{90}Sr от ^{90}Y в смеси $^{90}\text{Sr}-^{90}\text{Y}$.

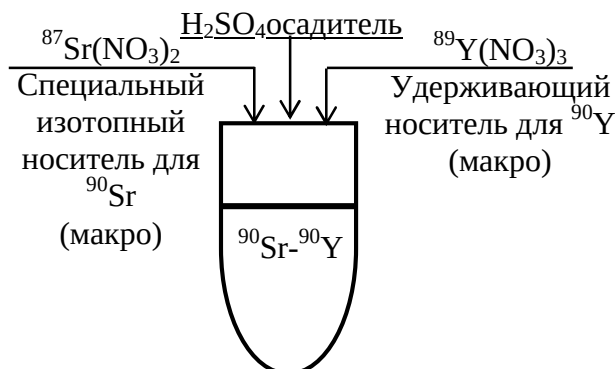
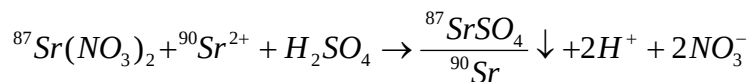


Рисунок 3.4. Схема осаждения с изотопным и удерживающим носителем



На осадке SrSO_4 будет участвовать в адсорбционных процессах $^{89}\text{Y}^{3+}$ (макро).

3.2. Методы радиоактивных индикаторов

Радиоактивные индикаторы – это вводимые в исследуемую систему вещества, содержащие в своем составе радиоактивные изотопы.

Метод исследования, основанный на применении радиоактивных изотопов, называется методом радиоактивных индикаторов (Р.И.)

В методе Р.И. роль изотопной метки выполняет радиоактивные изотопы химических элементов, которые могут быть легко обнаружены и определены количественно.

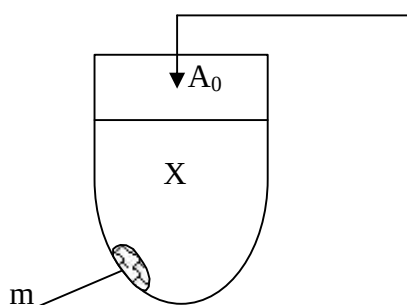
Применение радиоактивных индикаторов реализуется в методах:

- изотопного разбавления;
- радиометрического титрования;
- активационного анализа.

Эти методы основаны на измерении и количественном определении внесенных (активированных) ядер радионуклидов.

3.2.1 Однократное изотопное разбавление, вариант 1

А.Однократное изотопное разбавление – определяемый элемент не радиоактивен и в пробе его достаточно для выделения без носителя.



X – количество вещества которое необходимо определить (вещество не радиоактивное)

A_0 – общая радиоактивность вносимая в систему.

Рисунок 3.5 Схематическое однократное изотопное разбавление

$a_0 = \frac{X}{A_0}$ - объемная радиоактивность системы после внесения активности A_0

m - выделенная часть вещества для анализа

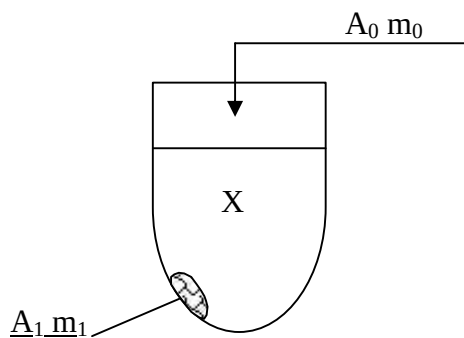
A_1 – общая радиоактивность выделенной части вещества m

$a_1 = \frac{m}{A_1}$ - объемная активность выделенной части вещества для анализа.

$$a_0 = a_1 \text{ тогда } \frac{X}{A_0} = \frac{m}{A_1} \quad X = m \frac{A_0}{A_1} \quad (3.2)$$

3.2.2 Однократное изотопное разбавление, вариант 2

Б.Однократное изотопное разбавление – определяемый элемент в пробе находится в малых количествах. В исходный раствор вводится известное количество m_0 определяемого элемента, меченного радиоактивностью A_0



m_1 – выделенная часть вещества для анализа, после введения в систему m_0

A_1 – общая радиоактивность выделенной части вещества m_1

$$a_0 = \frac{A_0}{m_0 + X} \quad (3.3.)$$

$$a_1 = \frac{A_1}{m_1} \quad (3.4.)$$

$a_0 = a_1$, тогда

$$\frac{A_0}{m_0 + X} = \frac{A_1}{m_1} \quad X = (m_1 - m_0) \frac{A_0}{A_1} \quad (3.5.)$$

3.2.3. Радиометрическое титрование

А. Осадительное титрование:

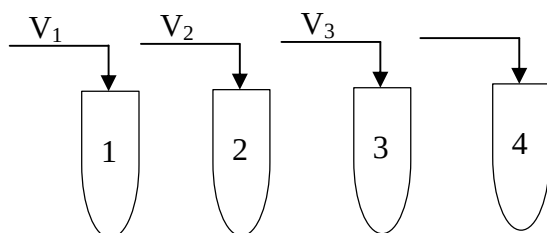
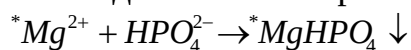


Рисунок 3.6. Схема осадительного титрования с разными объемами осадителя

В пробирках 1,2,3,4 – одинаковые объемы и количества $^*Mg^{2+}$
 $V_1 < V_2 < V_3 < V_4$ – объемы осадителя HPO_4^{2-}

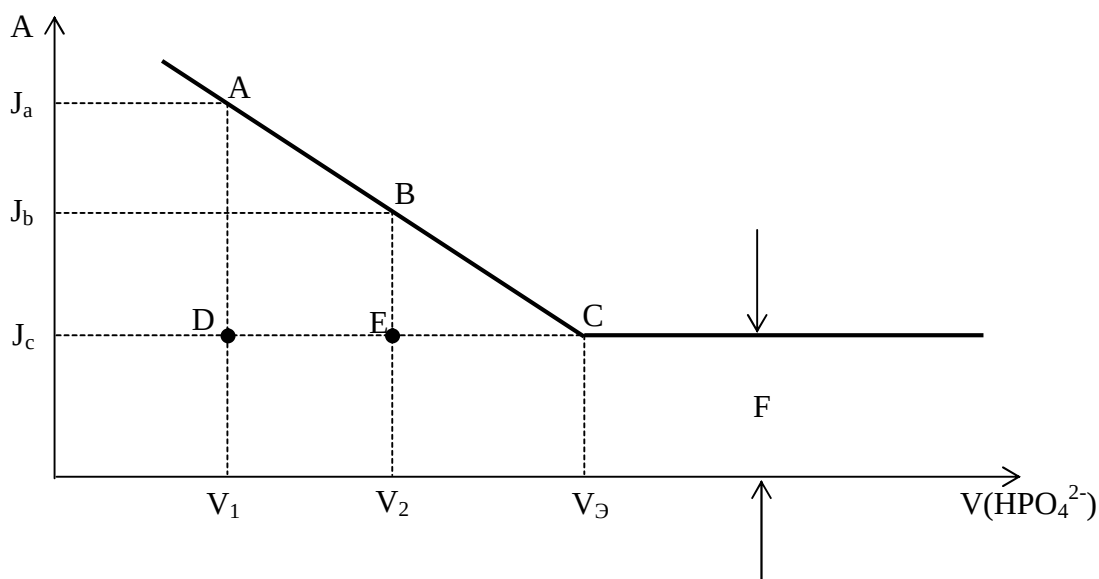


Рисунок 3.7. Распределение выделяемого компонента в зависимости от концентрации осадителя

$$\frac{AD}{BE} = \frac{DC}{EC};$$

$$AD = Ja - F;$$

$$BE = Jb - F;$$

$$DC = V_3 - V_1;$$

$$CE = V_3 - V_2;$$

$$\frac{Ja - F}{Jb - F} = \frac{V_3 - V_1}{V_3 - V_2};$$

$$V_3 = \frac{V_2(Ja - F) - V_1(Jb - F)}{Ja - Jb}$$

Ja и Jb - радиоактивность водной пробы после введения осадителя HPO_4^{2-} объемом V_1 и V_2 соответственно;

V_3 - объем осадителя в точке эквивалентности;

F - фоновая активность водного раствора;

$$F = A_{\text{ест.фон}} + A_{\text{Пр}^* \text{MgHPO}_4}; \quad \text{Пр}_{\text{MgHPO}_4} = [^* \text{Mg}^{2+}] \cdot [\text{HPO}_4^{2-}]; \quad \text{Пр}_{\text{MgHPO}_4} = F - A_{\text{ест.фон}}.$$

Б. Осаждаемое вещество не радиоактивное, осадитель радиоактивный ($\text{H}^* \text{PO}_4^{2-}$):

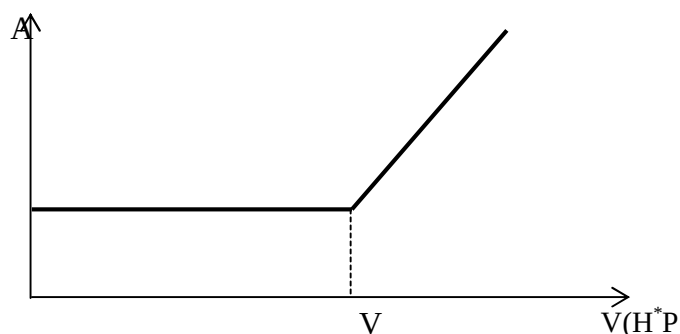


Рисунок 3.8. Кривая титрования

б) Осаждаемое вещество и осадитель радиоактивны:

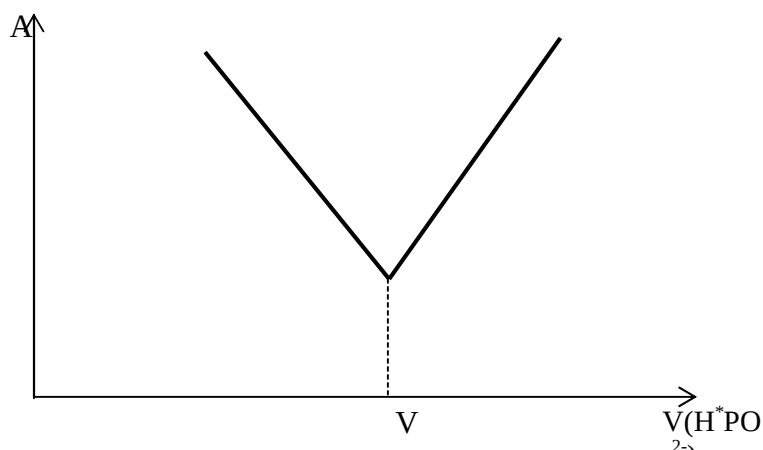


Рисунок 3.9. Кривая титрования

Б. Экстракционное титрование:

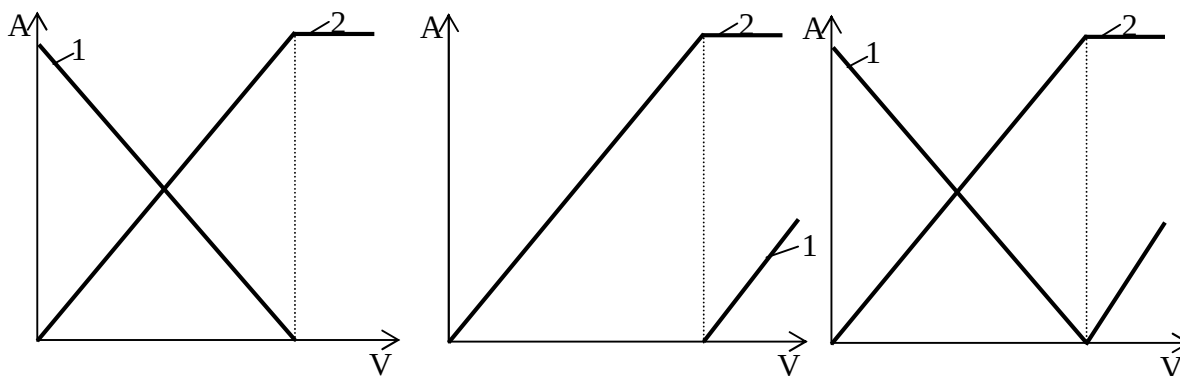
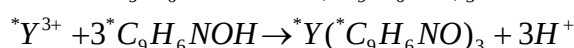
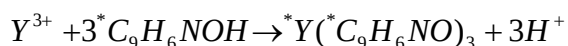
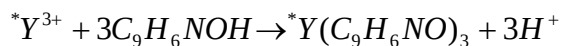


Рисунок 3.10. Кривые титрования: 1 - водная фаза; 2 – органическая фаза
а), б), в) – три возможные диаграммы при экстракции

Например:



3.2.4 Активационный анализ

Активационный анализ (радиоактивационный), метод качественного и количественного элементного анализа вещества, основанный на активации ядер атомов и исследовании образовавшихся изотопов (радионуклидов).

Величина активности A_0 образующего радионуклида к концу облучения равна:

$$A_0 = \frac{6,02 \cdot 10^{23} \cdot m_x \cdot K \cdot \sigma \cdot F_0}{A_B} \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{0,693t_1}{T_{1/2}}\right) \right] \quad (3.6)$$

A_0 – величина радиоактивности образующегося радионуклида, Бк;

m_x – количество определяемого элемента, г;

k – относительное содержание активированного изотопа в элементе;

σ – сечение ядерной реакции, см^2 ;

A_B – атомный вес;

F_0 – интенсивность потока ядерных частиц, $\text{част}/\text{см}^2 \cdot \text{сек}$

t_1 – время облучения, с;

$T_{1/2}$ – период полураспада, с.

Измерение активности A_t ведут через время t_2 после окончания облучения:

$$A_t = A_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_2}{T_{1/2}}\right) \quad (3.7.)$$

Масса образовавшегося радионуклида m_x определяют:

$$m_x = \frac{A_B \cdot A_t}{6,02 \cdot 10^{23} \cdot m_x \cdot K \cdot \sigma \cdot F_0 \left[1 - \exp\left(-\frac{0,693t_1}{T_{1/2}}\right) \right] \cdot \exp\left(-\frac{0,693t_2}{T_{1/2}}\right)} \quad (3.8.)$$

Активационный анализ подразделяется по виду активизирующего излучения:

- нейтронно-активационный анализ;
- гамма-активационный анализ;

- анализ на заряженных частицах (протонах, дейтонах, альфа-частицах, тяжелых ионах).

Количественный активационный анализ основан на регистрации образовавшегося р/на, количество которого пропорционально числу ядер исходного изотопа, участвовавшего в ядерной реакции.

Существует два варианта активационного анализа:

- инструментальный,
- радиохимический.

1) Инструментальный метод применяется при анализе веществ которые слабо активируются или образуют короткоживущие радионуклиды. Анализируемый образец и образец сравнения получают одновременно, анализируются на спектрометре с ППД, их спектры сопоставляются.

2) В радиохимическом варианте образец растворяют образовавшиеся радионуклиды, отделяют от основы методом экстракции, хроматографии, дистилляции и д.р.

Относительный метод измерения в активационном анализе.

Одновременно, в одинаковых условиях подвергают облучению анализируемый образец и ряд эталонов сходных по составу, но с известным содержанием определенного элемента. Его содержание находят по формулам

$$\frac{m_x}{m_y} = \frac{A_x}{A_y} \quad (3.9.)$$

$$m_x = m_y \frac{A_x}{A_y} \quad (3.10)$$

m_x и m_y – весовое содержание искомого элемента в определяемом образце и эталоне,

A_x и A_y – радиоактивность анализируемого образца и эталона.

Таблица 3.2 – Чувствительность нейтронного активационного анализа при использовании реактора с замедлителем нейтронов (интенсивность потока 10^{12} нейтр/с·см², время облучения 10 ч)

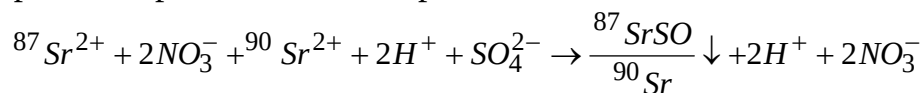
Химический элемент	Чувствительность определения, г
Ca; Si; S; Te; Bi	10^{-6}
Ag; Hg; Sr; Nd; Ti; Sn; Zr; Te; Cr; Mo; Pt; Ru	10^{-7}
K; Cs; Ba; Zn; Cd; Y; Ce; Er; In; Ge; Pb; Hf; P; Se; Co; Ni; Os	10^{-8}
Na; Cu; Au; Al; La; Pr; As; Sb; Se; Br; I	10^{-9}
Tb; Yb; Tu; Ta; W	10^{-10}
Sm; Ho; In; Mn; Re	10^{-11}
Eu; Dy	10^{-12}

3.3. Методы радиохимического анализа

3.3.1. Сокристаллизация

Сокристаллизация – это процесс соосаждения микрокомпонента с кристаллическими осадками, при котором микрокомпонент распределяется по всему объему твердой фазы, участвуя в построении кристаллической решетки макрокомпонента.

При этом образуются смешанные кристаллы (твердые растворы) – но это не механическая смесь ионов, атомов, молекул, а все они являются равноправными участниками в построении кристаллических решеток.



смешанный кристалл

В качестве макрокомпонента могут использоваться все виды носителей:

- 1) изотопные носители;
- 2) специфические неизотопные носители;
- 3) неспецифические неизотопные носители.

В зависимости от вида соосаждающихся компонентов различают:

- равновесные или гомогенные кристаллы;
- не равновесные или гетерогенные кристаллы.

Равновесные кристаллы - микрокомпонент равномерно распределен по всему объему макрокомпонента; к ним относятся изоморфные и изодиморфные кристаллы.

Неравновесные кристаллы – микрокомпонент неравномерно распределен по всему объему макрокомпонента, к ним относятся аномально-смешанные и при определенных условиях изоморфные и изодиморфные кристаллы.

Изоморфные вещества способны к совместной кристаллизации и образуют фазы переменного состава, которые называются твердыми растворами (смешанными кристаллами), что является основным признаком изоморфизма.

Под изоморфизмом понимаются свойства атомов, ионов, молекул замещать друг друга в кристаллах.

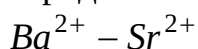
Признаки изоморфизма:

1) сокристаллизующиеся элементы должны обладать подобными кристаллическими структурами $a \approx a'$, $b \approx b'$, $c \approx c'$,

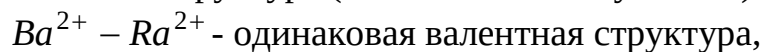
2) близкие ионные радиусы:

$$\begin{cases} \text{Zr}^{4+} - R \approx 0,82 \text{ \AA}^0 \\ \text{Hf}^{4+} - R \approx 0,82 \text{ \AA}^0 \end{cases}, \begin{cases} \text{Ra}^{2+} - R \approx 1,44 \text{ \AA}^0 \\ \text{Ba}^{2+} - R \approx 1,38 \text{ \AA}^0 \end{cases}$$

3) одинаковая величина и знак заряда



4) подобная валентная структура (не обязательные условия):



1,2,3 – обязательные условия для изоморфной сокристаллизации,

4 – не обязательные условия для изоморфной сокристаллизации.

При изоморфизме сокристаллизующиеся элементы замещают друг друга ион на ион, атом на атом.

Изодиморфизм (принудительный изоморфизм) – изодиморфными являются вещества, одно из которых имеет неустойчивую форму, изоструктурную другому веществу, т.е. в этом случае два вещества по отдельности кристаллизуются в различных кристаллических модификациях, а при совместном присутствии способны давать смешанные кристаллы.

Примеры изодиморфных кристаллов:

$\frac{FeSO_4 \cdot 7H_2O}{\text{макро}} - 10,8^{\circ}C \div 56^{\circ}C$ – устойчивая структура кристалла ,

$\frac{MnSO_4 \cdot 7H_2O}{\text{микро}} - 10,8^{\circ}C \div 56^{\circ}C$ – неустойчивая структура кристалла

$FeSO_4 \cdot 7H_2O - MnSO_4 \cdot 7H_2O$

изодиморфный кристал (устойчивая структура) ,

$\frac{MnSO_4 \cdot 5H_2O}{\text{макро}} - 11,4^{\circ}C \div 86^{\circ}C$ – устойчивая структура кристалла ,

$\frac{FeSO_4 \cdot 5H_2O}{\text{микро}} - 11,4^{\circ}C \div 86^{\circ}C$ – неустойчивая структура кристалла

$MnSO_4 \cdot 5H_2O - FeSO_4 \cdot 5H_2O$

изодиморфный кристал (устойчивая структура) .

Изоморфное соосаждение имеет место при использовании специфических не изотопных носителей.

Аномально смешанные кристаллы (АСК) – это смешанные кристаллы, образующиеся компонентами, отличающиеся по химическим и кристаллическим свойствам.

Условия образования АСК:

- однотипность химических связей обоих компонентов (для катионов соединение с одним и тем же анионом),
- близость молекулярных объемов обоих компонентов или трехмерное сходство элементарных кристаллических ячеек (кристаллографическая аналогия),
- 2-мерное подобие кристаллических структур микро и макрокомпонента.

При образовании АСК имеет место нижняя границы смешиваемости НГС.

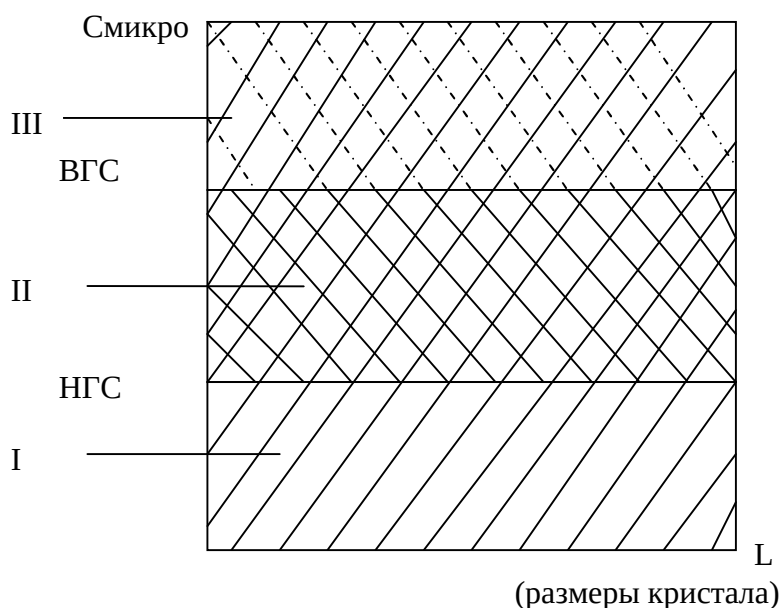


Рисунок 3.11. Распределение микрокомпонента между НГС и ВГС

НГС - нижняя граница смешиваемости, концентрация микрокомпонента при которой уже образуются смешанные кристаллы.

ВГС - верхняя граница смешиваемости, концентрация микрокомпонента при которой еще образуются смешанные кристаллы.

I – монокристаллы макрокомпонента,

II – смешанные кристаллы микро- и макрокомпонента,

III – самостоятельные кристаллы микро- и макрокомпонента.

Установлено:

- при отсутствии НГС и ВГС микро- и макрокомпонент образует смешанные кристаллы в любых соотношениях,

- если существует НГС, то сокристаллизацией не возможно выделить любые малые количества микрокомпонента.

Равновесное (гомогенное) распределение. Закон Хлопина – в этом случае концентрация микрокомпонента одинакова во всех точках объема твердой фазы. Равновесие (гомогенное) распределение микрокомпонента в смешанном кристалле подчиняется закону Хлопина.

«Если два вещества являются изоморфными или изодиморфными и концентрация одного из них мала, то распределение микрокомпонента между кристаллической фазой и раствором при постоянной температуре ($T=const$) и давлении ($P=const$) характеризуется постоянной величиной и не зависит от количественного соотношения фаз».

$$\frac{x}{y} = D \frac{x_0 - x}{y_0 - y} \quad (3.11)$$

где x_0 (или a) и x – количества микрокомпонента в системе и в кристаллах;

y_0 (или b) и y – количества макрокомпонента в системе и в кристаллах;

D – коэффициент кристаллизации.

$D = Ka \frac{b-y}{y}$ - в широком интервале концентрации величина постоянная.

$Ka = \frac{x}{a-x}$ - коэффициент распределения микрокомпонента.

$k_b = \frac{y}{b-y}$ - коэффициент распределения макрокомпонента, то

$$Ka = Dk_b \text{ или } D = \frac{Ka}{k_b} \quad (3.12.)$$

Отсюда:

1) При $D > 1$ – твердая фаза обогащается микрокомпонента;

2) При $D = 1$ – микрокомпонент равномерно распределен между осадком и раствором;

3) При $D < 1$ происходит обогащение микрокомпонента раствором.

Закон Хлопина справедлив при следующих условиях:

1) между раствором и осадком должно соблюдаться истинное термодинамическое равновесие;

2) процесс сокристаллизации должен протекать при неизменном составе фаз, отсутствует диссоциация и ассоциация, компоненты не меняют своего состояния и валентные формы;

3) молекулярное состояние микрокомпонента в обеих фазах одинаково.

4) осадок представляет собой изоморфные и изодиморфные смешанные кристаллы.

По величине D можно определить характер сокристаллизации:

1) При $D = \text{const}$ в широких пределах изменяется концентрация микрокомпонента – система соответствует ионно-смешанным кристаллам.

2) Если при уменьшении концентрации микрокомпонента, величина D уменьшается и стремится к нулю – система соответствует аномально-смешанным кристаллам.

3) Если при увеличении концентрации микрокомпонента, величина D уменьшается и стремится к нулю – система соответствует внутриадсорбционным соединениям.

Неравновесное (гетерогенное) распределение микрокомпонента при сокристаллизации. Закон Дернера-Госкинса

Характер распределения микрокомпонента в осадке макрокомпонента при осаждении последнего из раствора, содержащего микрокомпонент, зависит от кинетики образования осадка макрокомпонента и захвата им микрокомпонента при зарождении центров кристаллизации в процессе роста кристаллов и их перекристаллизации. При медленной кристаллизации осадка из насыщенного раствора макрокомпонента, содержащего микрокомпонент, в каждый момент времени может устанавливаться равновесие между поверхностным слоем кристаллов и раствором. Так как концентрация микрокомпонента в растворе непрерывно меняется, кристалл имеет луковичное распределение микрокомпонента.

Этот процесс для микрослоя кристалла описывается уравнением Дернера-Госкинса:

$$\ln \frac{x}{a-x} = \lambda \ln \frac{y}{b-y}, \quad (3.13)$$

Уравнение получено и выражает так называемое логарифмическое правило, распределения микрокомпонента в кристаллах макрокомпонента: *логарифм отношения концентрации микрокомпонента в растворе до кристаллизации к его концентрации в растворе после кристаллизации, деленный на логарифм отношения концентрации макрокомпонента в растворе до кристаллизации к его концентрации в растворе после кристаллизации, есть величина постоянная.*

Из уравнения следует:

1) При $\lambda > 1$ концентрация микрокомпонента в кристаллах непрерывно убывает от центра кристалла к периферии.

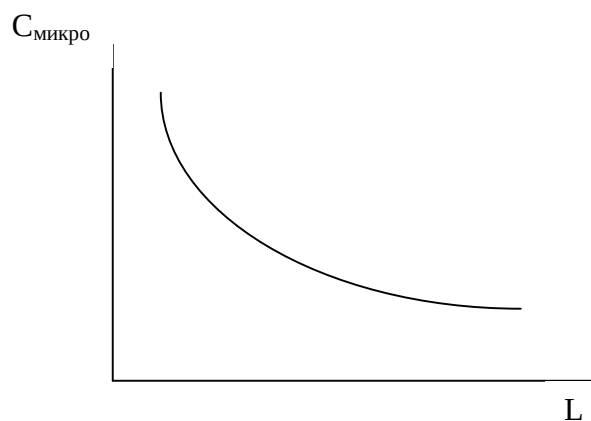


Рисунок 3.12. Кривая распределения микрокомпонента в кристаллах

2) При $k < 1$ концентрация микрокомпонента возрастает от центра кристалла к периферии.

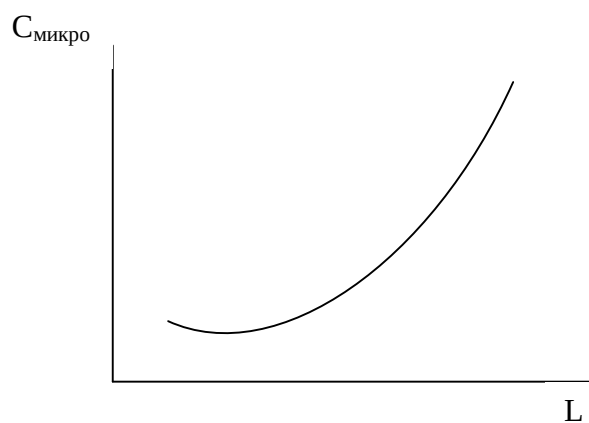


Рисунок 3.13. Кривая распределения микрокомпонента в кристаллах

3) При $k = 1$ - возможно образование равновесных кристаллов.

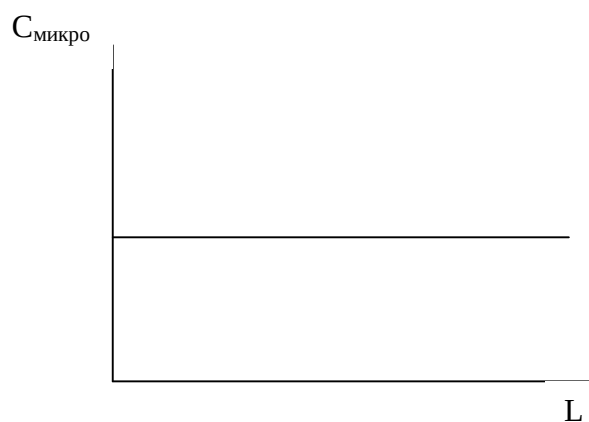


Рисунок 3.14. Зависимость распределения микрокомпонента в кристаллах

3.3.2. Адсорбция

Адсорбция – это процесс распределения радионуклидов между поверхностью твердой фазы и раствором.

Все адсорбционные процессы классифицируются по различным признакам:

- по природе адсорбционных частиц различают молекулярную и ионную адсорбцию.

- по характеру адсорбента различают адсорбцию на ионных (гетерогенных) кристаллах, на аморфных осадках и коллоидах.

Правила Фаянса – Панета: «Радиоактивный элемент находящийся в растворе в виде катиона, тем сильнее адсорбируется выделяющимся или заранее образованным осадком, чем меньше растворимо соединение, которое образует с анионом осадок»

Первичная обменная адсорбция – это процесс переноса ионов из раствора к кристаллу и осаждение их на поверхности кристалла в результате обменного вытеснения ионов с поверхностных слоев осадка

Первичная потенциал образующая адсорбция – это процесс переноса ионов из раствора и осаждения их на поверхности кристалла в результате взаимодействия ионов с электрически ненасыщенной поверхностью

Вторичная адсорбция – процесс переноса ионов из раствора на внешнюю обкладку двойного электрического слоя. Ионы внешней обкладки двойного электрического слоя сравнительно прочно связаны с поверхностью кристалла, однако они способны обмениваться с одноименно заряженными ионами раствора

При первичной адсорбции поглощенные ионы входят в состав кристаллической решетки и удерживаются на поверхности осадка. При вторичной адсорбции поглощенные ионы не входят в состав кристаллической решетки, а удерживаются в прилегающем к кристаллу тонком слое раствора.

Величина потенциообразующих ионов влияет на адсорбционную способность поверхности осадка.

Увеличение потенциала вызывает повышенную адсорбцию ионов противоположного знака заряда на внешней обкладке двойного электрического слоя по механизму вторичной адсорбции. Коэффициент адсорбции $k_{ад}$ обратно пропорционально содержанию посторонних ионов в растворе:

$$k_{ад} = B \frac{1}{K_2 \cdot C_2} \quad (3.14.)$$

где B - при условии постоянства C ; $\Delta V, G_u$.

Дополнительное введение в систему раствора какого либо электролита понижает величину адсорбции r_n .

Влияние посторонних ионов усиливается с увеличением их заряда, а их введение в систему понижает вторичную адсорбцию.

На этом свойство основано применение в РХА удерживающих носителей.

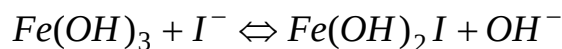
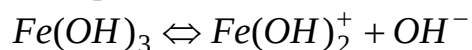
Применение неизотопных неспецифических носителей обусловлено адсорбцией r_n на образующихся аморфных и коллоидных осадках. Ионообменная адсорбция протекает между ионами r_n а и собственными потенциаллообразующими ионами.

Особенности:

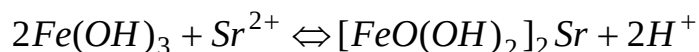
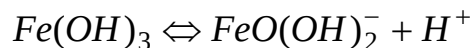
- неустойчивое состояние осадка по сравнению с ионами кристалла.
- ионы внешней обкладки сравнительно легко отмываются.
- наиболее прочно адсорбируются ионы образующие трудно растворимые гидроксиды, ПАВы и диффундирующие в глубь осадка.
- наблюдается хемосорбция, молекулярная адсорбция и специфический ионный обмен.

Обменные реакции между ионами р\п и осадка протекают как с участием катионов так и анионов. Этот процесс зависит от рН.

А) При рН<4 (в кислой среде)



б) При рН>4 (в щелочной среде)



При рН=7 в отсутствии заряда на поверхности осадка достигнуто количественное выделение радионуклиды.

В табл.3.3 приведены значения процента извлечения радионуклидов на осадке Fe(OH)₃ при концентрации ионов железа 30-100 мг\дм³.

Таблица 3.3. Процента извлечения радионуклидов на осадке Fe(OH)₃

Радионуклиды	рН начальная	рН конечная	% извлечения	
			средний	интервал
Cs ¹³⁷ +Ba ¹³⁷	7,5-7,8	6,5-7,8	0,5	0-37
Sr ⁹⁰	7,7	7,5-8	3	0-13
Y ⁹¹	8,1	7,8-10,2	92	56-99
Ba ¹⁴⁰ +La ¹⁴⁰	7,4-7,6	7,2-8,2	59	1-84
Zr ⁹⁵ +Nb ⁹⁵	7,4-7,6	6,4-7,9	80	56-99
Mo ⁹⁹	7,6	7-8,2	10	0,6
I ¹³¹	7,6	7,2-7,8	20	0,44
Продукты деления	8,2	-	55	51-99

3.3.3. Экстракция

Экстракция – это процесс распределение вещества между двумя несмешивающимися растворителями (фазами, жидкостями).

Экстрагент – органическое вещество, образующее с извлекаемым элементом соединение, растворимое в органической фазе. Экстрагентами могут быть органические кислоты, спирты, эфиры, кетоны, амины и др. практически не растворимые в водной среде.

Реагент – составная часть экстрагента, химически взаимодействующая с извлекаемым элементом.

Экстракт и рафинат – соответственно органическая и водная фазы после экстракции.

Реэкстракция – процесс обратного извлечения вещества из экстракта (обычно в водную фазу).

Реэкстрагент – раствор (обычно водный или чистая вода) используемый для извлечения вещества из экстракта

Реэкстракт – водная фаза, полученная после реэкстракции, т.е. после извлечения металла из экстракта в водный раствор.

Промывка – процесс удаления примесей из отделенной фазы, содержащее основное вещество (т.е. из экстракта или реэкстракта).

Промывной раствор – водный или органический раствор используемый для промывки.

Высаливатель – неорганическое вещество (обычно электролит), улучшающее экстракцию вещество, добавление которого способствует образованию экстрагируемого соединения в водной фазе. В большинстве случаев это неэкстрагируемые соли, содержащие одноименный противоион, входящий в состав соединения извлекаемого металла. Добавление в водный раствор высаливателя способствует образованию лучше экстрагируемых недиссоциированных молекул или приводит к образованию экстрагируемых комплексов.

Разбавитель – «инертное» органическое жидкое вещество, не смешивающееся с водой, служащее растворителем экстрагента применяемый для улучшения условий расслоения фаз и уменьшения вязкости реагента. Распространенные разбавители – керосин, ксилол, уайт-спирит и др. Благодаря применению разбавителя можно использовать твердые экстрагенты или улучшить физические характеристики жидких экстрагентов (вязкость, плотность). Разбавитель большей частью химически не взаимодействует с извлекаемым металлом и экстрагентом (отсюда часто используемый термин «инертный разбавитель»), но он существенно влияет на показатели экстракции (извлечение, избирательность и др.).

Экстрагент должен обладать хорошей экстракционной способностью и селективностью по отношению к извлекаемому элементу, малой растворимостью в воде, водных растворах кислот и щелочей (высокая растворимость ведет к значительным потерям экстрагента).

Важным условием осуществление процесса экстракции является практическая нерастворимость органической и водной фаз друг в друге.

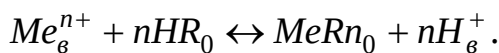
Любую экстракционную систему характеризует *коэффициент распределения* D исследуемого вещества между двумя фазами, определяемый как отношение равновесных концентраций вещества в органической и водной фазах:

$$D = \frac{C_o}{C_b} \quad (3.15)$$

C - одна из форм существования вещества.

$$P_1 = \frac{[I_2]_o}{[I_2]_b}; P_2 = \frac{[I^-]_o}{[I^-]_b}; P_3 = \frac{[IO_3^-]_o}{[IO_3^-]_b}; P_4 = \frac{[IO_4^-]_o}{[IO_4^-]_b}.$$

Константа экстракции $K_{эк}$



$$K_{эк} = \frac{[MeRn]_0 \cdot [H^+]_b^n}{[Me^{n+}]_b \cdot [HR]_b^n} \text{ или } K_{эк} = D \frac{[H^+]_b^n}{[HR]_b^n}, \quad (3.16)$$

$$D = \frac{[MeRn]_0}{[Me^{n+}]_b}. \quad (3.17)$$

Фактор разделения (коэффициент разделения) b

$$\beta_1 = \frac{D_2}{D_1} \text{ или } \beta_2 = \frac{D_1}{D_2}. \quad (3.18)$$

Разделение компонентов возможно при $b \neq 1$.

Эффективность и избирательность.

Эффективность экстракции $R(\%)$:

$$R(\%) = \frac{100 \cdot D}{D + \frac{V_B}{V_0}}, \quad (3.19)$$

где V_B , V_0 – объемы водной и органической фазы.

По типу применяемых экстрагентов экстракционные процессы можно классифицировать на три основные группы:

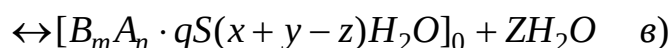
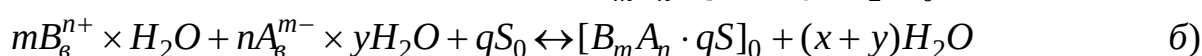
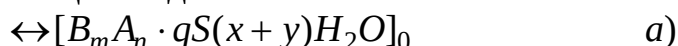
1) экстракция нейтральными экстрагентами, основанная на физическом распределении экстрагируемого вещества между фазами;

2) анионообменная экстракция, основанная на образовании соли экстрагируемого катиона с анионом экстрагента (экстракция кислыми экстрагентами);

3) катионообменная экстракция, основанная на образовании соли экстрагируемого аниона с катионом экстрагента (экстракция основными экстрагентами).

Экстракция нейтральными экстрагентами

Реакция экстрагирования в общем виде:



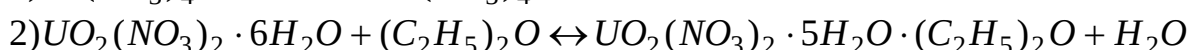
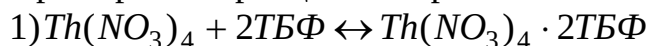
Расчет константы экстракции [вариант в)]

$$K_{эк} = \frac{[B_m A_n \cdot qS(x+y-z)H_2O]_0 \cdot [H_2O]^z}{[B^{n+}]_b^m [A^{m-}]_b^n \cdot [S]_0^q \cdot [H_2O]_b^{(x+y)}} \quad (3.20)$$

$$K_{эк} = D \frac{[H_2O]^z}{[A^{m-}]_b^n \cdot [S]_0^q \cdot [H_2O]_b^{(x+y)}} \quad \text{или} \quad D = k_{эк} \frac{[A^{m-}]_b^n \cdot [S]_0^q \cdot [H_2O]_b^{x+y}}{[H_2O]^z}$$

$$D = k_{эк} [A^{m-}]_b^n \cdot [S]_0^q \cdot [H_2O]_b^{(x+y-z)} \quad (3.21)$$

Примеры экстракции нейтральными экстрагентами:



Экстракция кислыми экстрагентами.

Общий вид экстракции кислыми экстрагентами:



$$D = K \frac{[HR]^{n+q}}{[H^+]_b^n} \quad (3.22)$$

Экстракция внутрикомплексных соединений – осуществляется по механизму экстракции кислых реагентов. Распространенные экстрагенты: ацетилацетон (АА); 8 - оксихинолин (оксин); теноилтрифторацетон (ТТА); купферон.

Преимущество экстракции внутрикомплексных соединений состоит в возможности экстракции из водных растворов, не содержащих высаливатель, что решает проблему концентрирования и захоронения РАО.

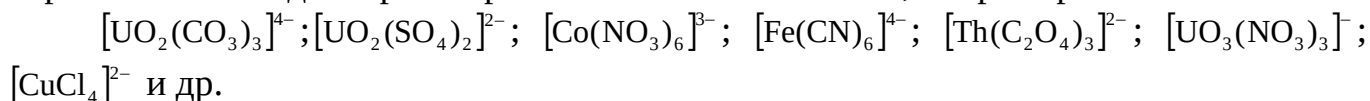
Существенным недостатком этого метода является малая скорость образования хелатов.

Экстракция аминами

Основными экстрагентами являются органические основания и их соли. Это как правило алифатические (ациклические) первичные, вторичные и третичные

амины ($R-NH_3$, $R=NH$, $R\equiv N$), их соли а также четвертичные аммониевые основания $\equiv N^+ - OH^-$.

Аминная экстракция эффективна для разделения ионов металлов, способных к образованию в водных растворах анионных комплексов, например:



Экстракция кислот

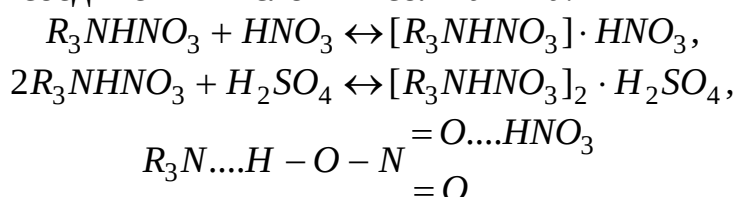
А) Реакция нейтрализации



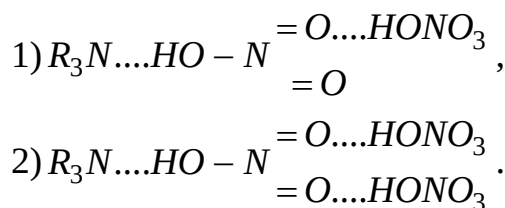
$$K_{\text{экс}} = \frac{[(RN...H)_n A]_0}{[H^+]_b^n \cdot [A^{n-}]_b} \quad (3.23)$$

$$D = K_{\text{экс}} [H^+]_b \cdot [R_3N]_o \quad (3.24)$$

Б) Реакция присоединения кислоты к соли амина:



Считают, что при экстракции кислот солями аминов образуются продукты присоединения:

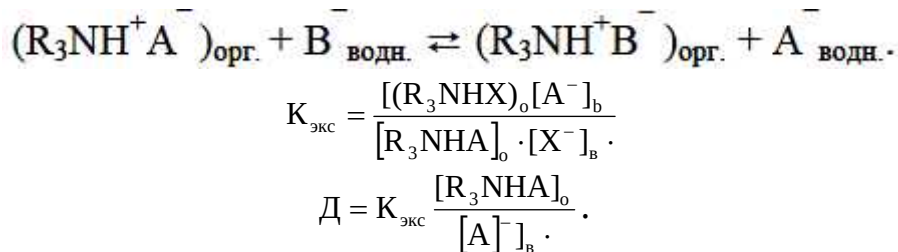


При диссоциации подобных соединений образуются сложные анионы состава:



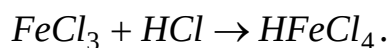
В) Реакция анионного обмена.

Константы образования солей с одинаковыми анионами зависят от используемого амина и вида разбавителя. Образовавшаяся алкил-аммониевая соль, находящаяся в органической фазе, при экстракции может обмениваться анионами с водной фазой:

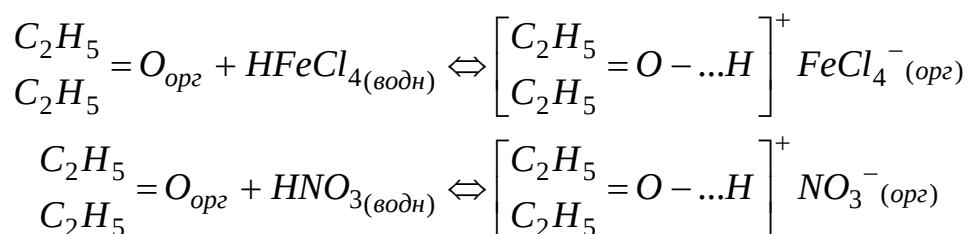


Экстракция оксониевыми соединениями

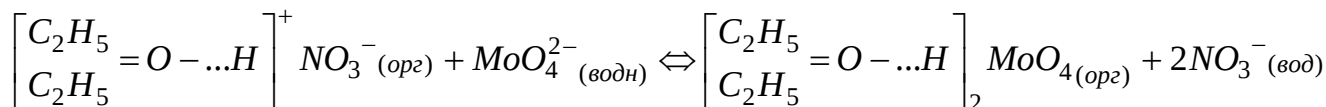
Комплексные и минеральные кислоты способны к образованию оксониевых соединений: к ним относят - $HFeCl_4$; $HAuCl_4$; $HSbCl_6$; HNO_3 и др.



А) Экстракция кислот в виде оксониевых соединений диэтиловым эфиром:



Б) Экстракция кислот (анионов) по механизму анионного обмена:



Факторы влияющие на эффективность экстракции

а) Влияние pH и концентрации экстракционного реагента

При экстракции кислыми экстрагентами

$$D = K_{экс} \frac{[HR]_o^{p+q}}{[H^+]_в^p} \quad (3.25)$$

в) влияние посторонних примесей (высаливателей)

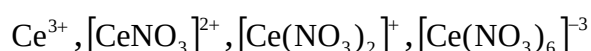
Таблица 3.4 – Зависимость коэффициента распределения уранилнитрата от природы высаливателей (нитратов)

Катион нитрата	Радиус иона, Å ⁰	Коэффициент D при C г-ион/л		
		1,88	4,37	5,51
Li ⁺	0,78	0,13	6,41	11,05
Na ⁺	0,98	0,08	0,71	2,38
K ⁺	1,33	0,03	-	-
NH ₄ ⁺	1,43	0,03	0,21	0,42
Mg ²⁺	0,78	0,12	3,2 [*]	-
Ca ²⁺	1,06	0,07	0,6 [*]	-
Sr ²⁺	1,27	0,04	0,31 [*]	-

г) Влияние комплексообразователей.

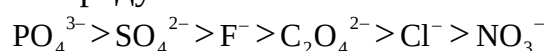
Присутствие комплексообразователей оказывает существенное влияние на коэффициент распределения.

Например:



Ионы различной величины и знака заряда. При экстракции UO₂(NO₃) на коэффициент D оказывают влияние анионы минеральных кислот.

Влияние уменьшается в ряду:



Степень влияния анионитов увеличивается с ростом их концентрации.

3.3.4. Хроматография

Хроматография – это физико-химический метод разделения и анализа смесей газов, паров, жидкостей или растворенных веществ сорбционными методами в динамических условиях. Она основана на различном распределении компонентов смеси между двумя фазами – неподвижной и подвижной (мигрирующей) содержащий распределяемый компонент с большой поверхностью контакта.

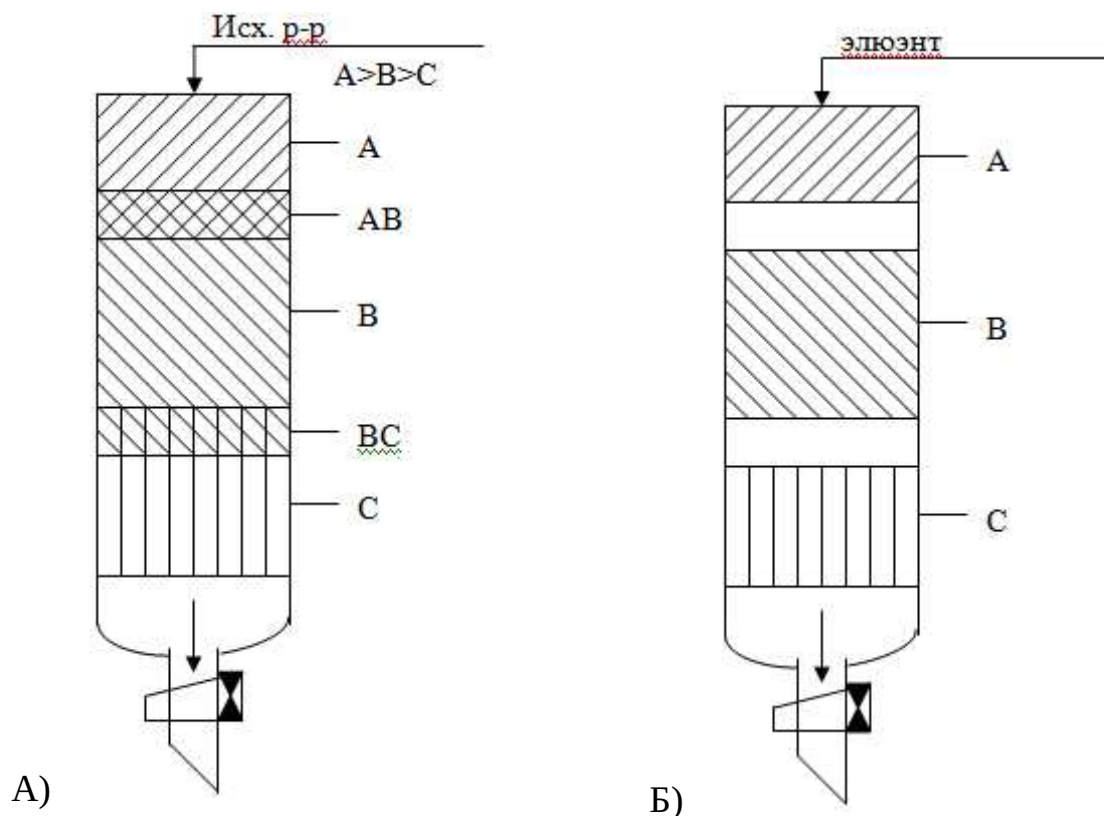


Рис. 3.15 Первичная и вторичная хроматограммы

Образование зон в хроматографической колонке обусловлено многокомпонентным повторением актов сорбция-десорбция компонентов в системе сорбент-раствор.

В соответствии с природой адсорбционно-десорбционного процесса, определяемой свойствами компонентов смеси и типом адсорбента, различают адсорбционную, ионообменную, распределительную и осадочную хроматографию.

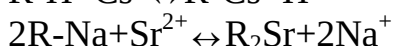
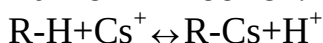
Адсорбционная хроматография основана на различии межмолекулярных сил, действующих между разными компонентами смеси и данными адсорбентом.

Ионообменная хроматография основана на различии констант ионообменного равновесия между ионами находящимися в растворе и в фазе ионита.

Процессы обмена между подвижной жидкой (водной) фазой разделяемых компонентов и сорбентом (неподвижной фазой) обуславливает разделение ионов в порядке уменьшения коэффициентов ионного обмена.

Схематично ионный обмен можно представить:

Катионный обмен:

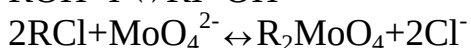
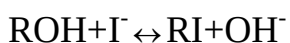


$$K_{1,2} = \frac{[RCs] \cdot [H^+]}{[RH] \cdot [Cs^+]}; \quad (3.25)$$

$$K_{1,2} = \frac{[R_2Sr] \cdot [Na^+]}{[RNa]^2 \cdot [Sr^{2+}]}; \quad (3.26)$$

$$K_2 > K_1$$

Анионный обмен:



$$K_1^1 = \frac{[RI] \cdot [OH^-]}{[ROH] \cdot [I^-]}; \quad (3.27)$$

$$K_2^1 = \frac{[R_2MoO_4] \cdot [Cl^-]^2}{[RCl]^2 \cdot [MoO_4^{2-}]}; \quad (3.28)$$

$$K_2^1 > K_1^1$$

В ионообменной хроматографии при ее осуществлении используют фронтальный или элюентный метод.

Распределительная (жидкостная, экстракционная) хроматография основана на различиях в коэффициентах распределения разделяемых веществ.

Неподвижная фаза –экстрагент.

Подвижная фаза – водный раствор разделяемых веществ.

Неподвижная фаза (экстрагент) – на поверхности и в порах твердого дисперсного (инертного) носителя.

Требования к носителям:

- прочно удерживать на своей поверхности и в порах неподвижную фазу (экстрагент);

- быть инертной (на поверхности не должны протекать никакие химические реакции и адсорбционные процессы);

- не растворим в растворителях и растворах;

- силикагель, целлюлозу, тальк, фторпласт, бумагу, крахмал и т.п.

В качестве неподвижной фазы (экстрагента) используют:

- нафтеновые кислоты, трибутилфосфат, изомилацетат, ТГА в растворе бензола, ТОА, циклогексанол, алкилфосфорные кислоты и др.

Принцип осуществления

1. Колонна заполняется инертным наполнителем (носитель) в виде мелкой стружки или зерен;

2. Наполняют весь объем колонны экстрагентом;

3. Выдерживают установленное время;

4. Экстрагент отмывается водой (обессоленной);

5. После отмывки вода остается в колонне;

6. Через колонну пропускают раствор с разделяемыми компонентами (например А,В,С).

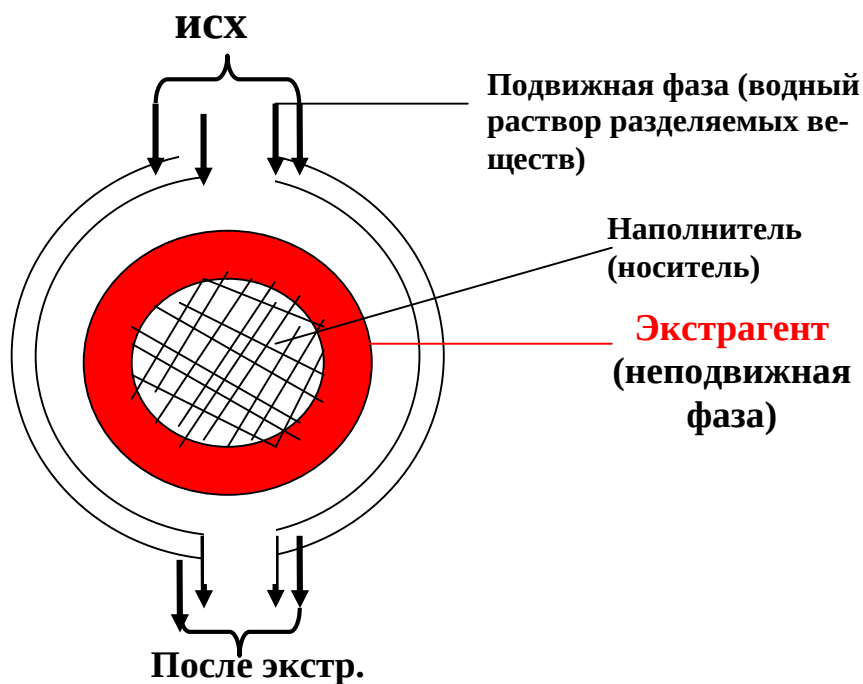


Рисунок 3.16. Распределение р/н в фазах при экстракции

Раствор с компонентами А; В; С.

Д- коэффициент распределения при экстракции. $D_A > D_B > D_C$.

$$D = \frac{C_n}{C_p}, \quad (3.29)$$

где C_n и C_p – равновесные концентрации компонента в неподвижной и подвижной фазах.

Исх. раствор (А+В+С)

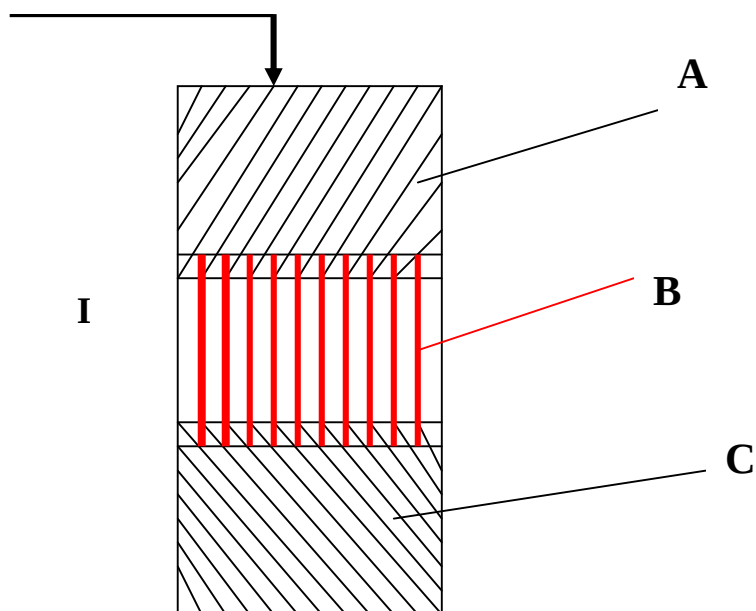


Рисунок 3.17. Формирование зон хроматограммы

I - непроявленная хроматограмма компонентов А, В, С.

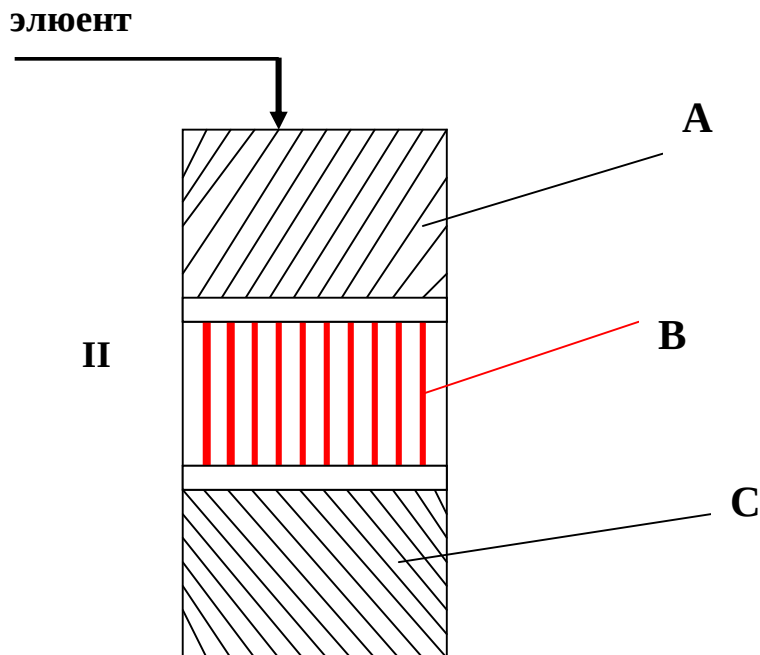


Рисунок 3.18. Формирование зон при рекстракции:
 П - элюирование (реэкстракция) компонентов А, В, С

В качестве элюентов используют такие же растворы как и при осуществлении процессов рекстракции в экстракционных методах выделения и разделения. Выбор элюента зависит от применяемого экстрагента (нейтральные, кислые или основные экстрагенты).

Осадочная хроматография заключается в разделении смеси веществ, образующих различные по степени растворимости осадки с одним и тем же осадителем.

Процессы образования малорастворимых осадков и закрепление (фиксация) их в месте выпадения обуславливают разделение веществ в порядке увеличения растворимости этих осадков.

По способу оформления различают:

- осадочная хроматография на колонках;
- осадочная хроматография на бумаге;
- тонкослойная осадочная хроматография.

В РХА используют осадочную хроматографию на колонках.

Принцип осуществления:

1. Колонку заполняют осадителем (твердым или жидким);

- твердые в виде зерен 0,02...0,1 мм,
- жидкие осадители закрепляются за зернами инертных носителей (путем пропитки).

2. Пропускают через колонку анализируемый раствор (например А и В).

3. Элюирование компонентов.

В качестве осадителей используют:

- твердые неорганические труднорастворимые соединения, способные осаждать на своей поверхности компоненты анализируемого раствора,
- жидкие органические и неорганические вещества образующие труднорастворимые осадки с компонентами анализируемого раствора.

Распределение осадков (зон) вниз по колонке определяется отношением Пр-осадков (1).

$$\frac{[A^{n+}]}{[B^{m+}]} = \frac{(\text{ПрАкRn})}{(\text{ПрВкRm})} \quad (3.30)$$

где $[A^{n+}]$ и $[B^{m+}]$ – молярные концентрации катионов А и В.
 n^{+} - заряд катиона, образующего менее растворимый осадок,
 m^{+} - заряд катиона, образующего более растворимый осадок.

Раствор (А+В)

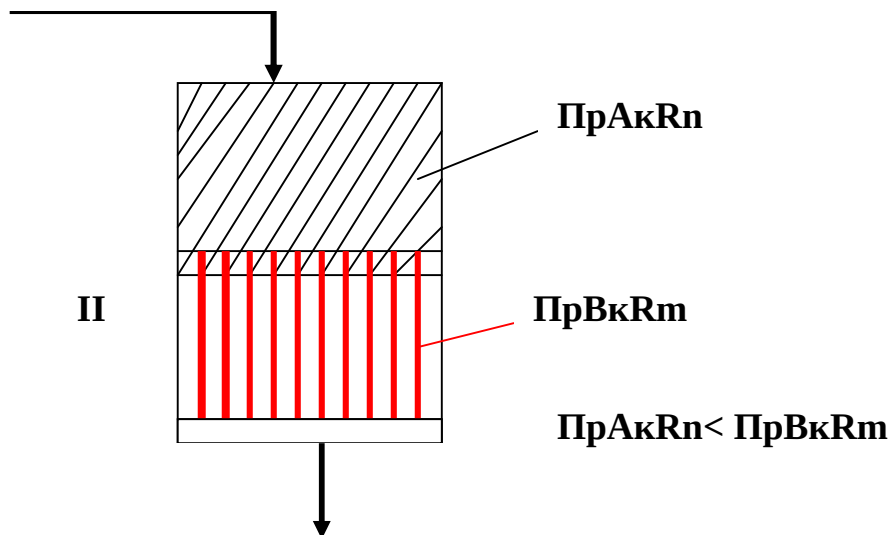
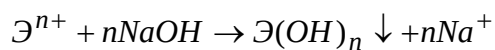


Рисунок 3.19. Формирование зон при хроматографии

Например: В растворе смесь катионов Fe^{3+} ; Cu^{2+} ; Co^{2+} ; Ag^{+} . Колонка заполнена Al_2O_3 пропитанная $NaOH$ концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$. Реакция образования гидроксидов на Al_2O_3 :



$$\text{Пр}_{Fe(OH)_3} = 3,2 \cdot 10^{-38}$$

$$\text{Пр}_{Cu(OH)_2} = 5,6 \cdot 10^{-20}$$

$$\text{Пр}_{Co(OH)_2} = 2,0 \cdot 10^{-11}$$

$$\text{Пр}_{AgOH} = 2 \cdot 10^{-8}$$

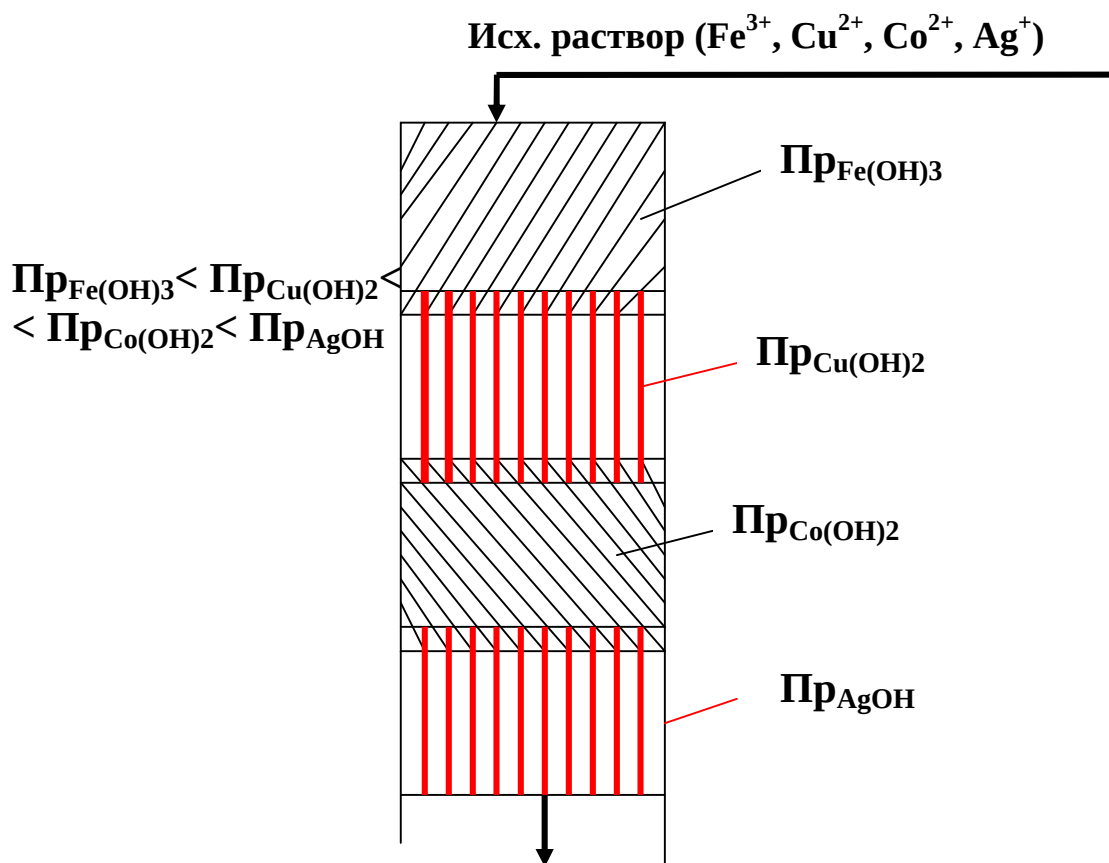


Рисунок 3.20 Формирование зон при хроматографии

Количественное определение ионов методов осадочной хроматографии основано на прямолинейной зависимости между количеством хроматографируемого вещества и размером зоны. Ширина зоны (X) определяется (3.31.):

$$X = \frac{C_0 V}{N_0} \quad (3.31)$$

где C_0 - концентрация компонента в исходном растворе г-экв/дм³;

V - объем анализируемого объекта, дм³;

N_0 - емкость осаждения на единицу длины колонки, г-экв/см.

Ширины зоны может быть определена по характерной окраски или после введения индикаторов – проявителей.

При определении ширины зоны осадка гамма-активных радионуклидов используют полный обсчет по длине колонки с помощью коллимированного детектора (счетчика).

3.3.5. Электрохимия

Электрохимические процессы – это процессы превращения веществ на границе раздела фаз: проводник электрического тока первого рода (металл) – проводник электрического тока второго рода (раствор), происходящее с участием свободных электронов.

Особенности электрохимии радиоактивных элементов связаны с ультрамалыми концентрациями их в растворе.

В ультраразбавленных растворах необходимо учитывать:

- возможность образования радиоколлоидов и псевдорadioколлоидов;

- адсорбционные явления на стенках сосудов и электродах;
- взаимодействие ионов радионуклида с другими ионами и растворителем (из простых ионов могут образоваться комплексные).

В электродных процессах при концентрациях ниже 10^{-6} моль/дм³ в 1 мл содержится 10^{-9} моля вещества, а поверхность 1 см² электрода вмещает 10^{-8} - 10^{-9} г-атомов металла.

Скачок потенциала металл-раствор при таких концентрациях как правило ниже скачка потенциала металл – раствор молекулярного кислорода и других примесей.

В этих условиях потенциал выделения радионуклида не может быть определен обычным методом снятия поляризационной кривой плотность тока- напряжение.

В растворах с большой объемной активностью электродные процессы не будут соответствовать процессам описанным уравнением Нернста по причине:

- воздействия собственного излучения на электроды;
- нарушения процессов превращения веществ на границе раздела фаз: - проводник электрического тока первого рода (металл) - проводник электрического тока второго рода (раствор), происходящее с участием свободных электронов.

Применимость закона Нернста для ультраразбавленных растворов

Уравнение Нернста дает зависимость электродного потенциала от термодинамической активности ионов в растворе и осажденного элемента на электроде:

$$V = V_0 + \frac{RT}{ZF} \ln \frac{a_1}{a_2} \quad (3.32)$$

где V – электродный потенциал на границе раздела фаз металл- раствор;

V_0 – нормальный потенциал раствора;

Z – заряд иона радиоактивного элемента;

F – число фарадея;

a_1 – термодинамическая активность ионов радионуклидов в растворе;

a_2 – термодинамическая активность ионов радионуклидов осажденного на электроде.

При высоких концентрациях раствора $a_2 = \text{const}$ и при стандартном состоянии $a_1 = 1$ тогда

$$V = V_0 + \frac{RT}{ZF} \ln a_1 \quad (3.33)$$

Для разбавленных растворов $a_1 = C$ тогда

$$V = V_0 + \frac{RT}{ZF} \ln C \quad (3.34)$$

Но $a_2 \neq \text{const}$ и зависимости (3.33) и (3.34) не будут соблюдаться.

Критерием применимости закона Нернста для ультраразбавленных растворов – совпадения величин полученных опытным путем и рассчитанных по уравнению Нернста:

$$V = V_0 + \frac{RT}{ZF} \ln \frac{\Delta a}{a_0 - \Delta a} \quad (3.35)$$

где a_0 - первоначальная термодинамическая активность рассматриваемых ионов в растворе;

Δa - убыль термодинамической активности ионов в растворе в результате осаждения на электроде;

$a_0 - \Delta a$ - термодинамическая активность ионов в растворе в данный момент времени.

Из (3.35) следует:

1. Критического потенциала как такового не существует. При каждом потенциале устанавливается равновесие между ионами в растворе и атомами на поверхности электрода.

2. Каждому потенциалу отвечает предельное количество осаждающегося элемента.

3. Потенциал осаждения половины ионов находящихся в растворе $Y_{1/2}$ не зависит от первоначальной концентрации ионов в растворе.

Процесс электрохимического осаждения зависит от соотношения энергии адсорбции ионов радионуклида на инородной поверхности электрода E_a и энергии их закрепления в собственной решетке E_p .

Различают три случая:

1. $E_a = E_p$. Уравнение Нернста соблюдается в начальной стадии, когда осаждение идет на наиболее активных центрах поверхности до установления равновесия. При достижении потенциала, когда на поверхности электрода будет разряжаться любой достигший его ион, тогда осаждение будет зависеть от скорости диффузии (рис. 3.21).

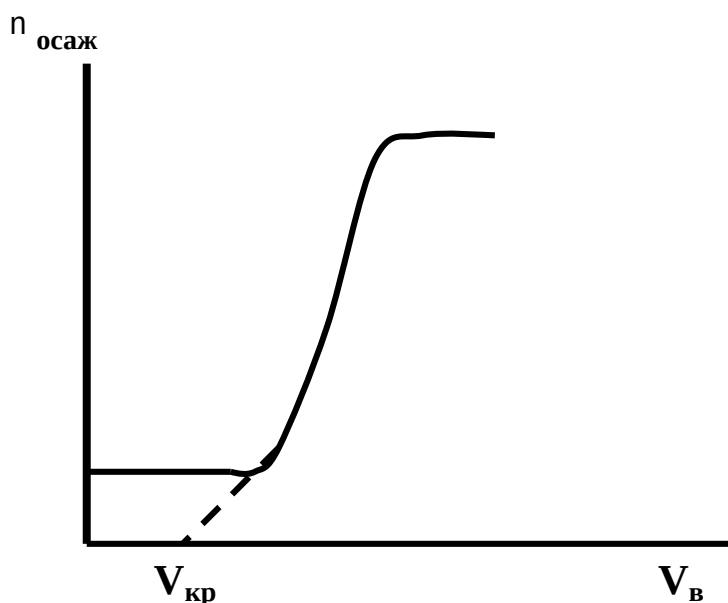


Рис. 3.21 Кривая осаждения нуклида (скорость осаждения – потенциал электрода)

Разряд иона и осаждение на активных центрах зависит только от потенциала нейтрализации ионов. $V_{\text{кр}}$ - критический потенциал означает начало нейтрализации и будет определяться потенциалом нейтрализации.

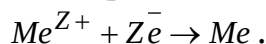
2. $E_a > E_p$. Для осаждения радионуклида из раствора на электроде необходим меньший потенциал, чем тот который соответствует из уравнения Нернста.

3. $E_a < E_p$. Потенциал осаждения радионуклида на электроде в этих условиях необходим больше, чем вычисленный из уравнения Нернста (необходимо перенапряжение).

Процесс электрохимического осаждения элемента на электроде включает три стадии:

1. дегидротация иона $[Me(H_2O)_n]^{Z+} \rightarrow Me^{Z+} + nH_2O$.

2. нейтрализация иона Me^{Z+} на поверхности электрода:



3. закрепление атомов металла на поверхности электрода. 1,2 стадии определяются природой иона Me^{Z+} , 3 стадия зависит от химической природы Me и материала электрода.

Электрохимическим методом можно:

- выделить радиоэлемент из раствора, не содержащий других радиоактивных примесей;
- выделить радионуклид из вещества мишени;
- разделить смеси 2-х или более радиоактивных элементов, как естественных так и искусственных.

Электрохимические методы выделения и разделения элементов на 2 группы:

- 1) Бестоковое осаждение;
- 2) Электродиализ.

Радиоактивные элементы могут быть выделены в виде металла на катоде и в виде окислов на аноде методом электролиза. Эффективность разделения и выход радиоактивных элементов зависит: от плотности тока, температуры раствора, состава электролита и материала электрода. Варьируя плотностью тока и видом электрода (материал из которого изготовлен электрод, в основном катод) можно при электролизе разделить все элементы.

3.4. Методы радиометрических измерений

Посредством радиохимических анализов определяется содержание радиоактивных элементов в различных пробах, а предшествующие анализам и завершающие анализы операции обязательно содержат в себе радиометрические измерения.

Основная цель радиометрических измерений – дать количественную оценку радиоактивным веществам, выделенным в результате проведения радиохимических анализов.

Измерение радиоактивности источников по альфа-, бета- или гамма-излучению является одной из основных и наиболее распространенных задач радиометрии.

Существует два метода измерения радиоактивности – абсолютный и относительный.

3.4.1. Абсолютный и относительный методы измерения радиоактивности

Абсолютный метод измерения радиоактивности – заключается в определении полного числа актов распадов, происходящих в радиоактивном источнике, по зарегистрированной на радиометрической установке скорости счета от этого источника. При переходе от скорости счета к абсолютной активности необходимо учитывать ряд эффектов, которые обусловлены параметрами выбранной радиометрической аппаратуры, взаимным расположением источника и детектора, свойствами измеряемого радиоактивного изотопа.

Относительный метод измерения радиоактивности – заключается в сравнении скорости счета от исследуемого источника со скоростью счета от эталонного источника, абсолютная активность которого известна.

3.4.2. Определение абсолютной радиоактивности препаратов методом фиксированного телесного угла

Метод предусматривает строго фиксированное положение исследуемого источника относительно счетчика. Сущность метода заключается в том, что по зарегистрированному числу бета-частиц попадающих в счетчик в определенном телесном угле, заданной геометрией измерения, определяется число частиц, испускаемое источником в полном телесном угле 4π . Связь между зарегистрированной скоростью счета от источника и его абсолютной активностью выражается зависимостью:

$$n_0 = A_{\text{abs}} \cdot \eta \quad (3.36)$$

где n_0 – истинная скорость счета от источника, имп/мин;

$\eta = 1/K_{\text{св}}$ – общий поправочный коэффициент, расп/мин.

$$\eta = \omega \varepsilon K_{\pi} K_o S_n S_q \rho \quad (3.37)$$

ω – поправка на геометрические условия измерения (на телесный угол);

ρ – поправка на схему распада измерения;

ε – поправка на эффективность регистрации излучения счетчиком;

K_{π} – поправка на поглощение излучения слоем отделяющей среды;

K_o – поправка на обратное отражение излучения от подложки;

S_n – поправка на самопоглощение излучения в источнике;

S_q – поправка на саморас рассеяние излучения в источнике.

Истинной скоростью счета считается скорость счета исправленная на просчеты и фон:

$$n_0 = n_{\Sigma} \rho(\tau_p) - n_{\Phi} \quad (3.38)$$

n_{Σ} – скорость счета зарегистрированная радиометрической установкой;

$\rho(\tau_p)$ – поправка на разрешающее время;

n_{Φ} – скорость счета от фона, имп/мин.

Абсолютная активность источника A_{abs} равна:

$$A_{\text{abs}} = \frac{n_{\Sigma} \rho(\tau_p) - n_{\Phi}}{\omega \varepsilon K_{\pi} K_o S_n S_q \rho}, \text{ расп/ед.вр.} \quad (3.39)$$

3.4.3. Определение радиоактивности методом полного телесного угла

Относительный метод основан на сравнении скорости счета импульсов при измерении эталонного препарата, активность которого известна.

Измерение эталона и препарата следует проверить с одинаковой точностью.

В процессе измерения исследуемого препарата и эталона необходимо соблюдение следующих условий:

$$1) n_n = n_{\text{эт}} \quad (3.40)$$

где n_n и $n_{\text{эт}}$ – соответственно коэффициенты регистрации радиометрической установки при измерении исследуемого препарата и эталона.

2) При выполнении условия (1) справедливо отношение

$$\frac{n_0}{n_{\text{эт}}} = \frac{A}{A_{\text{эт}}} \quad (3.41)$$

где n_0 и $n_{\text{эт}}$ – соответственно истинные скорости счета импульсов от исследуемого препарата и эталона;

A и $A_{\text{эт}}$ – соответственно активность исследуемого препарата и эталона. В этом случае активность препарата определяется как

$$A = \frac{n_0}{n_{\text{эт}}} \cdot A_{\text{эт}} \quad (3.42)$$

3) Учитывая известное соотношение между измерениями и истинными скоростями счета импульсов от радиоактивности выражение (3) будет иметь вид:

$$A = \frac{n_{\Sigma} p(tp) - n_{\phi}}{n_{\text{эм}} p(tp) - n_{\phi}} \cdot A_{\text{эм}} \quad (3.43)$$

Равенство выражения (3.40) будет иметь место при выполнении следующих условий:

- методика приготовления, геометрические размеры и форма одинаковы;
- энергетические спектры частиц (квантов) препарата и эталона, величина вводимых поправок из схемы распада радионуклидов должны быть одинаковыми (или очень близкими);
- препарат и эталон должны быть нанесены на идентичные подложки (материал, толщина);
- препарат и эталон должны измеряться на одной и той же радиометрической установке при одинаковых геометрических условиях.

3.4.4. Методы санитарно-дозиметрического контроля при работе с закрытыми радионуклидными источниками

Закрытые источники ИИ в условиях эксплуатации и износа, на которые они рассчитаны, не загрязняют радионуклидами окружающую рабочую и природную среду. Радиационная опасность при работах с закрытыми ИИ связана с возможностью только внешнего излучения, защита от которого сводиться к уменьшению дозы облучения до возможно низкого уровня.

Уменьшение дозы облучения возможно за счет:

- сокращения времени воздействия ИИ («защита временем»);
- увеличением расстояния от источника до рабочего персонала («защита расстоянием»);
- экранированием («защита экраном»);
- уменьшение активности (количества РВ) на рабочем месте.

Защита количеством – чем менее активно радиоактивное вещество, тем меньше доза достанется работникам

Защита временем - чем меньше время работы, тем меньшую дозу получит персонал. Находит широкое применение на практике – менее короткий рабочий день, ранние сроки выхода на пенсию, длительный отпуск.

Защита расстоянием – манипуляторы, дистанционное управление.

Защита экраном – плексиглас, стекло, алюминий – бета-излучение. Бетон – рентген-излучение. Нейтронное – вода. Гамма-излучение – свинец.

3.4.5. Методы приготовления радиоактивных препаратов

После радиохимического анализа получают препараты загрязненные радионуклидами, которые могут быть в трех агрегатных состояниях. Из полученных препаратов готовятся радиоактивные источники, которые подвергаются радиометрическим (спектрометрическим) измерениям.

Из твердых и жидких проб готовятся источники, характеризующиеся различной толщиной. Газообразные пробы обычно измеряются в виде объемных радиоактивных источников.

Для классификации источников альфа-, бета-излучения принимается их градация по толщине.

Для гамма-активных источников – градации по толщине нет, они готовятся в основном двух типов – жидкие и насыпные.

А. Приготовление альфа-активных источников

Для измерения радиоактивности по альфа-излучению готовят тонкие и толстые источники.

Тонкие альфа-источники – толщина не превышает $0,01 \text{ мг/см}^2$ (для альфа-частиц средне энергии).

При их изготовлении соблюдают следующие условия:

- раствор радиоактивного вещества должен содержать минимальное количество балластных солей и наноситься на подложку равномерным слоем;
- подложка не должна иметь выступов и канавок, в которых могут поглощаться альфа-частицы.

Существуют следующие методы приготовления тонких альфа источников:

- метод упаривания;
- электролитический метод;
- метод испарения в вакууме.

Наиболее простым и распространенным методом является – метод упаривания. В этом методе раствор на подложку наносится весовым или объемным способом.

При весовом методе – не заполненная пустая подложка взвешивается, и на нее наносится 1-2 капли радиоактивного раствора. Источник высушивается в сушильном шкафу при $80-120^\circ\text{C}$, затем подложка вновь взвешивается и по разности весов находится вес сухого остатка радиоактивного вещества.

При объемном методе приготовления источника на подложку наносится определенный объем ($0,05-0,5 \text{ мл}$) радиоактивного раствора с помощью микропипетки, затем источник высушивается в сушильном шкафу или под инфракрасной лампой.

При приготовлении тонких альфа-источников метод испарения в вакууме используют легколетучие соединения, содержащие альфа-активные изотопы. Путем подогрева альфа-активные изотопы возгоняются и конденсируются на охлажденной подложке, которая становится источником.

Толстыми альфа-активными источниками считаются источники у которых толщина превышает 25 мг/см^2 .

Толстые альфа-источники готовят путем прессования в виде стандартных источников или в виде насыпных источников различной формы и конфигурации.

а) Прессование источников – производится под давлением $7,84 \cdot 10^6 - 1,47 \cdot 10^7 \text{ Н/м}^2$ с помощью гидравлического пресса в специальных пресс-формах.

Приготовление источника – порошок с радионуклидом тщательно перемешивается с клеящим веществом и сушится. Точно отвешенное количество порошка прессуется. Полученный толстый альфа-активный источник в виде таблетки приклеивается к подложке и поступает на измерение радиоактивности.

б) Насыпные источники – готовятся в кюветах различной формы и диаметра с высотой не менее 2-3 мм. Предварительно материал исследуемой пробы тщательно измельчается и перемешивается. Порошок насыпается в кювету доверху и закрепляется (на его поверхность наносится тонкий слой легкоиспаряющейся жидкости).

Б. Приготовление бета-активных источников

Для измерения радиоактивности по бета-излучению готовятся тонкие, толстые и промежуточных толщин источники.

Тонкими бета-активными источниками считаются такие, в которых самопоглощение и саморассеяние бета-частиц не превышает 1%. Тонкие источники обычно готовят из растворов с малым содержанием, исключающих потери радионуклидов за счет адсорбции, осаждения и улетучивания. Приготовление таких растворов достигается введением в них необходимого количества соответствующего носителя, и созданием нужной рН среды.

Тонкие бета-активные источники готовятся для измерения радиоактивности абсолютным методом с помощью 4л-счетчика. Толщина подложки не должна превышать более 1 мг/см^2 . В качестве материала подложки используют вещества с алым атомным номером и достаточной прочностью (чаще всего органические вещества). При приготовлении источника 1-3 капли радиоактивного вещества наносят на пленку, приклеенную к центральному отверстию диска-держателя весовым или объемным способом. Нанесенный раствор сушится при температуре $50...80 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Для равномерного распределения вещества по пленке, рекомендуется покрывать небольшим количеством этиленгликоля.

Толстыми бета-активными источниками считаются источники, толщина которых более 3-х слоев ($700...1000 \text{ мг/см}^2$). Основным видом толстых бета-источников являются насыпные. Для их приготовления используют кюветы различной формы и конфигурации, глубиной не менее 5-8 мм. Исследуемая проба высушивается (или озоляется), измельчается, тщательно перемешивается и засыпается в кювету равномерным слоем. Для закрепления поверхности насыпного источника его рекомендуется покрыть тонким слоем легкоиспаряющейся жидкости.

Промежуточными бета-активными источниками считаются такие, толщина которых вызывает заметное самопоглощение излучения. При изготовлении промежуточных бета-источников их толщина выбирается в пределах $0,7-3,0 \text{ мг/см}^2$.

В. Приготовление гамма-активных источников

Гамма-активные источники готовятся двух типов: жидкие и насыпные. Измерение радиоактивности этих источников по гамма-излучению производится с помощью сцинтилляционных или газоразрядных детекторов. Тип детектора основном определяется формой емкости, которая наиболее удобная при радиометрических измерениях. Такими емкостями могут быть полистироловые стаканчики, конические колбы, химические стаканы, пробирки, кюветы различной формы и объема.

4. ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО РАДИОХИМИИ

4.1 Методы соосаждения

Работа № 1. Выделение радионуклидов цезия осаждением в виде фосформолибдата цезия

Некоторые гетерокислоты, например, фосфорвольфрамовая, фосформолибденовая, кремневольфрамовая образуют труднорастворимые соли с цезием:

$\text{Cs}_3[\text{PW}_{12}\text{O}_{40}]$; $\text{Cs}_3[\text{PM}_{0,2}\text{O}_{40}]$; $\text{Cs}_4[\text{SiW}_{12}\text{O}_{40}]$ и др. Растворимость некоторых солей цезия весьма низка, что позволяет выделить микроколичества радионуклидов цезия из сложных по радиотехническому составу растворов в виде труднорастворимой комплексной соли.

Определение и выделение микроколичеств цезия этим методом основано на предварительном отделении цезия хроматографическим методом от элементов первой и третьей группы с последующим элюированием и осаждением в виде фосформолибдата цезия.

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка с детектором γ -излучения; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; хроматографическая колонка $d = 5\text{ мм}$, снаряженная катионитом КУ-2-8ЧС в Na – форме (высота слоя сорбента 10 см); центрифуга типа ОПн-8; стакан химический – 25-30 мл.; цилиндр мерный на 10 мл; носители цезия и марганца (содержание 10 мг/мл); трилон Б - насыщенный раствором с $\text{pH} = 10-11$; перекись водорода – 30% р-р; едкий натр – 0,5Н; Растворы кислоты 20 % НС; 15 % фосформолибденовой; 2Н азотной кислоты.

Схема выделения радионуклидов Cs.

Порядок выполнения работы. Получив исследуемый раствор содержащий смесь изотопов, определяют его объемную активность путем взятия трех проб по 0,2 мл. Отбирают 10 мл исследуемого раствора и помещают в стакан на 50 мл, пробу подкисляют 2 – 3 каплями 2Н HNO_3 . Приливают 0,2 мл смеси носителей и 1 мл носителя цезия; 3-3 капли перекиси водорода и 0,5 мл. насыщенного раствора Трилона - Б. Смесь перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на водяной бане до 60 – 80 °С в течение 8 - 10 мин. Раствор перемешивают и переносят в делительную воронку, соединенную с хроматографической колонкой, затем раствор пропускают через хроматографическую колонку со скоростью $1 \div 1,5$ мл/мин, установленной по дистиллированной воде. Фильтрат сливают в отходы. После пропускания исследуемого раствора, хроматографическую колонку промывают 10 мл 0,01Н раствора трилона - Б с $\text{pH} = 10 \div 11$ и 6 мл 0,5Н раствора NaOH с $2 \div 3$ каплями перекиси водорода, фильтрат сливают в отходы.

Для вымывания цезия берут 30 мл 2Н HNO_3 и пропускают через хроматографическую колонку установленной скоростью $1 \div 1,5$ мл/мин. Элюат нагревают на водяной бане до 70÷80 °С и осаждают $3 \div 5$ мл фосформолибденовой кислоты. Раствор центрифугируют, осадок 3 раза промывают 5 мл.

0,5 HNO_3 и в виде водно-ацетоновой смеси переносят на предварительно взвешенную подложку, высушивают под лампой, взвешивают и измеряют активность осадка.

Чистоту выделенного цезия проверяют на γ -спектрометре.

Выход носителя цезия определяют по формуле

$$B = 12,57 \frac{a}{TV} \quad (1)$$

где a – вес осадка, мг;

T – титр носителя цезия, мг/мл;

V – объем добавленного носителя цезия, мл.

По полученным данным рассчитывают содержание радионуклидов цезия в анализируемой пробе по формуле

$$A = \frac{N_{\text{сч}} \cdot 1000 \cdot 100}{\eta \cdot B \cdot V} \text{ Бк/л} \quad (2)$$

где $N_{\text{сч}}$ – скорость счета препарата, имп/с;

η – коэффициент эффективности пересчетной установки;

B – выход носителя цезия, %

V – объем задачи, мл.

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы

2. Результаты измерения и расчетные данные, связанные в таблицу

№ задачи	$N_{\text{сч}}_{\text{фона}}$ имп/с	$N_{\text{сч}}$ исх. имп/с	$\Sigma A_{\text{исх}}$ р-ра Бк.	$m_{\text{под.}}$ мг	$N_{\text{сч}}$ осад. имп/с	$a_{\text{осад}}$ мг.	$\Sigma A_{\text{ос}}$ Бк	$\frac{\Sigma A}{\Sigma m}$
----------	--	----------------------------------	--	-------------------------	-----------------------------------	--------------------------	------------------------------	-----------------------------

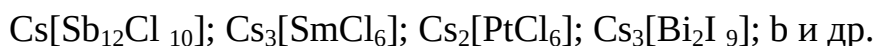
3. Расчеты.

4. γ -спектр осадка.

5. Выводы.

Работа № 2. Выделение радионуклидов цезия осаждением висмутйодида цезия

Для количественного определения радиоактивных изотопов цезия могут быть использованы реакции образования кристаллов труднорастворимого соединения цезия, таких как :



Осаждение труднорастворимого висмутйодида цезия являющегося весовым формам для определения микроколичеств радионуклидов цезия широко применяется в радиохимической практике. Определение микроколичеств радионуклидов цезия может быть осуществлено из сложных по радиохимическому составу смесей и основано на предварительном отделении элементов первой и второй группы с осаждением висмутйодида цезия.

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка с детектором γ -излучения; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; фроматографическая колонка $d = 5$ мм, снаряженная катионитом АВ – 17 в ОН – форме(высота слоя сорбента 10см); делительная воронка на 50 мл; стакан химический – 25÷30 мл.; центрифуга;

центрифужная пробирка; пипетки на 5,2 и 1 мл.; цилиндр мерный на 10 мл; микропипетки на 0,2 мл; стеклянная палочка; раствор содержащий цезий – 137 с объемной активностью $5 \cdot 10^2$ имп/сек·мл; смесь радионуклидов йод – 131; цезий- 141; кобальт – 60; стронций-83 с объемной активностью $1,6 \cdot 10^2$ имп/с. Растворы азотнокислого цезия (содержание цезия 10 мг/мл.) йодистого калия (содержание йода 10 мг/мл.); смеси носителей (содержание металлов 10 мг/мл.); 10 % - раствор трехзамещенного лимоннокислого натрия; ледяная уксусная кислота; 8 % раствор гексаметафосфата натрия; осадитель цезия - висмутйодид; этиловый спирт.

Схема выделения радионуклида Cs (Приложение).

Пряжок выполнения работы Получив исследуемый раствор содержащий смесь изотопов, определяют его объемную активность путем взятия трех проб по 0,2 мл. Отбирают пипеткой 5 мл исходного раствора и помещают в стакан на 25÷30 мл. Ту-да же приливают 1 мл носителя цезия, 0,2 мл йодистого калия (содержание йода 10 мг/мл); 0,2 мл смеси носителей на цезий, кобальт и стронций. Раствор перемешивают стеклянной палочкой и переносят в делительную воронку, соединенную с хроматографической колонкой. Предварительно по дистиллированной воде устанавливают скорость раствора через колонку 1 – 2 мл/мин. Первые 4 мл выходящего раствора собирают в мерный цилиндр на 10 мл и сливают в отходы, а последующие порции собирают в центрифужную пробирку. После пропускания исследуемого раствора приливают в воронку 5 мл дистиллированной воды и промывают фильтрат в ту же центрифужную пробирку. В центрифужную пробирку приливают 1-2 мл ледяной уксусной кислоты и 0,2 мл. гексаметафосфата натрия.

Растворы перемешивают и добавляют 2 мл. осадителя цезия. Периодически перемешивая стеклянной палочкой с потиранием о стенки пробирки, дать раствору постоять 25 – 30 мин. Для созревания осадка висмутйодида цезия. После этого осадок центрифугируют, отделяют от раствора и промывают 2-3 раза ледяной уксусной кислотой до обесцвечивания жидкости. Затем осадок промывают 2 раза 3 – 5 мл этилового спирта и количественно с помощью спирта переносят на предварительно взвешенную подложку. Осадок высушивают под лампой, взвешивают и измеряют на радиометрической установке. Частоту выделенного цезия проверяют на γ-спектрометре.

Выход носителя цезия рассчитывается по формуле

$$B = 20,35 \frac{a}{TV} \quad (1)$$

где a – вес осадка, мг;

T – титр носителя цезия, мг/мл;

V – объем добавленного носителя цезия, мл.

По полученным данным рассчитывают содержание радионуклидов цезия в анализируемой пробе по формуле:

$$A = \frac{псч \cdot 1000 \cdot 100}{\eta \cdot B \cdot V} \text{ Бк/л} \quad (2)$$

где $псч$ – скорость счета препарата, имп/с;

η – коэффициент эффективности пересчетной установки;

B – выход носителя цезия, %

V – объем задачи, мл.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы

2. Результаты измерения и расчетные данные, связанные в таблицу

№ задачи	$N_{\text{сч}}^{\text{фона}}$ имп/с	$n_{\text{сч}}$ исх. имп/с	$\Sigma A_{\text{исх}}$ р-ра Бк.	$m_{\text{под.}}$ мг	$n_{\text{сч}}$ осад. имп/с	$a_{\text{осад}}$ мг.	$\Sigma A_{\text{ос}}$ Бк	$\Sigma A_{\text{т}}$
----------	--	----------------------------------	--	-------------------------	-----------------------------------	--------------------------	------------------------------	-----------------------

3. Расчеты

4. γ -спектр осадка

5. Выводы.

Работа № 3. Осаждение радиоизотопов редкоземельных элементов осаждением в виде гидроксидов

Выделение редкоземельных элементов (РЗЭ) основано на двукратном осаждении в виде гидроксида. При отделении цезия от других редкоземельных элементов его переводят в четырехвалентное состояние.

Оборудование и реактивы: центрифуга; электроплитка; муфельная печь; лампа «Солюкс» ; стакан химический 100мл. – 2 шт.; колба коническая 250 мл; цилиндр мерный на 100 мл; пипетка 2 мл.; стеклянная палочка; тигель на 50 мл; подложка; раствор содержащий смесь церия – 141 и иттрия - 91 с объемной активностью 85 имп/с·мл; растворители носителей иттрия и церия; соляная кислота концентрированная; раствор аммиака; сухой хлористый аммоний; бромат калия; 10%-ный раствор йодида калия 8Н азотной кислоте; 12Н раствор едкого натра; спирт этиловый; щавелевая кислота 1:10.

Прядок выполнения работы: Получив исследуемый раствор содержащий смесь радионуклидов РЗЭ, определяют его объемную активность путем взятия трех проб по 0,1 мл. Отбирают 10 мл исследуемого раствора и помещают в стакан на 50 мл. В пробу вносят по 0,5 мл носителей иттрия и церия, затем добавляют 0,5 г хлористого аммония и осаждают гидроксиды РЗЭ, прибавляя по каплям раствор концентрированного гидроксида аммония до $\text{pH}=1,5 - 2$. Осадок отделяют центрифугированием, промывают 3 раза 5 мл горячего 1%-го раствора хлористого аммония с добавлением 1 мл гидроксида аммония

Промытым осадком растворяют в 5 мл 8Н азотной кислоты к полученному раствору добавляют 0,1г кристаллического бромата калия при перемешивании и нагревании до полного растворения и нагревания до полного растворения и желтого окрашивания раствора. В этой среде происходит окисление трехвалентного церия в четырехвалентный. К охлажденному раствору приливают по каплям 1-2 мл 10 % раствора йодида калия в 8Н азотной кислоте при непрерывном перемешивании раствора. Осаждение везут на холоде в водяной бане в течение 3 – 5 мин при перемешивании стеклянной палочкой. Осадок отделяют центрифугированием, раствор сливают в другую центрифужную пробирку, в которую добавляют 0,5 мл. носителя церия. После выпадения осадка вновь отделяют осадок центрифугированием. Раствор переносят в чистую центрифужную пробирку и осторожно по каплям, тщательно перемешивая добавляя 2Н гидроксид натрия и осаждают гидроокись иттрия.

Осадок в третьей центрифужной пробирке 3 раза промывают теплой водой и растворяют в 0,5 мл. концентрированной соляной кислоты. К раствору добавляют 5 мл дистиллированной воды и гидроксиды редкоземельных элементов раствором гидроксида аммония. Осадок отделяют центрифугированием, отделяют от раствора и 2 раза промывают 4 мл горячего 1 % раствора хлористого аммония с добавлением 1 мл гидроксида аммония. Осадок при добавлении 1-2 мл этилового спирта количественно переносят в тигель, предварительно доведенного до постоянного веса, высушивают и прокаливают при температуре 600...700 °С, определяют выход носителя по иттрию и измеряют радиоактивность.

Выход носителя по иттрию определяют по формуле

$$B = 78,76 \frac{a}{TV} \quad (1)$$

где а – вес осадка, мг;

T – титр носителя цезия, мг/мл;

V – объем добавленного носителя цезия, мл.

По полученным данным рассчитывают содержание радионуклидов иттрия в анализируемой пробе по формуле

$$A = \frac{псч \cdot 1000 \cdot 100}{\eta \cdot B \cdot V} \text{ Бк/л.} \quad (2)$$

где псч – скорость счета препарата, имп/с;

η – коэффициент эффективности пересчетной установки;

B – выход носителя цезия, %

V – объем задачи, мл.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы
2. Результаты измерения и расчетные данные, связанные в таблицу

№ задачи	$N_{сч\text{ фона}}$ имп/с	$псч_{исх.}$ имп/с	$\Sigma A_{исх}$ р-ра Бк.	$m_{под.}$ мг	$псч$ осад. имп/с	$a_{осад}$ мг.	$\Sigma A_{ос}$ Бк	$\frac{\Sigma A}{\Sigma A_{исх}}$
----------	-------------------------------	-----------------------	---------------------------------	------------------	-------------------------	-------------------	-----------------------	-----------------------------------

3. Расчеты

4. γ-спектр осадка

5. Выводы.

Работа № 4. Определение стронция и бария в сложных смесях хроматным методом

Разделение бария и стронция является трудной аналитической задачей. Наиболее просто разделение осуществляется путем осаждения хромовокислого бария из уксуснокислого раствора. Метод основан на растворимости хромовокислого стронция в уксусной кислоте и не растворимости в нем хромовокислого бария. От других элементов стронций и барий могут быть отделены хроматографией с последующим осаждением труднорастворимых фосфатов.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 10$ мм, снаряженная катионитом АВ – 17 в ОН-форме (высота слоя сорбента 10 см); делительная воронка; стакан химический – 100 мл; центрифуга; центрифужная пробирка; микропипетки на 0,2 мл; стеклянная палочка; раствор содержащий барий-140; стронций-89; с объемной активностью $1,65 \cdot 10^2$ имп/с·мл; смесь радионуклидов йод-131; цезий-141; кобальт-60; стронций-83 с объемной активностью $1,7 \cdot 10^2$ имп/сек. Растворы носителей азотнокислый стронций, хлористый барий; трилон – Б; 1,5Н раствор бихромата калия; концентрированная серная кислота; ацетатный буферный раствор с $pH=4,5 - 5$; этиловый спирт 5 - 7 мл.

Схема выделения р/н (Приложение).

Пряжок выполнения работы Отбирают 20 мл исходного раствора и помещают в стакан на 50 мл. Туда же приливают 0,2 мл. цитрата натрия, 1 мл стронций и 1 мл бария. Раствор перемешивают стеклянной палочкой и переносят в делительную воронку, соединенную с хроматографической колонкой. Предварительно по дистиллированной воде устанавливают скорость раствора через колонку 1 – 2 мл/мин. Первые 4 мл. выходящего раствора собирают в мерный цилиндр и сливают в отходы. Оставшийся раствор пропускают до краника делительной воронки, затем добавляют 5 мл дистиллированной воды и собирают в стакан на 100 мл.

В фильтрат, содержащий смесь стронция и бария, приливают 5 мл насыщенного раствора трехзамещенного фосфата натрия. Раствор отстаивают 5 – 10 мин для созревания осадка. Полученный осадок отделяют центрифугированием, промывают водой и добавляют 2-3 капли насыщенного раствора трилона Б и 5 мл буферного раствора. Смесь перемешивают стеклянной палочкой до растворения и нагревают на водяной бане до $70 - 80^\circ C$. Приливают 3 мл раствора бихромата калия и отстаивают 5 – 10 минут.

Образовавшийся осадок отделяют от раствора, отделяют центрифугированием. Раствор сливают в другую центрифужную пробирку.

Осадок промывают 2 раза водой и 2 раза этиловым спиртом, затем осадок количественно переносят на предварительно взвешенную подложку. Определяют вес осадка и его радиоактивность.

В центрифужную пробирку с раствором стронция при нагревании добавляют несколько капель концентрированной серной кислоты и 2 -3 капли этилового спирта. Образовавшийся осадок центрифугируют, промывают горячей водой и затем переносят его на количественно на предварительно взвешенную подложку и определяют вес и радиоактивность.

Выход носителей определяют по формуле:

$$B_{Ba} = 54,3 \frac{a_1}{T_1 V_1} \quad B_{Sr} = 47,7 \frac{a_2}{T_2 V_2} \quad (1)$$

где a_1 a_2 – вес осадка, мг;

T_1 и T_2 – титр носителя цезия, мг/мл;

V_1 и V_2 – объем добавленного носителя, мл.

По полученным данным рассчитывают содержание радионуклидов бария-133 и стронция-89 в анализируемой пробе по формуле

$$A = \frac{псч \cdot 1000 \cdot 100}{\eta \cdot B \cdot V} \text{ Бк/л} \quad (2)$$

где **псч** – скорость счета препарата, имп/с;

η – коэффициент эффективности пересчетной установки;

B – выход носителя цезия, %

V – объем задачи, мл.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы
2. Результаты измерения и расчетные данные, связанные в таблицу

№ задачи	$N_{сч}$ фона имп/с	$n_{сч}$ исх. имп/с	B_{Ba} %	B_{Sr} %	A_{Ba} Бк/дм ³	A Бк/дм ³ _{Sr}
----------	------------------------	---------------------------	---------------	---------------	--------------------------------	---

3. Расчеты.
4. γ -спектр осадка.
5. Выводы.

Работа № 5. Разделение бария-140 и лантана-140 соосаждением с неизотопным носителем.

Барий – 140 является одним из осколочных реперных элементов, разделяясь он превращается в лантан – 140, при распаде которого образуется стабильный изотоп.



Равновесие между Ba-140 и La-140 устанавливаются примерно 20 дней. В настоящей работе исследуется влияние антиносителя на соосаждение Ba-140 и гидроксид железа. La-140 быстро и количественно переходит в осадок с свежеприготовленным гидроксидом железа.

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка; γ -спектрометр; центрифуга; ; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; пипетка на 10мл.; делительная воронка на 10 мл; центрифужная пробирка на 20 мл; мерная колба на 25 мл; солянокислый раствор бария – 140 имп/сек· мл; раствор хлорида бария 2 мг/мл; 2Н хлорид железа; 2Н, 6М соляная кислота; 10% раствор гидроксида аммония; диэтиловый эфир; этиловый спирт.

Порядок выполнения работы. Определяют объемную активность исходного раствора путем отбора трех проб по 0,2 мл. Отбирают пипеткой 5 мл исходного раствора и помещают в стакан на 25 - 30 мл. Добавляют туда 5 мл дистиллированной воды и 50 мг. Хлористого железа, подкисляют 3 – 4 каплями 6 Н соляной кислоты. Раствор нагревают на водяной бане при температуре 70 - 80 °С и при перемешивании осаждают гидроксидом аммония. Осадок центрифугируют и промывают 5 мл горячей воды с 5 мл гидроксида аммония. Фугат сливают в мерную колбу на 25 мл.

Осадок в центрифужной пробирке растворяют в 1 мл 2 Н соляной кислоты и снова осаждают гидроксидом аммония. Снова отделяют осадок с помощью центрифуги, фильтраты объединяют в мерной колбе на 50 мл.

Осадок растворяют в 2 мл 6М соляной кислоты, переносят в делительную воронку, куда добавляют равный объем диэтилового эфира. Воронку встряхивают 2 – 3 мин. Водную и органическую фазу разделяют, а затем осторожно упаривают и определяют активность.

В фугат. В мерной колбе, добавляют дистиллированную воду до метки, далее отбирают пробы по 0,5 мл и определяют радиоактивность. Опыт повторяют, добавляя к исходному раствору бария – 140 вместо 5 мл воды, 5 мл раствора хлорида бария. Чистоту подготовленных проб проверяют на γ -спектрометре.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Расчет распределения разделяемых изотопов при наличии антиносителя и без него по результатам измерения радиоактивности.
3. Выводы.

Работа № 6. Разделение ниобия-95 и циркония-95 адсорбционным методом

Двуокись марганца избирательно адсорбирует микроколичества ниобия из азотнокислых растворов, что используется для отделения ниобия – 95 от материнского изотопа циркония – 95.

Прядок выполнения работы: Получив исследуемый раствор содержащий цирконий – 95 (ниобий – 95), определяют его объемную активность путем взятия трех проб по 0,1 мл. Отбирают 5 мл исследуемого раствора и 5 мл азотнокислого циркония в 10Н азотной кислоте, помещают в центрифужную пробирку. Затем вводят 10 мг двуокиси марганца, предварительно промытой теплой серной кислотой и дистиллированной водой. Содержание пробирки тщательно перемешивают стеклянной палочкой 2 – 3 мин, затем центрифугируют. Фугат, почти не содержащий ниобия – 95 сливают в другую центрифужную пробирку и добавляют в нее 5 мг двуокиси марганца, повторяя процесс адсорбции для более полного соосаждения ниобия – 95.

Раствор после повторного осаждения сливают в третью центрифужную пробирку и определяют его объемную активность путем взятия трех проб по 0,2 мл. Рассчитывают суммарную активность выделенного циркония – 95.

Для проверки радиохимической чистоты выделенного циркония- 95 из полученного раствора готовят препарат с активностью 80 – 100 имп/с и с помощью алюминиевых фильтров определяют слой половинного ослабления.

Добавлением 1 - 2 мл 10Н азотной кислоты осадок двуокиси марганца из второй пробирки переносят в первую и объединяют осадки, промывая при перемешивании 4 -6 мл 10н азотной кислоты. Отделив осадок двуокиси марганца центрифугированием, фугат сливают в склянку для радиоактивных отходов.

Промытую двуокись марганца растворяют в 5 мл 1Н азотной кислоты с добавлением 3 – 4 капель 30% перекиси водорода. Перекись водорода вводят осторожно по каплям, постоянно перемешивают стеклянной палочкой и осторожно нагревая на водяной бане. Каждую следующую каплю перекиси водорода добавляют после того, как предыдущая полностью прореагировала.

Из полученного раствора содержащего ниобий - 95 готовят на подложке препарат для определения объемной активности отделенного ниобия – 95, а затем рассчитывают суммарную активность радионуклидов в исходной пробе.

Для проверки радиохимической чистоты выделенного ниобия – 95 производят снятие спектра поглощения с помощью алюминиевых фильтров и определяют слой половинного ослабления.

Работа № 7. Отделение бария-137 от цезия-137 соосаждением с носителем.

Изотоп бария – 137 из – за малого периода полураспада не практического применения, однако в лабораторных условиях может быть использован для определения периода полураспада. Для его выделения в данной работе использован специфический изотопный носитель.

Оборудование и реактивы. Радиометрическая установка; γ – спектрометр; центрифуга; химический стакан; раствор цезия – 137 (10 мг/мл); раствор хлорида бария (50 мг/мл) 5 % уксусная кислота; 1,5 Н раствор бихромата калия; диэтиловый эфир; 3 % соляная кислота; этиловый спирт.

Порядок выполнения работы. Реактивы и посуда готовятся заранее. Работа должна проводиться очень четко и быстро измеряя следует начинать не позднее, чем через 3 – 4 минуты после первого осаждения. Измеряют радиоактивность исходного раствора цезия – 137 путем отбора 3-х проб по 0,1 мл. Наливают в стакан 2 мл хлористого бария, 1 мл хлористого цезия и 1 мл исходного раствора цезия – 137.

В стакан добавляют 3 капли уксусной кислоты, 2 г уксуснокислого натрия, раствор добавляют до 25 мл дистиллированной водой, переносят в стакан на 100 мл, в который предварительно вносят 1 мл хлорида цезия и 10 мл 3 % соляной кислоты и доводят до кипения. Стакан с раствором снимают с плитки, добавляют одну каплю бихромата калия и 5 г уксуснокислого натрия. Осадок хромата бария отделяют центрифугированием и промывают дистиллированной водой. Затем проводят переосаждение. Осадок, полученный после третьего осаждения, высушивают 5 – 10 мл эфира и с помощью нескольких капель спирта переносят на подложку. Измеряют активность осадка и первого фильтрата.

Содержание отчета

1. Краткое содержание методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Вычисление периода полураспада бария – 137 и степени отделения от цезия – 137 по зависимости радиоактивность – время.
3. Расчеты.
4. Выводы

Работа № 8. Отделение Sr-90 от Y-90 соосаждением с изотопным носителем.

Радиоактивный изотоп стронций – 90 образуется при делении ядер урана. После выделения его из продуктов деления в нем накапливается дочерний изотоп иттрий – 90. Смесь двух радиоактивных изотопов можно разделить, прибавляя к содержащему их раствору нерадиоактивный изотоп одного из компонентов смеси – изотопный носитель и переводя этот носитель в малорастворимую твердую фазу. При полном выделении носителя осадок происходит практически полный переход в твердую фазу и его радиоактивного изотопа. Другой же компонент радиоактивной смеси остается в растворе, если он не способен соосаждаться или адсорбироваться на поверхности раздела фаз. В случае заметной адсорбции второго компонента смеси в раствор добавляют изотопный носитель, не способный образовывать самостоятельную твердую фазу, что приводит к предотвращению адсорбции и полному разделению смеси изотопов.

Оборудование и реактивы. Радиометрическая установка; γ – спектрометр; центрифуга; водяная баня; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; мерные колбы

на 25 мл; раствор стронция – 90 с объемной активностью 300 – 350 имп/с· мл; растворы хлорида иттрия и азотнокислого стронция (10 мг/ мл по металлу); 8Н раствор серная кислота; 10 % раствор карбоната натрия; 10 % раствор уксусной кислоты; спиртоэфирная смесь (1: 1)

Порядок выполнения работы. Получив исследуемый раствор определяем объемную активность путем взятия трех проб по 0,1 мл.

В центрифужную пробирку приливают по 10 капель растворов носителей – хлористого иттрия и азотнокислого стронция. К полученной смеси добавляют 1 мл исходного раствора, содержащего радиоактивный стронций – 90. К содержимому пробирки приливают 3 – 5 мл дистиллированной воды и при перемешивании стеклянной палочкой по каплям приливают серную кислоту (10 – 12 капель) до полного осаждения сульфата стронция. Содержимое центрифужной пробирки периодически перемешивают стеклянной палочкой в течение 10 – 15 мин. Выпавший осадок сульфата стронция центрифугируют, осторожно сливая фугат во вторую центрифужную пробирку. При каждом центрифугировании раствора с осадком, для понижения поверхностного натяжения в центрифужную пробирку приливают 3 – 4 капли спиртоэфирной смеси.

Осадок сульфата стронция в первой центрифужной пробирке дважды промывают холодной дистиллированной водой, осторожно сливают промывные воды, не затрагивая осадок , в мерную колбу на 25 мл.

Во вторую центрифужную пробирку приливают 4 капли раствора азотнокислого стронция и вновь производят осаждение сульфата стронция 8Н раствором серной кислоты. Центрифугируют выпавший осадок сульфата стронция и, не затрагивая осадок, фугат переливают в ту же мерную колбу на 25 мл.

Осадок сульфата стронция дважды промывают холодной водой, сливая промывные воды в мерную колбу на 25 мл. Объем раствора в мерной колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Берут из мерной колбы по 0.5 мл каждая, определяют объемную активность раствора и рассчитывают суммарную активность выделенного радиоактивного иттрия.

В каждую центрифужную пробирку с осадком сульфата стронция вносят по 2 - 3 мл горячего 10 % раствора соды. Содержимое центрифужных пробирок перемешивают в течение 10 мин стеклянной палочкой при осторожном нагревании пробирок на водяной бане. Образовавшийся карбонат стронция центрифугируют и промывают теплой водой. Фугат и промывные воды сливают в емкость для жидких радиоактивных отходов.

В каждой центрифужной пробирке выделенный осадок карбоната стронция растворяют в 1 мл разбавленной уксусной кислоты. Растворы ацетата стронция из обеих центрифужных пробирок количественно переносят во вторую мерную колбу на 25 мл, доводят до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешивают полученный раствор и отбирают три пробы по 0,3 мл. После высушивания определяют радиоактивность на радиометрической установке, рассчитывают объемную активность полученного раствора и суммарную активность выделенного радиоактивного изотопа стронция – 90.

Рассчитывают долю радиоактивного стронция – 90 и иттрия, выделенных этим методом, определяют потери разделяемых изотопов в процессе выполнения работ.

Содержание отчета

1. Краткое содержание методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Расчёт распределения разделяемых радионуклидов стронция – 90 и иттрия – 90 по результатам измерения радиоактивности и сопоставления с общей исходной радиоактивностью.
3. Расчеты.
4. Выводы

Работа № 9. Выделение протактиния - 234 соосаждением на неизотопных носителях

Протактиний - 234 является членом радиоактивного уран – радиевого семейства.

Радиоактивное равновесие в этой цепочке изотопов определяется накоплением UX, и достигается примерно за 6 месяцев.

В состоянии радиоактивного равновесия 1 г урана содержит $4,7 \cdot 10^{-17}$ г протактиния - 234. Выделение протактиния - 234 основано на его осаждении с фосфатом циркония или двуокисью марганца в условиях, когда соосаждение UI и UX, незначительно. Соосаждение UX, может быть уменьшено путем внесения в раствор до проведения соосаждения антиносителя нитрата тория – 232. Так как изотоп протактиния – 234 UX₂ имеет весьма малый период полураспада (1,14 мин), опыты должны быть тщательно подготовлены, измерения радиоактивности должны начинаться не позже, чем через 1,5 мин после окончания разделения UX₁ и UX₂ .

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка; γ-спектрометр; пипетки на 1 мл; мерный цилиндр; водяная баня; воронки; фильтры; калька; раствор нитрата тория – 234; насыщенный раствор уранилнитрата; 10Н р-р азотной кислоты; 12 Н раствор соляной кислоты; раствор двухзамещенного фосфата натрия (20 мг/мл); раствор азотнокислого циркония; ацетат; перманганат калия; двуокись марганца ; этиловый спирт.

Схема выполнения работы (Приложение).

Порядок выполнения работы:

А. Разделение соосаждением с фосфатом циркония.

Получив исходный раствор уранилнитрата, отбирают 1 мл, добавляют 1 мл концентрированной соляной кислоты и 2,5 мл дистиллированной воды. Полученный раствор нагревают до кипения и вносят 3 – 4 капли двухзамещенного фосфата натрия 2 капли азотнокислого циркония.. Образовавшийся осадок отфильтровывают через бумажный фильтр на воронке Бюхнера (за 10 – 20 с), промывают ацетатом. Фильтр быстро переносят в заранее приготовленный конверт из кальки, который помещает свинцовый домик для измерения радиоактивности. Фиксируют время от момента осаждения до начала измерения радиоактивности. Отчет значений радиоактивности производят через каждую минуту, не выключая пересчетной установки. Общая продолжительность измерения радиоактивности – 10 мин.

Б. Разделение соосаждением двуокисью марганца

Раствор уранилнитрата (1 мл) подкисляют 5-6 каплями концентрированной азотной кислоты и разбавляют дистиллированной водой до 4 – 5 мм. Затем добавляют 5-6 капель раствора перманганата калия и 5-6 капель этилового спирта. Раствор нагревают до образования двуокиси марганца. Осадок быстро отфильтровыва-

ют, сушат ацетоном, фильтр помещают в конверт из фольги. Измеряют радиоактивность каждую минуту, не выключая пересчетной установки. Общая продолжительность измерений радиоактивности – 10 мин.

Содержание отчета

1. Краткое содержание методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы

2. Построение полулогарифмического графика по результатам измерения радиоактивности, из которого определяют период полураспада UX_2 (^{234}Pa). Первую точку на графике следует относить ко времени 0,5 мин, вторую 1,5 мин и т.д.

3. Расчеты

Рассчитывают коэффициенты разделения UX_1 и UX_2

$$\beta = \frac{A1/A2}{B1/B2} = \frac{A1 \cdot A2}{B1 \cdot B2} \quad (1)$$

где $A1$ и $A2$ – радиоактивность UX_1 ;

$B1$ и $B2$ – радиоактивность UX_2 .

В исходном растворе и осадке соответственно так как в исходном растворе UX_1 и UX_2 находится на равновесии то $\frac{A1}{B1} = 1, a \frac{A2}{B2}$ – находится из экспериментальных данных:

$A2$ – из горизонтального участка кривой радиоактивность - время;

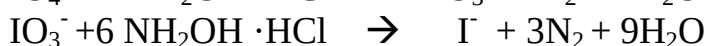
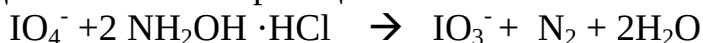
$B2$ – рассчитывают на момент осаждения (начало фильтрации)

4. Выводы.

4.2 Методы экстракции

Работа №10. Выделение радиоизотопов йода методом экстракции

Наиболее селективным методом, позволяющим быстро производить количественное выделение изотопов йода, является экстракция элементарного йода четыреххлористым углеродом. Однако, в анализируемых пробах кроме элементарного йода одновременно могут присутствовать его другие химические формы (I^- ; IO_3^- ; IO_4^-). Для перевода в элементарную форму в водных растворах, которые подвергаются анализу создают окислительно-восстановительную среду, позволяющей все химические формы йода перевести в элементарный йод. При этом протекают следующие химические реакции:



В качестве окислительно – восстановительной среды применяют растворы солянокислого гидроксилламина и нитрата натрия в кислой среде. После проведения окислительно – восстановительного процесса, элементарный йод отделяют от примесей экстракцией. Далее, отделенный от примесей йод реэкстрагируют в виде йодид – иона в дистиллированную и осаждают азотнокислым серебром.

Оборудование и реактивы. центрифуга; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; электроплита; водяная баня; делительная воронка 150 – 200 мл 2 шт.; цилиндр мерный 5 мл 1 шт.; цилиндр мерный 10 мл 2 шт.; цилиндр мерный 25 мл 1 шт.; центрифужная пробирка 2 шт; пипетка 1 мл 5 шт.; раствор йодистого калия (10 мг/мл); раствор йодата калия (10 мг/мл); 6Н азотная кислота; четыреххлористый угле-

род; концентрированный раствор кислого сернистокислого натрия; 1Н раствор азотнокислого натрия; 1Н раствор гидроксиламина солянокислого; 0,1Н р-р азотнокислого серебра; эфир; спирт этиловый; раствор содержащий радиоактивный йод -131; марганец – 54; цезий – 134; стронций – 89; иттрий- 91; церий – 141; цирконий – 95; железо – 59; хром – 51; кобальт – 60 с объемной активностью 30 – 35 имп /с·мл (доля радиоактивного йода — 131 20 – 25 % общей активности).

Схема выполнения работы (Приложение).

Порядок выполнения работы. Получив исследуемый раствор, взятием 3-х проб по 0,1 мл определяют его объемную активность. Отбирают 10 мл анализируемой пробы и вводят в делительную воронку, в которую добавляют 0,5 мл йодида калия и 0,5 мл йодата калия; 5 мл 6Н азотной кислоты, 3 капли раствора кислого сернистокислого натрия и 10 мл четыреххлористого углерода. Содержимое делительной воронки перемешивают встряхиванием 3 – 5 мин и оставляют на 2 – 3 мин для расслоения фаз. При встряхивании делительной воронки придерживать краник и пробку, предохраняя их от выпадения. После 2 – 3 встряхиваний осторожно открыть пробку делительной воронки и спускают избыточное давление. Далее в делительную воронку вводят 5 капель раствора нитрата натрия и 5 капель раствора солянокислого гидроксиламина. Вновь содержимое делительной воронки в течение 2 – 3 мин перемешивают встряхиванием и оставляют на 10 - 15 мин для отстаивания. После расслоения фаз четыреххлористый углерод сливают в другую делительную воронку. В первую делительную воронку добавляют по 5 капель раствора солянокислого гидроксиламина, нитрата натрия 5 мл четыреххлористого углерода. Экстракцию йода повторяют 4 – 5 раз до полного исчезновения окраски очередной порции четыреххлористого углерода. После отстаивания и разделения фаз водный слой сливают в емкость для жидких радиоактивных отходов.

Все порции четыреххлористого углерода с экстрагируемым йод объединяют во второй делительной воронке и туда добавляют 10 мл дистиллированной воды и 5 -7 капель кислого сернистокислого натрия. Содержание делительной воронки встряхивают до полного обесцвечивания обоих слоев, периодически поднимая пробку для спуска избыточного давления.

После расслоения фаз, четыреххлористый углерод (экстрагент) сливают в емкость с жидкими радиоактивными отходами.

К водному слою во вторую делительную воронку приливают 10 мл четыреххлористого углерода, 2 мл азотной кислоты и 5 капель нитрата натрия. Содержимое делительной воронки энергично встряхивают в течение 2 - 3 мин, экстрагируя образующийся элементарный йод четыреххлористым углеродом. Повторную экстракцию проводят 3- 4 порциями четыреххлористого углерода по 5 мл каждая. Перед каждой повторной экстракцией к содержимому делительной воронки приливают о 5 капель раствора нитрата натрия. четыреххлористый углерод при повторной экстракции собирают в стакан на 50 мл, а водную фазу после окончания повторной экстракции сливают в емкость для ЖРО.

Объединённые фракции четыреххлористого углерода после повторной экстракции переносят количественно из стакана во вторую делительную воронку, ополоснув стенки стакана 2 порциями четыреххлористого углерода, объемом 5 мл каждая. К содержимому делительной воронки (экстракту) приливают 7 мл дистиллированной воды и 5 капель раствора кислого сернистокислого натрия. Содержимое делительной воронки встряхивают в течение 5 мин до полного обесцвечивания обоих

слоев. После разделения фаз органическую фазу сливают в емкость с РАО, а водную фазу – в центрифужную пробирку.

В центрифужную пробирку приливают 1 мл раствора азотной кислоты, 1 мл азотнокислого серебра. Содержимое пробирки перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на водяной бане до коагуляции осадка йодистого серебра.

Осадок центрифугируют и 4 -5 раз промывают дистиллированной водой. При каждом центрифугировании осадка в пробирку добавляют несколько капель спирто-эфирной смеси для понижения поверхностного натяжения. Промытый осадок количественно переносят на предварительно взвешенную подложку с помощью добавления спирта. Осадок высушивают и измеряют его радиоактивность.

После взвешивания высушенного осадка рассчитывают выход носителя по формуле:

$$B = 54,3 \frac{a}{T_1 V_1 + T_2 V_2} \quad (1)$$

где a – вес осадка, мг;

T_1 и T_2 – титры носителя, мг/мл;

V_1 и V_2 – объемы носителя, мл.

Активность выделяемого йода вычисляется по формуле

$$A = \frac{\text{псч} \cdot 1000 \cdot 100}{\eta \cdot B \cdot V} \text{ Бк/л} \quad (2)$$

где псч – скорость счета препарата, имп/с;

η – коэффициент эффективности пересчетной установки;

B – выход носителя цезия, %

V – объем задачи, мл.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Расчет активности суммы йодов по результатам измерений.
3. Расчеты.
4. Выводы.

Работа № 11. Выделение железа – 59 экстракцией и диизопропиловым эфиром

Хлорное железо экстрагируется диизопропиловым эфиром (ди – Н - бутиловым, диизопропиловым) в сильноокислой среде в виде металлогалагенидной кислоты HFeCl_4



Коэффициент распределения зависит от кислотности среды.

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; аппарат для встряхивания (процесс экстракции) пробоотборники для водной и органической фазы; пробирки с притертыми пробками на 10 мл 5 шт; микропипетки на 0,1 – 0,2 мл 5 шт; пипетки на 10 мл 5 шт; диизопропиловый эфир 1,2,3,5,10 Н растворы соляной кислоты, раствор хлористого железа 10 мг на мл; раствор хлористого железа меченного радионуклидом железо-59.

Схема выполнения работы (Приложение).

Порядок выполнения работы. В 5 пробирок на 10 мл с притертыми пробками отмеряют по 0,1 мл хлорного железа, меченного радиоактивным железом-59. Далее в пробирки вводят 2 мл раствора соляной кислоты 1,2,3,5,10Н и по 2 мл диизопропилового эфира, который предварительно насыщается соляной кислотой с соответствующей концентрацией (1,2,3,5,10Н). Пробирки встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 30 - 40 мин с отстаиванием (расслоением фаз) 10 - 15 мин. Отдельными микропипетками с помощью пробоотборника на подложки отбирают пробы из водного и органического слоя по 0,2 мл каждую. Пробы высушивают под лампой «Солюкс» (сушильном шкафу) и определяют их радиоактивность на радиометрической установке.

Полученным данным строят график зависимости $\lg D = f(C_{\text{HCl}})$

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Результаты измерения радиоактивности водной и органической фазы и расчетные данные, сведенные в таблицу

Номера пробирок/ расч. данные	I 1Н НСl	II 2Н НСl	III 3Н НСl	IV 5Н НСl	V 10Н НСl
П _{сч фона} ; ИМП/с					
П _{сч воды} ; ИМП/с					
П _{сч орг} ; ИМП/с					
$D = \frac{A_{\text{орг}}(P_{\text{сч о}} - P_{\text{сч ф}})}{A_{\text{вод}}(P_{\text{сч в}} - P_{\text{сч о}})}$					
Lg D					

3. Расчеты.
4. График зависимости $\lg D = f(C_{\text{HCl}})$.
5. Выводы.

Работа № 12. Разделение стронция - 90 и иттрия - 90 экстракцией 8-оксихинолином

Разделение изотопов стронция - 90 и иттрия - 90 основано на различной устойчивости их комплексов с 8-оксихинолином. Экстракцию осуществляют раствором 8-оксихинолином в хлороформе.

Имея валентность Y (III) большую чем у Sr (II) первый образует более прочные комплексы с C₅H₆NOH более высокий коэффициент распределения при экстракции.

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка; пробоотборник; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; аппарат для встряхивания; пробирки на 10 мл с притертой пробкой – 5шт; микропипетки на 0,2 мл – 10 шт.; пипетки на 10 мл – 5 шт.; набор алюминиевых фильтров для идентификации изотопов; 0,01, 0,05, 0,1, 0,25, 0,5Н растворы оксихинолина в хлороформе; универсальный буферный раствор, радиоактивный раствор стронция – 90 (иттрия – 90) с объемной активностью 3,5 – 5,0 · 10 имп/с·мл.

Схема выполнения работы (Приложение).

Порядок выполнения работы. Получив исследуемый раствор, взятием 3-х проб по 0,05 мл определяют объемную активность исходного раствора. Для уменьшения адсорбционных потерь используемую лабораторную посуду ополаскивают 0,01М растворами нитратов стронция, иттрия и буферным раствором из которого осуществляют процесс экстракции.

В пробирки с притертыми пробками вводят по 3 мл раствора 8 - оксихинолина в хлороформе, 9 мл универсального буферного раствора и 1мл радиоактивного раствора содержащего стронций – 90. Пробирки закрывают притертыми пробками и помещают на аппарат для встряхивания на 15 мин. После четкого расслоения фаз производят отбор проб водной и органической фаз на подложку по 0,2 мл. Пробы высушивают и измеряют на радиометрической установке. Измерение активности производят с фильтром, обеспечивающим полное поглощение β -частиц стронция – 90 и без фильтра. Радиоактивность иттрия находим по формуле

$$N_Y = N_{\phi} \cdot e^{\mu a}$$

N – суммарная скорость счета пробы без фильтра;

N_{ϕ} - скорость счета пробы с фильтром;

μ - массовый коэффициент ослабления β -частиц иттрия;

a – толщина слоя полного поглощения β -частиц стронция;

По результатам измерений определяют коэффициент распределения стронция и иттрия, коэффициенты их разделения и потери активности в процессе анализа, сопоставляя найденные активности с исходной.

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Результаты измерения и расчетные данные, сведенные в таблицу.

Измерения и расчетные значения	I	II	III	IV	V
Концентрации экстрагента, моль/л	0,01	0,05	0,1	0,25	0,5
$N_{\text{орг. фазы}}, \text{имп/с}$					
$N_{\text{вод. фазы}}, \text{имп/с}$					
$N_{Y(o)}, \text{имп/с}$					
$N_{Sr(o)}, \text{имп/с}$					
$N_{Y(b)}, \text{имп/с}$					
$N_{Sr(b)}, \text{имп/с}$					
$D_Y = \frac{N_{Y(o)}}{N_{Y(b)}}$					
$D_Y = \frac{N_{Sr(o)}}{N_{Sr(b)}}$					
$K_p = \frac{D_Y}{D_{Sr}}$					
$A_{\text{исх}}, \text{имп/с}$					

3. Расчеты.

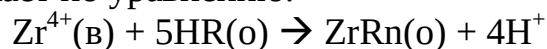
4. График зависимости $D = f$; $K_p = y$.

5. Выводы.

Работа № 13. Разделение ниобия-95 и циркония-95 экстракцией ацетилацетоном.

Цирконий-95 может быть отделен от своего дочернего радионуклида ниобия – 95 экстракцией ацетилацетоном.

Экстракция протекает по уравнению:



Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; аппарат для встряхивания; пробирки на 10 мл с притертыми пробками – 10 шт; пробирки на 10 мл – 10шт; пипетка 1 и 2 мл – 2 шт.; растворы: 0,3М ацетилацетона в бензоле; 10М азотной кислоты; 10^{-4} – 10^{-5} М раствор нитрата циркония (IV) и ниобия (V) в 10М азотной кислоте.

Порядок выполнения работы Для уменьшения адсорбции радионуклидов без носителей стенками посуды, всю стеклянную посуду ополаскивают разбавленными растворами нитратов циркония и ниобия (10^{-4} – 10^{-5} М), а затем несколько раз азотной кислотой.

Для определения коэффициентов распределения циркония – 95 и ниобия – 95 в пробирку с притертой пробкой вносят 0,5 мл раствора циркония- 95 или ниобия – 95 в 10М азотной кислоте и добавляют до метки азотную кислоту. Из полученного раствора отбирают 6 проб по 0,2 мл в пробирки с притертыми пробками. В пробирки, кроме первой, добавляют 0,2; 0,4; 0,6; 1,0; 1,4 мл 10М азотной кислоты и разбавляют водой до 0,2 мл получая растворы циркония или ниобия соответственно в 1;2;3;4;6;8М азотной кислоте. Таким же способом готовят еще 4 раствора в 6М азотной кислоте. В каждую пробирку добавляют по 2 мл раствора ацетилацетона в бензоле, закрывают притертыми пробками и помещают в аппарат для встряхивания.

Пробирки вынимают из аппарата 5,10,20,30 и 60 мин встряхивания. После расслоения фаз (5-7 мин) отбирают из водной и органической фазы по 1 мл и помещают в пробирки для измерения радиоактивности. Пробирки поочередно вставляют в колодец сцинтилляционного кристалла и измеряют радиоактивность при выбранном усилении и уровне дискриминации.

Вычисляют коэффициент распределения Д. Находят оптимальное время перемешивания фаз, после которого измерения коэффициента распределения Д не значительно. В течение этого времени производят перемешивания фаз во всех остальных опытах. Определяют коэффициенты распределения циркония – 95 и ниобия - 95 при значениях концентрациях азотной кислоты, соответствующих приготовленным пробам.

Находят концентрацию азотной кислоты при которой достигается лучшие разделение и извлечение циркония - 95 и ниобия - 95.

Отбирают 1-2 мл раствора содержащего равновесные количества циркония и ниобия и производят разделения этих изотопов экстракцией бензольным раствором ацетилацетона при найденной оптимальной концентрации азотной кислоты. Количественно экстрагируют радиоактивный изотоп из органической фазы азотной кислотой.

Выравниванием водных растворов в стеклянных чашечках готовят препараты для измерения радиоактивности и идентификации.

№	Номер пробирок/расчетные значения	1	2	3	4	5	6
1	$P_{сч} (в), \text{имп/с}$						
2	$P_{сч} (о), \text{имп/с}$						
3	D_{Zr}/D_{Nb}						
4	E_{Zr}/D_{Nb}						

3. Расчеты

4. График зависимости $D = f(C_{HNO_3})$; $\beta = \varphi(C_{HNO_3})$; $E = \psi(C_{HNO_3})$;

5. Вывод

Работа № 14. Разделение урана и тория экстракцией трибутилфосфатом

Радиоактивное равновесие между ^{238}U и ^{234}Th достигается практически за 5 – 6 месяцев. Тогда 1 г ^{238}U содержит $1,4 \cdot 10^{-11}$ г ^{234}Th . Энергия β -излучения ^{234}Th мала ($E_{\max} = 0,13$ Мэв), поэтому оно практически не регистрируется β -счётчиком. А измерение ведется по ^{234}Pa , энергия β -излучения которого $E_{\beta} = 2,32$ Мэв, а время установления равновесия ^{234}Th - около 10 мин.

Метод разделения тория – 234 и урана 238 основан на том, что извлекается из азотнокислых растворов с высоким коэффициентом распределения даже сильноразбавленных растворами ТБФ, в то время как торий заметно экстрагируется лишь растворами ТБФ высокой концентрации (40 – 50 %) . Поэтому, используя многократную экстракцию 5 % раствором ТБФ в бензоле, можно практически количественно разделить уран и торий.

Оборудование и реактивы: Прибор для встряхивания; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; пробирки на 10 мл с притертыми пробками; пипетки на 1 и 5 мл; микропипетки на 0,2 мл; Раствор 5 % ТБФ в бензоле; 10Н раствор азотной кислоты; 0,5М раствор уранилнитрата.

Выполнение работы В пробирку с притертой пробкой вносят 1 мл раствора уранилнитрата, 2 мл раствора ТБФ в бензоле и 2 капли азотной кислоты. Пробирку закрывают пробкой и встряхивают 2 - 3 минуты. После расслоения фаз верхний органический слой тщательно удаляют с помощью пипетки. К водной фазе добавляют новую порцию 5 % раствора ТБФ в бензоле и азотной кислоты и снова производят встряхивание и разделение фаз. Экстрагирование повторяют до обесцвечивания водной фазы (4 – 5 раз). Все порции органической фазы после экстракции собирают в мерную пробирку или цилиндр.

Для измерения радиоактивности после процесса экстракции наносят по 0,2 мл каждой фазы в отдельности на подложку. Кюветы сушат под лампой «Солюкс» или в сушильном шкафу, далее их радиоактивность измеряют на радиометрической установке.

Необходимо, по возможности, точно фиксировать объем каждой фазы.

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Расчет на основе полученных результатов процента извлечение тория - 234 в органическую фазу по формуле

$$P = \frac{A1 \cdot V1}{A1V1 - A2V2} \quad (1)$$

где A1 и A2 – объемная активность органической и водной фаз имп /с·мл
V1 и V2 – объем органической и водной фаз, мл;

Полагая, что процент извлечения урана – 238 равен 100 %, рассчитывается степень его очистки от тория – 234 как 100/P (раз)

3. Расчеты.
4. Выводы.

Работа № 15. Экстракционное выделение кобальта - 60 в виде роданидного компонента

В отличие от железа и других металлов, кобальт простыми эфирами лучше экстрагируется не в виде хлоридного ацидокомплекса, а в виде роданидного комплекса.

Однако, как и в случае экстракции хлорида железа (III), коэффициенты распределения зависят от кислотности раствора.

Оборудование и реактивы: Радиометрическая установка; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; аппарат для встряхивания; пробирки на с притертыми пробками; пипетки на 1 и 5 мл; пипетка на 0,2 мл; раствор хлорида кобальта (II) (0,01 – 0,00м) меченный Co – 60 в 6М растворе соляной кислоты; роданид аммония; 6М раствор соляной кислоты; изопропиловый эфир;

Выполнение работы В 7 мерных пробирок с притертыми пробками помещают по 0,3 мл исходного раствора хлорида кобальта (II) .В каждую пробирку добавляют 6М HCl и 1М NH₄CNS с таким расчетом, чтобы концентрация изменялась от 1М до 6М (0,5; 1,0; 2,5; 3; 5; 6), а общий объем составляет 5 мл. Затем в каждую пробирку вносят 4 мл эфира, встряхивают в течение 30 – 40 мин, отстаивают 10 – 15 мин, отбирают пробу водного и эфирного слоя по 0,2 мл; высушивают и измеряют радиоактивность водной и органической фазы на радиометрической установке. По полученным данным строят график зависимости lgD = f(C_{HCl}).

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Результаты измерений и расчетов, сведенные в таблицу

Номер пробирок	Количество, мл			Конц.раствора по HCl,М	Активность имп /с		lgD
	CoCl ₂	HCl	NH ₄ CNS		эфир.	вода	lgD
1				0,5			
2				1,0			
3				1,5			
4				3,0			
5				5,0			
6				6,0			

3.График зависимости lgD от кислотного раствора.

4. Выводы.

4.3 Метод хроматографии

Работа № 16. Хроматографическое разделение железа – 59 и фосфора – 32 на катионите.

Радионуклиды железа – 59 и фосфора – 32 в водной в водных технологических средах могут образовываться в результате активации нейтронами стабильных изотопов этих элементов по ядерным реакциям: $^{58}\text{Fe}(\text{n};\gamma)^{59}\text{Fe}$ и $^{31}\text{P}(\text{n};\gamma)^{32}\text{P}$

Разделение катионов железа и фосфат – ионов, в виде которых они находятся в водных растворах на катионите и анионите, является простейшим случаем хроматографического разделения изотопов.

При фильтрации раствора содержащего катион железа и анион фосфора, через слой ионита. Один из них сорбируется, а другой свободно проходит через колонку. Например, при использовании катионита: ион железа сорбируется, а фосфат – ион проходит через колонку и наоборот при использовании анионита фосфат – ион задерживается колонкой, ион – железа проходит через колонку. С помощью соответствующего элюэнта можно вымыть из ионита сорбированные ионы.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 10 - 15$ мм, снаряженная катионитом КУ-2- в Н-форме – 1 шт.; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; шприц на 10 мл; микропипетки на 0,2 мл - 3 шт.; пипетка на 10 мл - 2 шт.; стакан химический – 50 мл – 2 шт.; чашка Петри; цилиндр мерный на 10 мл и 100 мл; мерные колбы на 100 мл – 2 шт.; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; водный раствор содержащий ^{58}Fe и ^{32}P с объемной активностью $(3,5 - 5,0)10^2$ имп/с · мл; 3Н раствор соляной кислоты.

Порядок выполнения работы Хроматографическая колонка заполняется набухшим катионитом КУ – 2 в Н-форме. Высота слоя 60 – 80 мм. В исходном растворе 2 мл, содержащим нуклиды ^{58}Fe и ^{32}P определяют объемную активность отобрав на подложку 0,1 мл раствора. По дистиллированной воде устанавливают скорость фильтрации (1 – 1,5 мл/мин), воду в колонке сливают до верхнего слоя ионита и вводят исходный исследуемый раствор (2 мл) в хроматографическую колонку и фильтруют. Когда уровень достигает верхнего слоя сорбента, колонку промывают 30 мл дистиллированной воды. Первые 2 мл сливают в отходы, а последующий фильтрат собирают в 1-ю мерную колбу. При подходе уровня дистиллированной воды к верхнему слою ионита, колонка промывается 30 мл 3Н раствора соляной кислоты, фильтрат собирают во 2-ю мерную колбу.

Фильтрат в обеих колбах доводят до метки дистиллированной водой, из каждой колбы на подложку отбирают по 0, 2 мл пробы для определения общей активности фильтратов.

С фильтрата 1-й колбы снимают γ – спектр для контроля чистоты отделения.

По общей активности фильтрата в 1-й и во 2-й колбах находят соответственно отношение активности ^{58}Fe и ^{32}P в исходном растворе.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы
2. Результаты измерения и расчетные данные, связанные в таблицу

$n_{сч}(0,1 \text{ мл})$ имп/с	$\Sigma A_{исх}$ раств. имп/с	$n_{сч}$ имп/с		ΣA имп/с		ΣA_p
		2-й про- бы	3-й пробы	1-го фильтрата	2-го фильтрата	ΣA_{Fe}

3. Расчеты.

4. γ -спектр 1-го фильтрата.

5. Выводы.

Работа № 17. Хроматографическое разделение железа – 59 и кобальта – 60 на катионите

Радионуклиды ^{59}Fe и ^{60}Co образуются в атомных энергетических установках в результате активации нейтронами и протонами конструкционных материалов или продуктов их коррозии о ядерным реакциям: $^{58}Fe(n; \gamma) ^{59}Fe$; $^{60}Ni(n;p) ^{60}Co$. Их разделение основано на различном сродстве к катиониту КУ – 2 в Н – форме. Радионуклиды ^{59}Fe сорбируются прочнее чем ^{60}Co . Сначала из хроматографической колонки раствором кислоты меньшей концентрации вымывается ^{60}Co , имеющий меньшую величину константы обмена, а затем вымывается ^{59}Fe раствором кислоты большей концентрации.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 10 - 15$ мм, снаряженная катионитом КУ-2- в Н – форме; пробоотборник; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; шприц на 10 мл; микропипетки на 0,2 мл; пипетка на 10 мл – 2 шт.; стакан химический – 50 мл – 2 шт.; мерный цилиндр на 10 мл; чашка Петри; пересчетный прибор с торцовым счётчиком; раствор соляной кислоты 0,2 и 0,7Н; раствор радиоактивных изотопов ^{59}Fe и ^{60}Co с объемной активностью $1,5 - 2 \cdot 10^3$ имп/сек·мл.

Порядок выполнения работы. Хроматографическая колонка заполняется набухшим катионитом КУ – 2 в Н-форме. Высота слоя 80 – 100 мм. Для установления скорости фильтрации 1 – 1,5 мл/мин в колонку вводят раствор 0,2Н соляной кислоты, собирая ее в мерный цилиндр. Соляную кислоту фильтруют до верхнего слоя сорбента. Из исходного раствора 2 мл с рН = 5 содержащим разделяемые нуклиды ^{59}Fe и ^{60}Co отбирают пробу, объемом 0,1 мл для нахождения исходной объемной активности. Затем исходный раствор вносят в хроматографическую колонку и пропускают его с установленной скоростью до верхнего слоя ионита. Фильтрат собирают и сливают в емкость для радиоактивных отходов. Краник хроматографической колонки не перекрывают и ее промывают 10 мл 0,2Н раствором соляной кислоты, отбирая через каждые 1 мл по 2 капли на подложку. Затем колонку промывают 10 мл 0,7Н раствора соляной кислоты. Фильтрат собирают в стакан и сливают в емкость с радиоактивными отходами.

Подложки с пробами фильтрата сушатся и обсчитываются на радиометрической установке. По полученным данным строят кривые вымывания в координатах: радиоактивность проб – объем пропущенного раствора ($n_{сч} - V_{мл}$). В целях идентификации радиоактивных изотопов в фильтрах по 2-3 пробы, соответствующие максимумы кривых вымывания, обсчитываются на γ -спектрометрах вычисляют коэффициент разделения как отношение расстояния от начала координат до пиков вымывания.

Количественное содержание разделяемых элементов ΣA_{Fe} , и ΣA_{Co} , находящихся в смеси, и их соотношение находят по площадям под кривыми вымывания с учетом величины их пиков.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы
2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу

Номера проб/изм. и расчит. знач.		I	II	III	IV	V	VI	VII
1 фильтрат	V(мл)	1	2	3	4	5	6	7
	n _{сч} (имп/с)							
2 фильтрат	V(мл)	1	2	3	4	5	6	7
	n _{сч} (имп/с)							
$\Sigma A_{Fe}, (\text{имп/с})$								
$\Sigma A_{Co}, (\text{имп/с})$								
$K \text{ раз} = \frac{\Sigma A_{Fe}}{\Sigma A_{Co}}$								

3. Расчеты.
4. γ -спектр фильтрата.
5. Выводы.

Работа № 18. Хроматографическое разделение бария - 140 и лантана - 140 на катионите

Радиоактивные изотопы бария – 140 и лантана – 140 являются осколочными элементами, образующиеся непосредственно при делении ядерного «горючего», а также в результате распада других осколочных элементов.



Изотопы ^{140}Ba и ^{140}La являются генетически связанными изотопами в основном находятся в смеси в состоянии равновесия.

Их разделение основано на различной устойчивости цитратных комплексов. Разделение осуществляется методом элюэнтной хроматографии.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 10 - 15$ мм, снаряженная катионитом КУ-2- в Н – форме; пробоотборник; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; микропипетки на 0,2 мл; пипетка на 10 мл; стакан химический – 50 мл – 2 шт.; мерный цилиндр на 10 мл; чашка Петри; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; 5% раствор лимонной кислоты; раствор радиоактивного бария – 140, находящегося в равновесии с лантаном – 140 с объемной активностью $1,5 \cdot 10^3$ имп/сек·мл; раствор соляной кислоты;

Схема выполнения работы

Порядок выполнения работы. Хроматографическая колонка заполняется набухшим катионитом КУ – 2 в Н – форме. Высота слоя 80 – 100 мм. Получают сходный раствор 1 мл, содержащий радиоактивные изотопы ^{140}Ba и ^{140}La , отбирают пробу 0,1мл для определения объемной активности задачи.

По дистиллированной воде, устанавливают скорость фильтрации через хроматографическую колонку 1 – 1,5 мл/мин. Дистиллированную воду из колонки сливают до верхнего слоя и затем вводят исходный раствор 1 мл, содержащий изотопы ^{140}Ba и ^{140}La в верхнюю часть хроматографической колонки, фильтруя с установленной скоростью до верхнего слоя ионита. Затем колонку промывают 30 мл дистиллированной водой до pH = 6 – 7.

Лантан вымывают лимонной кислотой 30 мл нейтрализованной аммиаком до pH = 5,0, отбирая на подложки пробы фильтрата по 2 капли через 1 мл.

Барий вымывают 30 мл раствором лимонной кислоты с pH = 2,9 отбирая пробы фильтрата по 2 капли через 1 мин фильтраты собирают в стакан и сливают в отходы.

Подложки с пробами фильтрата 1 и 2 высушивают и обсчитывают на радиометрической установке.

По полученным результатам строят кривые вымывания в координатах: активность проб - объем пропущенного раствора ($n_{\text{сч}} - V \text{ мл}$)

В целях контроля чистоты разделения ^{140}Ba и ^{140}La , пробу фильтрата ^{140}La и соответствующую пику кривой вымывания, измеряют ежедневно в течение 14 дней. По кривой зависимости $\lg n_{\text{сч}} - t$ находят период полураспада радиоактивного изотопа.

Идентификацию изотопов можно осуществить путем снятия γ – спектров с проб, соответствующих пикам кривых вымывания.

Количественные содержания разделяемых элементов смеси и их соотношение находят по площади под кривыми вымывания с учетом величины их пиков.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы
2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу

$n_{\text{сч}} \text{ исх, имп/с} \cdot \text{мл}$			
$n_{\text{сч}} \text{ фильтр}$	1 фильтрат	$V_1(\text{мл})$	
		$n_{\text{сч}}$	
	2 фильтрат	$V_2(\text{мл})$	
		$n_{\text{сч}}$	
$n_{\text{сч}} \text{ исх, имп/с}$	t дней		
	$n_{\text{сч}}$		
$\Sigma \text{ La, (имп/с)}$		$\Sigma \text{ Ba (имп/с)}$	$\frac{\Sigma \text{ La}}{\Sigma \text{ Ba}}$

3. Расчеты.
4. γ -спектр фильтрата.
5. Выводы.

Работа № 19. Хроматографическое разделение стронция - 90 и иттрия - 90

Радиоактивные изотопы ^{90}Sr и ^{90}Y образуются непосредственно как осколочные элементы при делении ядерного «горючего», так и в результате распада других осколочных элементов, например:



Изотопы ^{90}Sr и ^{90}Y генетически связанные и как правило находятся в состоянии векового равновесия. Их разделение основано на различной сорбируемости ^{90}Sr и ^{90}Y на аноде ЭДЭ – 10П в цитратной форме и последующем их вымывании растворами лимонной и соляной кислотой.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 10 - 15$ мм, соприжатая набухшим анионитом ЭДЭ – 10П в цитратной форме, высота слоя ионита 60 – 80 мм; пробоотборник; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; шприц на 10 мл; микропипетки на 0,2 мл; пипетка на 10 мл; стакан химический – 50 мл – 2 шт.; чашка Петри; цилиндр мерный на 10 мл; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; 1Н раствор соляной кислоты; 5% раствор лимонной кислоты с рН – 3,5, водный раствор ^{90}Sr и ^{90}Y с объемной активностью $(1,5 - 2,0)10^2$ имп/сек мл; 25% раствор гидроксида аммония; подложки;

Порядок выполнения работы Хроматографическая колонка заполняется набухшим анионитом ЭДЭ – 10П в цитратной форме, наполняется дистиллированной водой для установления скорости фильтрации (1 – 1,5 мл/мин). Получив радиоактивный раствор 1 мл, содержащий ^{90}Sr и ^{90}Y отбирают пробу 0,1 мл, для определения объемной активности исходного раствора. При устанавливают скорость фильтрации (1 – 1,5 мл/мин), определяют объем капель фильтрата. Воду в колонке сливают до верхнего слоя ионита и вводят исходный исследуемый раствор (1мл) содержащий ^{90}Sr и ^{90}Y . Затем колонку промывают 20 мл дистиллированной воды.

Сорбированный на анионите стронций – 90 вымывают 30 мл раствора лимонной кислоты, нейтрализованной аммиаком до рН – 3,5, отбирают на подложки по 2 – 3 капли пробы фильтрата через 1 мл.

Иттрий – 90 из колонки элюируют из колонки раствором соляной кислоты до фоновых значений радиоактивности в пробах фильтрата. Во всех случаях фильтрат собирают в стакан и сливают в емкость с радиоактивными отходами.

Подложки с пробами фильтрата 1 и 2 высушивают и обсчитывают на радиометрической установке.

По полученным результатам строят кривые вымывания в координатах: активность проб - объем пропущенного раствора ($n_{\text{сч}} - V$ мл).

В целях контроля чистоты разделения ^{90}Sr и ^{90}Y подложки, соответствующую пику кривой вымывания, измеряют в течение четырех недель и по полученным данным строят графическую зависимость измерения радиоактивности проб во времени ($\lg n_{\text{сч}} - t$).

Графоаналитическим методом определяют чистоту ^{90}Sr и ^{90}Y в препаратах. По площадям под кривыми вымывания находят количества изотопов, бывших в исходном растворе, и соотношение их активности.

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы

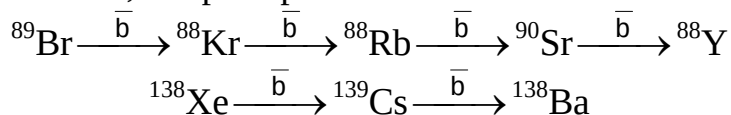
2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу

п _{сч} исх, имп/с·мл							
1фильтрат	V ₁ (мл)						
	п _{сч} имп/с						
2фильтрат	V ₂ (мл)						
	п _{сч} имп/с						
⁹⁰ Sr	t дней						
	п _{сч} имп/с						
⁹⁰ Y	t дней						
	п _{сч} имп/с						
Σ Sr , (имп/с)		Σ Y ,(имп/с)				ΣASi	
						ΣAY	

3. Расчеты.
4. Графики кривых вымывания и идентификации.
5. Выводы.

Работа № 20. Хроматографическое разделение рубидия и цезия

Радиоактивные изотопы рубидия и цезия образуются непосредственно как осколочные элементы при делении ядерного «горючего», так и в результате распада других осколочных элементов, например:



Разделение рубидия и цезия основано на способности фенольных групп катионита КУ – 1 к избирательному комплексообразованию с более тяжелыми ионами.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка d = 10 - 15 мм, снаряженная катионитом КУ-1- в Н – форме; пробоотборник; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; микропипетки; пипетка на 10 мл; стакан химический – 100 мл.; мерный цилиндр на 10 мл; чашка Петри; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; шприц на 10 мл; водный раствор цезия и рубидия с объемной активностью 2,5 - 5 · 10³ имп/с·мл; 0,1М и 5,5М концентрированные растворы соляной кислоты;

Порядок выполнения работы Хроматографическая колонка заполняется набухшим катионитом КУ – 1 в Н – форме, высота слоя 60 - 80 мм. Получают сходный раствор 1 мл, содержащий радиоактивные изотопы рубидия и цезия отбирают пробу 0,1мл для определения объемной активности задачи.

По дистиллированной воде, устанавливают скорость фильтрации через хроматографическую колонку 1,5 – 2 мл/мин. Дистиллированную воду из колонки сливают до верхнего слоя и затем вводят 2 мл 0,1Н раствора соляной кислоты, содер-

жащий изотопы рубидия и цезия. Затем колонку промывают 30 мл дистиллированной водой.

Сорбированные на катионите цезий и рубидий элюируют 20 мл 5,5М раствором соляной кислоты до фоновой радиоактивности в пробах фильтрата. Во всех случаях фильтрат собирают в химический стакан и сливают в отходы.

Подложки с пробами фильтрата 1 и 2 высушивают и обсчитывают на радиометрической установке.

По полученным результатам строят кривые вымывания в координатах: активность проб - объем пропущенного раствора ($n_{сч}$ - V мл)

В целях контроля чистоту разделения, цезия и рубидия подложки, соответствующую пику кривой вымывания, измеряют на γ – спектрометре.

Количественные содержания разделяемых элементов смеси и их соотношение находят по площади под кривыми вымывания с учетом величины их пиков.

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу.

$n_{сч,исх}$, имп/с·мл															
1фильтрат	V_1 (мл)														
	$n_{сч}$ имп/с														
2фильтрат	V_1 (мл)														
	$n_{сч}$ имп/с														
К раз		$\Sigma A_{Cs, (имп/с)}$							$\Sigma A_{Rb, (имп/с)}$					$\frac{\Sigma A_{Cs}}{\Sigma A_{Rb}}$	

3. Расчеты.
4. γ -спектр фильтрата.
5. Графики кривых вымывания.
6. Выводы.

Работа № 21. Выделение радионуклидов цезия на ферроцианиде титана КНТЖ – 1

В технологических водных средах в смеси могут находиться осколочные элементы цезий и йод, образующиеся непосредственно при делении ядерного «горючего» и в результате распада других осколочных элементов.

Кроме того, в смеси могут находиться анионные формы некоторых элементов, например фтора, молибдена и вольфрама. При выделении цезия из водного раствора предварительно удаляется анионитом АВ – 17 в хлор – форме присутствующие в растворе анионные формы радионуклидов. Затем в хроматографической колонке цезий собирается на ферроцианиде титана, который высушивается и обсчитывается на радиометрической установке.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 6 - 8$ мм; хроматографическая колонка $d = 10 - 15$ мм ; стеклянная воронка – 2 шт; химический стакан на 100 мл – 2 шт; мерные цилиндры на 25 мл – 2 шт; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; 0,1Н раствор хлористого аммония; 2М и концентрированный раствор соляной кислоты; этиловый спирт; раствор цезия – 137 с объемной активностью 3 – 5 имп/сек·мл; йод – 137 =30 – 50 имп/сек·мл;у

Порядок выполнения работы. В хроматографическую колонку диаметром 6 – 8 мм помещают 10 мл предварительно набухшего ионита АВ – 17 высотой 15 – 20 см. Во вторую хроматографическую колонку диаметром 10 – 15 мм помещают ферроцианид титана.

Высота слоя сорбента 10 мл. Получив 25 мл радиоактивного раствора, содержащего цезий – 137 и йод – 131, отбирают пробу 0,1 мл для определения общей объемной радиоактивности раствора.

По дистиллированной воде к колонке с анионитом а в колонке КНТЖ – 1 - 5,0 - 5,5 мл/мин до верхнего слоя сорбента, фильтрат сливают в отходы.

Радиоактивный раствор пропускают через анионит АВ – 17, промывают колонку 15 мл дистиллированной воды – фильтрат собирают в химический. В фильтрат после первой колонки добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты и пропускают через вторую хроматографическую колонку с КНТЖ – 1 со скоростью 5,0 – 5,5 мл/мин (установленной по дистиллированной воде). Далее колонку промывают 50 мл смешанного раствора 0,1Н хлорида аммония + 2М соляной кислоты со скоростью 10 мл/мин. Сорбент КНТЖ – 1 в колонке промывают 2 – 3 мл этилового спирта,, извлекают из колонки, сушат и обсчитывают на радиометрической установке. Выход цезия 90%.

При определении объемной активности цезия с сорбента КНТЖ – 1, содержащего, снимается γ - спектр.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Расчеты и данные измерения.
3. γ -спектр сорбента КНТЖ – 1.
4. Выводы.

Работа № 22. Выделение натрия сорбцией на пятиокиси сурьмы

Радионуклиды натрия в технологических средах образуются в результате активации нейтронами стабильных изотопов натрия, растворенных в воде по ядерной реакции $^{23}\text{Na}(n; \gamma) ^{24}\text{Na}$

Извлечение натрия из сильноокислой водной среды осуществляют с помощью селективного сорбента – пятиокиси сурьмы. Пятиокись сурьмы в хроматографической колонке закрепляется с помощью тонкой стеклянной ваты. Выход радиоактивного натрия количественный.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 10 - 15$ мм; стеклянная воронка – 2 шт.; химический стакан на 300 мл – 2 шт.; на 100 мл – 1 шт.; на 50 мл – 1 шт.; мерные цилиндры на 100мл; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; 6Н концентрированный раствор соляной кислоты; пятиокись сурьмы

кристаллическая; радиоактивный раствор, содержащий натрий (8 имп /сек· мл); фосфор – 32 - 30 имп/с·мл; йод – 137 - 30 имп/с·мл; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф;

Порядок выполнения работы. В хроматографическую колонку на высоту 10 см вместе со стеклянной ватой помещают 1г пятиокись сурьмы. По дистиллированной воде устанавливают скорость фильтрации 10 имп/мин и 20 мл/мин. Воду сливают до верхнего слоя сорбента.

Получив исследуемый раствор 10 мл, отбирают пробу 0,1 мл, для определения исходной объемной активности. Раствор подкисляют концентрированной кислотой HCl до 6Н и фильтруют через слой сорбента со скоростью 10 – 15 мл/мин. Далее колонку промывают 50 мл 6Н раствором HCl со скоростью 20 мл/мин.

Чистоту отмывки сорбента от радионуклидов йод – 131 и фосфор – 32 проверяют с помощью γ -спектрометра. При наличии радиоактивных примесей в сорбенте колонка промывается повторно.

После промывки смесь стеклянной ваты из колонки в стеклянный стакан и осторожно вату отделяют от сорбента, промывая ее 6Н раствором соляной кислоты. Затем раствор над сорбентом декантируют, а сорбент количественно переносят на подложку, высушивают и на радиометрической установке определяют радиоактивность натрия – 22.

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Расчеты.
3. Выводы.

Работа № 23. Разделение катионов методом осадительной хроматографии

Аниониты обычно используются для разделения простых анионов и металлов, находящихся в растворе в виде анионных комплексов. Однако, при определенных условиях их можно использовать и для разделения катионов. Такое разделение осуществимо, если один или несколько из разделенных катионитов образуют трудно-растворимое соединение с анионом, выделяемым анионитом в процессе анионного обмена. В этом случае, в таких процессах анионит играет роль специфического реагента – осадителя.

Например, если M_1X_n и M_2X_m хорошо растворимы и находятся в растворе, а хроматографической колонке находится анионит RA , то при пропускании указанного раствора через колонку будут происходить следующие реакции:



X^- и A^- - одновалентные анионы

n и m - валентность металлов

Осадительная реакция (2) отличается от обычных процессов осаждения тем, что ей предшествует реакция анионного обмена (1), а осадитель сам является твердым веществом. Поэтому конечным раствором не загрязняется катионитами осадителя и реакцию (2) можно провести как в статических, так и динамических условиях. В последнем случае анионит, заполняющий хроматографическую колонку, является не только осадителем, но фильтрующим материалом, так как образующийся в растворе и на поверхности анионита осадок очень прочно удерживается в колонке.

Оборудование и реактивы: Хроматографическая колонка $d = 3 - 5$ мм с анионом АВ – 17 в оксалатной форме; пробоотборник; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; стакан на 50 мл – 2 шт.; микропипетка на 0,2 мл; пипетка на 5 мл; чашка Петри – 2 шт.; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; 5 % раствор едкого натра; 6 М раствор соляной кислоты; перекись водорода; концентрированная азотная кислота; 1 мл раствора гидроксида аммония; радиоактивные растворы стронция – 89; цезия – 141; цезия – 137;

Порядок выполнения работы. Колонки заполняют набухшем анионом АВ – 17 на высоту 6 - 8 см. Через первую колонку фильтруют раствор NaOH со скоростью фильтрации 5 – 10 мл/мин, а через другую раствор щавелевой кислоты с той же скоростью фильтрации продолжается до исчезновения в фильтрате хлорид – ионов. Избыток гидроксида натрия и щавелевой кислоты из колонки удаляют пропусканием дистиллированной воды, свободной от CO_2

1-й способ: разделение: В колонку с анионом АВ – 17 в оксалатной форме вносят 0,2 мл исходного раствора смеси изотопов (предварительно определяется исходя объёмная активность). Скорость фильтрования через колонку поддерживают постоянной (5 - 10 капель в минуту) цезий – 137 вымывают 2- 3 мл дистиллированной воды. Каждую каплю на выходе колонки собирают на отдельную подложку, высушивают и измеряют на радиометрической установке. Стронций – 89 и церий – 144 вымывают из колонки 2 – 3 мл. К полученному раствору добавляют по 0,5 мл перекиси водорода и концентрированной азотной кислоты и упаривают до 0,2 мл. Полученный раствор вносят в колонку с анионом АВ-17 в ОН- форме, из которой вымывают 2-3 воды. Как и ранее, на выходе в колонке собирают каждую каплю отдельно, сушат и измеряют ее радиоактивность. Цезий – 144 вымывают 2-3 мл 1М соляной кислоты, собирая элюат также и в предыдущих случаях.

2-й способ разделения: В колонку с анионом АВ – 17 ОН – форме вносят 0,2 мл исходного раствора смеси изотопов (предварительно определяется исходная объёмная активность). Через колонку пропускают 2 - 3 мл 1М раствора гидроксида аммония, со скоростью 6 – 10 капель в минуту. Элюат собирают в стакан на 50 мл. В колонке осаждается церий – 144, который в дальнейшем вымывается 2 - 3 мл 6М соляной кислоты, собирая на выходе каждую каплю отдельно для измерения активности.

Элюат, содержащий цезий – 137 и стронций – 89, собранный в стакане на 50 мл упаривают до 0,2 мл и переносят в колонку с анионом АВ – 17 в оксалатной форме, которую затем промывают 2 – 3 мл дистиллированной воды для удаления цезия – 137. Элюат собирают по каплям на отдельные подложки, сушат и измеряют на радиометрической установке.

Стронций -89 из колонки вымывают 2- 3 мл 6М соляной кислоты. Элюат собирают по каплям, сушат и измеряют на радиометрической установке.

По результатам измерений радиоактивности проб (подложек) строят кривые вымывания радионуклидов в координатах : скорость счета – количество капель. Определяют исходную активность раствора и количественное соотношение разделённых радионуклидов.

Содержание отсчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.

2. Результаты измерений и расчетные данные, сведенные в таблицу.

^{137}Cs	N(к-во капель)			
	$n_{\text{сч}}$ (имп/с)			
^{89}Sr	N(к-во капель)			
	$n_{\text{сч}}$ (имп/с)			
^{144}Ce	N(к-во капель)			
	$n_{\text{сч}}$ (имп/с)			
$\Sigma A_{^{137}\text{Cs}}$, имп/с		$\Sigma A_{^{89}\text{Sr}}$, имп/с	$\Sigma A_{^{144}\text{Ce}}$, имп/с	$\Sigma A_{\text{Cs}}; \Sigma A_{\text{Sr}}; \Sigma A_{\text{Ce}}$

3. Расчеты.

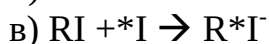
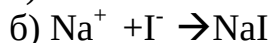
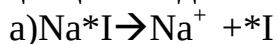
4. График кривых вымывания.

5. Выводы.

4.4 Изотопное разбавление и радиометрическое титрование

Работа № 24. Гомогенный изотопный обмен йодом между йодистым этилом и йодистым натрием

Обмен йодом между йодистым этилом и йодистым натрием протекает через диссоциацию йодистого натрия:



Изучение данной реакции очень удобно и показательно необходимо проводить в среде абсолютного спирта.

Оборудование и реактивы: Бюретка с краником на 25 мл; воронка диаметром 3-4 см; мерная колба на 100 мл; химический стакан на 50 мл; стаканы на 25 мл; круглоголовая колба на 100 мл; обратный холодильник (шариковый); пипетки на 10 мл; шприц на 20 мл; делительная воронка на 150-200 мл; мерный цилиндр на 10 мл; подложки для радиоактивных проб; чашка Петри; весы аналитические; водяная баня; радиометрическая установка с торцовым счетчиком; раствор йодистого натрия, меченный йодом -131 10 – 20 расп/сек·мл в бюксе над хлористым кальцием; абсолютный спирт этиловый; вода дистиллированная.

Порядок выполнения работы. К концентрированному раствору йодистого натрия содержащего 50 г вещества добавляют раствор йодида натрия, меченого йодом – 131 – 10 мл. Полученную смесь тщательно перемешивают и выпаривают на водяной бане. Образовавшийся безводный йодистый натрий, меченый йодом – 131 растирают в ступке и хранят в эксикаторе с хлористым кальцием.

Навеску 4 г йодистого натрия, меченного йодом -131 и 40 г йодистого этила растворяют отдельно в 40 мл абсолютного спирта и сливают в мерную колбу на 100 мл. Отбирают 3 пробы по 0,2 мл для определения исходной радиоактивности. 25 мл раствора обменивающихся веществ переносят в круглую колбу с обратным холодильником и кипятят на водяной бане в течение 30 - 35 мин.

Из оставшегося в мерной колбе раствора отбирают пробы объемом 8 – 10 мл через каждые 10 мин.

Отобранную пробу помещают в делительную воронку на 150 мл и промывают 100 мл дистиллированной воды. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 3 – 5 мин. После расслоения фаз, фазы разделяют. Йодистым этил, находящийся в нижнем слое, сливают в стакан на 25 мл и отбирают 3 пробы объемом по 0,5 мл для измерения радиоактивности (скорости счета). Оставшийся растворы йодистого натрия и йодистого этила сливают в емкость для радиоактивных растворов.

После кипячения в круглой колбе с обратным холодильником и охлаждении смеси, отбирают пробу объемом 10 мл. Отобранную пробу помещают в делительную воронку на 150 мл и приливают 100 мл дистиллированной воды, содержимое воронки энергично встряхивают в течение 3 - 5 мин. После расслоения фаз, фазы разделяют йодистый этил, находящийся в нижнем слое, сливают в стакан на 25 мл и отбирают 3 пробы объемом по 0,5 мл для измерения радиоактивности оставшиеся растворы йодистого натрия и йодистого этила сливают в емкость для радиоактивных растворов.

После кипячения в круглой колбе с обратным холодильником и охлаждении смеси, отбирают пробу объемом 10 мл. Отобранную пробу помещают в делительную воронку на 150 мл и приливают 100 мл дистиллированной воды, содержимое воронки энергично встряхивают в течение 3 – 5 мин. После расслоения фаз нижнюю фазу сливают в стакан на 25 мл и отбирают 3 пробы объемом по 0,5 мл для измерения радиоактивности.

Аналогичным путем проводят исследования изотопного обмена при других концентрациях обменивающихся веществ.

Результаты измерения и расчётные данные вводятся в таблицу.

При расчетах концентрации обменивающихся веществ можно заменить значения скорости счета, так как разделение прямо пропорционально концентрации йода – 131 в этих соединениях.

Величину степени обмена определяют по уравнению (1)

$$F = \frac{nt}{n\infty} \quad (1)$$

nt – значение скорости счета отобранной пробы на время, после начала изотопного обмена, имп/сек·мл;

$n\infty$ – значение скорости счета отобранной пробы, кипятившейся в течение 30 – 35 мин, то есть на время равнораспределения, имп/с·мл;

За начало изотопного обмена принимается время смешения йодистого натрия и йодистого этила. По расчетным данным строят график зависимости $\lg(1 - F)$ от времени t и графическим путем определяют период полураспада, значение константы скорости изотопного обмена определяют по уравнению (2)

$$K = \frac{\ln 2}{([AX] + \frac{[BX]t}{2})} \quad (2)$$

$[AX] + [BX]$ - концентрации веществ, участвующих в обмене

$t_{1/2}$ - период полуобмена

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу.
3. Расчеты.

4. Графики.
5. Выводы.

Работа № 25. Радиометрическое титрование гидрофосфата натрия хлористым магнием

В качестве исследуемого вещества берут гидрофосфат натрия, меченный радиоактивным раствором хлористого магния.

Оборудование и реактивы: Химический стакан на 100 мл; химические колбы на 100 мл – 6 шт; микропипетки на 0,1 мл – 1 шт; пипетки на 5 мл – 6 шт; пипетка на 1 мл; стеклянные палочки; бюретки на 25 – 50 мл – 4 шт; центрифужные пробирки; водяная баня; весы аналитические; центрифуга; ; лампа «Солюкс» или сушильный шкаф; подложки для проб; чашка Петри; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; раствор гидрофосфата натрия с концентрацией $13,9 \text{ г/дм}^3$; раствор фосфора в виде Na_2HPO_4 ; раствор хлористого магния в 2Н соляной кислоте с концентрацией 2 г/дм^3 ; раствор 2Н соляной кислоты; раствор 2Н хлористого аммония; раствор 5% гидроксида аммония; концентрированный раствор гидроксида аммония.

Порядок выполнения работы. В химический стакан емкостью 100 мл помещают 50 мл раствора гидрофосфата натрия неизвестной концентрации и вводят необходимое количество радиоактивного фосфора - 32 в виде Na_2HPO_4 из расчета, чтобы объемная активность полученного раствора находилась в пределах $2,5 - 5 \cdot 10^2$ имп/сек·мл;

В шесть колб емкостью 100 мл вводят по 5 мл гидрофосфата натрия и приливают по 10 мл 2Н хлористого аммония и по 5 мл концентрированного раствора гидроксида аммония. Содержимое колб нагревают на водяной бане $40 - 45^\circ\text{C}$ и медленно при перемешивании в каждую пробу добавляют от 1 до 12 мл раствора хлористого магния в 2Н соляной кислоте. В колбах доводят объем раствора до 35 мл дистиллированной водой нагретой до $40 - 45^\circ\text{C}$.

Для подавления гидроксида и уменьшение растворимости осадка в каждую пробу, после остывания осадка, добавляют по 5 мл концентрированного раствора гидроксида аммония.

Затем колбы закрывают стеклами и оставляют на 1,5 – 2 часа для выпаривания и созревания осадка.

После отстаивания осадка из каждой колбы отбирают в центрифужные пробирки по 8 – 10 мл осветленного раствора и отфуговывают на центрифуге, после чего из каждой центрифужной пробирки отбирают на подложки по 3 пробы по 0,5 мл раствора, высушивают и измеряют на радиометрической установке. Результаты измерений сводят в таблицу, строят график зависимости радиоактивности раствора от объема добавленного осадителя.

$$V_3 = \frac{V_2(A_1 - F) - V_1(A_2 - F)}{A_1 - A_2} \quad (1)$$

V_3 - эквивалентный объем осадителя, мл

A_1 и A_2 – скорость счета раствора соответствующие объемам введенного осадителя

F - скорость счета

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.
2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу.
3. Расчеты.
4. Графики.
5. Выводы.

Работа № 26. Определение количества стронция в растворе методом изотопного разбавления

В количестве исследуемого вещества берут раствор азотнокислого стронция, концентрация которого позволяет выделить стронций из раствора и другую фазу. В отобранную пробу исходного раствора вводится радиоактивный стронций. Выделение стронция из раствора в осадок осуществляется в виде его карбоната.

По известному количеству и радиоактивности выделенного стронция рассчитывается его содержание в анализируемой пробе.

Оборудование и реактивы: пипетки на 10; 1; 0,1; стеклянные палочки; эксикатор; центрифужные пробирки; весы аналитические; центрифуга; подложки для проб; радиометрическая установка с торцовым счётчиком; раствор радиоактивного стронция; раствор азотнокислого стронция; раствор натрия 0,5; раствор соляной кислоты; 2Н; сушильный шкаф;

Порядок выполнения работы. С помощью пипетки в две центрифужные пробирки отбирают по 10 мл исследуемого раствора азотнокислого стронция неизвестной концентрации. В каждую пробирку вводят по 1 мл раствора радиоактивного стронция, определив предварительно его объемную активность, отобрав 3 пробы по 0,1 мл.

Содержимое пробирок нагревают при перемешивании стеклянной палочкой на водяной бане. К горячему раствору при перемешивании добавляют по каплям 0,5М раствор карбоната натрия до выпаривания осадка стронция. Раствор с осадком охлаждают в штативе для пробирок в течение 25 – 30 мин.

Две чистые подложки помещают в чашку Петри и выдерживают в течение 20 – 25 мин в сушильном шкафу при температуре 160 – 190 °С, затем переносят на 20 – 25 мин в экстрактор с хлористым кальцием для охлаждения.

На аналитических весах взвешивают подложки с точностью до четвертого знака и помещают их в эксикатор.

Полученный в пробирках осадок отделяют от раствора центрифугированием, дважды промывают теплой водой и растворяют, добавляя 2Н соляную кислоту каплям. Очередную каплю соляной кислоты вводят после прекращения выделения пузырьков углекислого газа.

После растворения осадка, при необходимости увеличивают объем раствора, в центрифужную пробирку дополнительно добавляют 2 – 3 капли дистиллированной воды.

Раствор из центрифужных пробирок количественно переносят на предварительно взвешенные подложки, которые затем высушиваются с выдержкой 20 - 30 мин в сушильном шкафу и взвешиваются с точностью до 4-го знака.

После этих операций рассчитывают вес осадка в граммах. Затем определяют активность препаратов. Результаты всех измерений сводят в таблицу.

Количество азотнокислого стронция в исследуемом растворе определяют по уравнению:

$$P_1 = \frac{A_2}{A_3} \cdot P_3 \frac{211,65}{158,64} \cdot \frac{1}{10} \quad (1)$$

P_1 - количество азотнокислого стронция, г

P_3 - количество выделяемого хлористого стронция, г

A_2 - общая активность радиоактивного стронция, взятая для проведения опыта имп/с.

A_3 - активность выделенного хлористого стронция, имп/с.

211,65 – молекулярный вес нитрата стронция

158,64 – молекулярный вес хлорида стронция

Содержание отчета:

1. Краткое изложение методики или алгоритм – схема выполнения лабораторной работы.

2. Результаты измерения радиоактивности и расчетные данные, связанные в таблицу.

3. Расчеты.

4. Графики.

5. Выводы.

4.5 Методы определения радиоактивного загрязнения объектов окружающей среды

4.5.1 Виды радиоактивных препаратов и методики их приготовления

Пробы, поступившие на измерение радиоактивности, могут быть в твердом, в жидком или газообразном состоянии. Из поступивших проб готовят радиоактивные препараты. При этом, в зависимости от метода приготовления, физико-химических свойств и характера излучения могут быть изготовлены тонкослойные или толстослойные препараты.

Тонкослойными называются препараты, для которых можно пренебречь самопоглощением и саморассеянием.

Для α -частиц средней энергии тонкими источниками являются препараты толщиной не более 0,01 мг/см², для β -излучения – не более 0,1 мг/см² (при $E=0,4$ МэВ).

Толстослойными называются препараты, дальнейшее увеличение толщины которых не приводит к увеличению скорости счета.

Для α -частиц средней энергии толщина препарата более 25 мг/см², для β -частиц - 700-1000 мг/см² (для «жесткого» излучения).

Для приготовления тонкослойных α -препаратов используют метод упаривания растворов с низким солесодержанием при нанесении раствора на специальную подложку и высушивании под лампой «Солюкс» (или сушильном шкафу) при температуре 90-95 °С.

В качестве подложек для приготовления тонкослойных препаратов методом упаривания используют нержавеющую сталь или алюминиевую фольгу толщиной 0,3-1,0 мм.

Пробу радиоактивного раствора наносят на подложку равномерно по всей площади с помощью пипеток, далее раствор выпаривают под лампой «Солюкс» или в сушильном шкафу.

Толстослойные радиоактивные препараты могут быть насыпными или прессованными.

При насыпном метода измеряющую сухую пробу (порошок) насыпают на предварительно взвешенную подложку, слегка уплотняют через бумажную кальку и взвешивают.

Толстослойные препараты обычно готовят для β -излучателей преимущественно насыпным методом. Для их приготовления используют специальные кюветы (подложки) – размеры и форму определяют детектором излучения.

Глубина кювет должна быть не менее 10-15 мм.

Радиоактивность приготовленного препарата желательно измерять на тонкой подложке, которая позволяет пренебречь обратным рассеянием β -частиц.

4.5.2 Отбор и подготовка проб для измерений радиоактивных параметров окружающей среды

Работа № 1. Контроль объемной радиоактивности атмосферного воздуха

Отбор проб. Контроль загрязнения воздуха радиоактивными аэрозолями осуществляется аспирационным методом при помощи воздухофильтрующих установок (ВФУ) с вентиляторами типа 12КС-34, смонтированных на постоянных пунктах наблюдения.

Отбор проб воздуха для определения β -активности аэрозолей осуществляется прокачиванием воздуха через фильтровальную ткань типа ФПП-15-1,5, заклепленную на фильтродержателе ВФУ. Фильтродержатель крепится в горизонтальном положении на высоте 1,5-1,7 м. Количество прокаченного воздуха измеряется микроманометром ММН-240.

Крепление фильтровальной ткани на фильтродержателе осуществляется таким образом, чтобы направление движения воздуха через ткань шло от фильтрующего слоя ткани к марлевой подложке. Периодичность смены фильтра аспирационной установки - семь суток.

Снятый фильтр сворачивают наружной стороной внутрь и помещают в пластиковый пакет. В сопроводительной записке указывается номер поста, дату и время отбора пробы. В журнале отбора проб в лаборатории необходимо записать дату и время отбора пробы, номер поста, объем прокаченного воздуха (определяется по времени работы ВФУ).

Подготовка проб к измерениям. После доставки аэрозольных фильтров в лабораторию, их плотно сворачивают и проводят прямое измерение на гамма-спектрометре. Затем фильтры помещают в фарфоровые чашки и озоляют в муфельной печи при температуре 400-450 °С.

После озоления остывшую золу взвешивают, помещают на подложку и передают на радиометрические измерения.

Результат взвешивания и номер подложки заносят в журнал подготовки проб до радиометрического измерения должно составлять не менее трех суток до распада короткоживущих радионуклидов естественных родов урана и тория.

Работа № 2. Контроль радиоактивных выпадений из атмосферы

Отбор проб. Контроль радиоактивных выпадений из атмосферы производится седиментационным методом при помощи металлических кювет, устанавливаемых во всех постоянных пунктах наблюдения и контрольном пункте. Размеры кюветы 0,5*0,5 м с высотой бортиков 15 см. Кюветы размещены по постам внешнего радиационного контроля в районе расположения АЭС или предприятий ЯТЦ. Кювета устанавливаются на высоте около 1,5 м от поверхности земли на металлических стойках.

Дно кюветы застилается фильтровальной бумагой, которая прижимается специальной рамкой ко дну. Длительность экспозиции кюветы – две недели.

При отборе пробы атмосферных выпадений фильтровальную бумагу снимают, аккуратно складывая внешней стороной внутрь, и тщательно протирают ею дно и внутренние борта кюветы. Бумагу переносят в пластиковый пакет. В пакет также помещают сопроводительную записку, в которой указывают номер поста и дату отбора пробы, и доставляют пробу в лаборатории.

При наличии в кювете дождевой или талой воды ее следует слить в тот же пластиковый пакет или в пронумерованный сосуд. Во избежание размокания сопроводительную записку необходимо прикреплять к наружной стороне пакета или же использовать заранее пронумерованные пакеты.

В зимний период, когда в кювете собирается снег или замерзшая вода, необходимо перенести лопаткой снег из кюветы в пластмассовый пакет, туда же складывают предварительно расколотый на куски лед.

Нельзя допускать переполнения кюветы атмосферными осадками. Для этого периодически часть осадков необходимо переносить в другой сосуд, а после окончания срока экспозиции присоединить их к основной пробе.

Проба атмосферных выпадений не должна содержать посторонние примеси. Обнаруженные в кюветах листья, насекомые и т. п. промывают обессоленной водой и удаляют. Промывную воду присоединяют к основной пробе. Эту операцию допускается проводить в лаборатории.

В журнале отбора проб заносят данные отбора: номер поста, пункт, дату установки фильтровальной бумаги в кювете.

Подготовка проб к измерениям. Фильтровальную бумагу из каждой кюветы озоляют в пронумерованных фарфоровых чашках в муфельной печи при температуре 400-450 °С до полного озоления.

Жидкость из кювет, если такая имеется, после доставки в лабораторию сливают из емкости в пронумерованные стаканы и выпаривают до мокрых солей. Для подавления адсорбции стенками стаканов, раствор подкисляют концентрированным раствором азотной кислоты до pH=2-2,5. Фильтрами чисто протирают дно и стенки стакана, в котором выпаривалась вода, плотно сворачивают и помещают в пронумерованную фарфоровую чашку вместе с основным фильтром кюветы. Озоляют в муфельной печи при температуре 400-450 °С до полного озоления.

Остывшую золу взвешивают, записывают в журнале подготовки проб. Берут 0,2 г золы, помещают на алюминиевую подложку, далее смачивают 5-10 каплями этилового спирта, равномерно распределяя смесь, и высушивают в сушильном шкафу. Высушенные пробы (подложки) передают на радиометрический и спектрометрический контроль, записав в журнале подготовки проб номер подложки.

Работа № 3. Контроль объемной радиоактивности природных сбросовых и подземных вод

Отбор проб. Пробы воды, отбираемые для анализа должны быть представленными, то есть отражать условия в месте их отбора.

Пробы воды из водоема отбираемой из поверхностного слоя на глубине 0,3-0,5 м на открытых участках, в свободных от водной растительности, не взмучивая воду, специально предназначенным для этих целей ведром. Перед отбором пробы ведро и полиэтиленовая канистра, в которую отбирается проба, тщательно ополаскивается водой на месте отбора.

Объем отбираемой пробы не менее 2л. Отобранная проба переливается в полиэтиленовую канистру и маркируется.

Сбросовую воду отбирают в специально оборудованных местах с помощью отдельной емкости, не предназначенной для отбора природных вод, в чистые промаркированные полиэтиленовые канистры предварительно промытых исследуемой водой.

При контроле подземных вод из наблюдательных скважин воду отбирают специальным пробоотборником (стакан из нержавеющей стали) в объеме не менее двух литров в чистые, пронумерованные канистры, предварительно извлекая из скважины 2-3 объема на выброс.

В журнале отбора проб отмечают место отбора воды, дату отбора, объем пробы.

Подготовка проб к измерениям. Исследуемую пробу воду тщательно перемешивают, отмеряют мерным цилиндром 1 л и выливают в термостойкий стакан. Оставшуюся часть пробы сохраняют (в случае повторного анализа) до получения результатов.

Пробу подкисляют концентрированным раствором азотной кислоты до pH 2-2,5 и выпаривают на электрической плите при температуре 90-95 °С, не допуская потерь радионуклидов за счет капельного уноса. После испарения воды дно и стенки стакана тщательно протирают фильтровальной бумагой, плотно ее сворачивают и помещают в пронумерованную фарфоровую чашку, после чего чашку прокаливают в муфельной печи при температуре 400-450 °С в течение 1 часа.

После озоления и охлаждения содержимое чашки взвешивают на алюминиевой подложке, предварительно смочив 5-10 каплями этилового спирта, распределив равномерно на подложке и подсушив в сушильном шкафу и передают на радиометрический и спектрометрический контроль.

В журнале подготовки проб записывают дату взвешивания, номер пробы, все золы и номер подложки.

Работа № 4. Контроль удельной радиоактивности пробы

Отбор проб. Отбор проб производится на цельных участках почвы в местах расположения кювет. Следует избегать отбора проб на песчаных участках, лишенных растительности и травяного покрова. Место отбора пробы должно быть ровным, однородным, открытым.

Предварительно с места отбора пробы удаляют травяной покров. Пробы отбирают с помощью металлической рамки на глубине 5 см. Пробы отобранные по вершинам треугольника со сторонами 50 м и состоящие из трех образцов, объединяют в одну пробу.

Доставку пробы в лабораторию производят в пластиковых пакетах с сопроводительной запиской о месте отбора пробы. В журнале отбора пробы отмечают пункт отбора почвы, дату и площадь отбора.

Подготовка проб к измерениям. Доставленную в лабораторию пробу взвешивают и записывают все в журнале подготовки проб. Из образцов почвы отделяют растительную часть и различные органические включения, которые озоляют в муфельной печи при 400-450 °С в течение 1,5-2 часов. Золу перемешивают с начальным образцом (минеральная часть), переносят на металлические противни, высушивают в сушильном шкафу при температуре 100-150 °С до суховоздушного состояния и взвешивают. Суховоздушный вес пробы отмечают в журнале подготовки проб.

Далее отбирают среднюю пробу почвы, для чего образец рассыпают равномерно на бумаге в виде квадрата, и делят диагоналями на четыре части. Две противоположные части отсыпают в пакет для хранения. Две другие части опять смешивают и рассыпают на бумаге, затем берут среднюю пробу 300 г из нескольких частей рассыпанной почвы на подложке отвешивают 5 г прокаленной пробы. И передают на радиометрический и спектрометрический контроль. В журнале подготовки проб записывается все прокаленные почвы, номер поста, номер подложки, дату взвешивания

Работа № 5. Контроль удельной радиоактивности донных отложений

Отбор проб. Отбор проб донных отложений на мелководье производится путем осторожного снятия поверхностного слоя отложений широкогорлым сосудом. На более глубоких местах отбор производится при помощи дночерпателя Дч-0,025.

Выемку проб донных отложений производят один раз в год, во второй половине лета в местах отбора воды. Для полного анализа пробы отбирают 2-3 кг (сырая масса). В сопроводительной записке указывают пункт и дату отбора пробы. Пробу после отстаивания и удаления жидкости взвешивают. Сырой вес пробы заносят в журнал отбора проб.

Подготовка проб к измерениям. Пробы донных отложений высушивают на металлических противнях в сушильном шкафу при 100-150 °С до суховоздушного состояния, взвешивают, измельчают в фарфоровой ступке, отбирают навеску 300 г и прокаливают при температуре 400-450 °С в муфельной печи.

На металлической подложке отвешивают 5 г прокаленной пробы, и передают на радиометрические и спектрометрические измерения. В журнале подготовки проб записывается все прокаленной пробы, номер подложки и дата взвешивания.

Работа № 6. Контроль удельной радиоактивности растительности

Отбор проб. Отбор проб растительности производится один раз в год в период максимальной вегетации растений.

Траву срезают косой, ножницами или серпом у поверхности земли. Пробу отбирают в одном пункте из трех-четырех точек. Для полного анализа растительности отбирают 2-3 кг пробы.

Доставку проб растительности в лабораторию производят в пластиковых или полиэтиленовых пакетах. В сопроводительной записке указывают место отбора, дату отбора пробы и вес сырой пробы.

Подготовка проб к измерениям. Доставленную в лабораторию пробу взвешивают для определения уточненного сырого веса. Далее высушивают при комнатной температуре до суховоздушного состояния. В журнале подготовки проб отмечают сырой и сухой вес.

Высушенную траву обугливают на электроплитке, затем озоляют в муфельной печи при 400-450 °С. После охлаждения золу взвешивают, отмечают полученный вес в журнале подготовки проб.

Навеску золы 2 г наносят на подложку, смачивают 3-5 каплями этилового спирта, равномерно распределяют по поверхности подложки, подсушивают и передают на радиометрические и спектрометрические измерения. В журнале отмечают вес навески, номер поста, номер подложки и дату взвешивания.

Работа № 7. Контроль удельной радиоактивности водорослей

Отбор проб. Пробы водорослей отбирают один раз в год в период наибольшего их размножения, во второй половине лета в местах отбора воды.

При отборе водорослей предпочтение следует отдавать прикрепленным ко дну погруженным формам, имеющим относительно большую поверхность и тонкую структуру (например, нитчатые водоросли). Пробы водорослей отбирают в 3-5 м от берега. Для полного анализа отбирают 1-2 кг водорослей.

Доставку проб водорослей в лабораторию производят в пластиковых или полиэтиленовых пакетах. В сопроводительной записке и в журнале отбора проб отмечают номер пробы, дату и место отбора.

Подготовка проб к измерениям. Доставленные в лабораторию пробы водорослей тщательно прополаскивают для освобождения от ила и других загрязнений. После удаления влаги при помощи фильтровальной бумаги, взвешивают и записывают сырой вес в журнале подготовки проб.

Затем водоросли измельчают, высушивают на металлическом противне в сушильном шкафу до суховоздушного состояния при температуре 100-150 °С.

Высушенную пробу взвешивают и озоляют в муфельной печи при температуре 400-450 °С. Золу после охлаждения взвешивают. Отбирают навеску 2 г, наносят на подложку, смачивают 3-5 каплями этилового спирта, подсушивают и передают на радиометрические и спектрометрические измерения. В журнале подготовки проб отмечают вес золы, навеску, пункт отбора, номер подложки и дату.

Работа № 8. Контроль удельной радиоактивности молока, рыбы и сельскохозяйственной продукции

Отбор проб. К числу продуктов подлежащих обязательному контролю относятся рыба, молого, зерно пшеницы и других злаковых культур, овощи и фрукты.

Для исследования рыбы, ее отлавливают из контролируемых водоемов. Общая масса пробы должна быть не менее 5 кг.

Зерно, овощи, фрукты отбирают один раз в году в период уборки крожая непосредственно в местах их выращивания в количестве по 4-5 кг зерновых, и по 10-15 кг овощей и фруктов.

Молоко отбирают на сливных пунктах или непосредственно на фермах, где производится доение коров. Объем пробы должен составлять 5-10 л.

При доставке проб в лабораторию в журнале отбора проб записывают дату, пункт и место отбора и количество пробы.

Подготовка проб к измерениям. Подготавливаемые пробы обугливают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при 400-450 °С до полного озоления.

Золу после охлаждения взвешивают, помещают навеску 2 г на подложку, смачивают 3-5 каплями этилового спирта, просушивают и передают на радиометрические и спектрометрические измерения. Данные по пробе заносят в журнал подготовки проб.

Работа № 9. Определение загрязненности радиоактивными веществами рабочих поверхностей при работе с радиоактивностью

При работе с радиоактивностью в радиохимической лаборатории в соответствии с ОСПОРБ-99 необходимо регулярно проверять степень загрязненности различных поверхностей, на которых могли попасть радиоактивные вещества. Уровень загрязненности определяется по выходу альфа- или бета-частиц в верхнюю полусферу над одним 1 см³ поверхности (частиц/см²мин).

Различают нефиксированную, неснимающую и общую (суммарную) загрязненность. Уровни загрязнения рук, перчаток, спецодежды, оборудования, поверхности столов и т.д. нормируются исходя из опасности попадания радионуклидов внутрь организма (НРБ-99 табл.5.1). Поэтому допустимое количество радиоактивных ядер на 1 см² поверхности во много раз меньше того количества которое может создать предельно-допустимую дозу внешнего облучения.

Уровень общей загрязненности $F_{\text{загр}}$ определяют переносными приборами (радиометрами) с учетом коэффициента счета $K_{\text{сч}}$.

$$F_{\text{загр}} = \frac{(I_{\text{сч,загр}} - I_{\text{сч,ф}})}{S_q} \cdot K_{\text{сч}} \quad (1)$$

где $I_{\text{сч,загр}}$ и $I_{\text{сч,ф}}$ – скорость счета загрязненной поверхности и фона соответственно, имп/мин;

S_q – площадь окна детектора, см².

Таблица 1 - Допустимые уровни радиоактивного загрязнения поверхностей

Объект загрязнения	Альфа-активные нуклиды, част/см ² мин		Бета-активные нуклиды част/см ² мин,
	Отдельные	Прочие	
Неповрежденная кожи, полотенца, внутренняя поверхность лицевых частей индивидуальной защиты и перчаток	2	2	200
Основная спецодежда, внутренняя поверхность дополнительных СИЗ, спецобувь	5	20	2000
Поверхности помещений постоянного пребывания персонала и находящегося в них оборудования	5	20	2000
Поверхности помещений периодического пребывания персонала и находящегося в них оборудования	50	200	10000

Ход выполнения работы

1. Знакомство с краткой инструкцией по работе с радиометром и подготовка его к измерениям.

2. Измерение скорости счета фона (3 измерения по 1 мин).

3. Градуировка радиометра по эталонным источникам бета-излучения С-14, Со-60; Те-204, равновесная смесь Sr-90(У-90). Энергия излучения и периоды полураспада этих изотопов выбираются из справочника. Эффективная энергия бета-частиц источника Sr-90(У-90), значения которой обычно используют при построении калибровочного графика в координатах $K_{сч} - E_{\beta}$ равна 1,6 МэВ.

Три эталонных источника являются «чистыми» бета-излучателями, в то время как распад Со-60 сопровождается испусканием двух жестких гамма-квантов. В этом случае, при калибровке радиометра проводят два измерения: сначала - общей скорости счета эталонного препарата ($I_{сч\ эт1} = I_{\beta} + I_{\gamma} + I_{\phi}$), затем - скорости счета, обусловленной гамма-излучением ($I_{сч\ эт2} = I_{\gamma} + I_{\phi}$). При втором измерении между окном детектора и препаратом помещают алюминиевый диск, толщина которого равна максимальному пробегу бета-частиц (80-81 мг/см²).

Разность между $I_{сч\ эт1}$ и $I_{сч\ эт2}$ соответствует скорости счета бета-излучения Со-60.

Для каждого эталона проводят по три измерения скорости счета.

$I_{сч\ эт}$ (для Со-60 по 3 измерения $I_{сч\ эт1}$ и $I_{сч\ эт2}$) продолжительностью по 1 мин, находят средние значения ($I_{сч\ эт2} - I_{сч\ ф}$), и погрешность.

Таблица 2

№ п/п	Изотоп, период полураспада	$F_{\text{эт}}(2\pi)$, част/мин		$(I_{сч\ эт2} - I_{сч\ ф})$	$K_{сч, i}$, имп/мин	$E_{\beta\text{max}}$, МэВ	$K_{сч, i} \pm \delta K_{сч, i}$
		по паспорту	на дату измерения				
1	2	3	4	5	6	7	8

4. Определение нефиксированной загрязненности рабочей поверхности. Выбирают 2 участка загрязненной поверхности и определяют их площадь. По полученной информации с какими изотопами проводились работы на данном рабочем месте и, используя постоянный график зависимости $K_{сч\ i} - E_{\beta\text{max}}$ определяют коэффициенты счета для данных изотопов. Бумажным фильтром трижды протирают выделенный

участок и измеряют скорость счета фильтра. Аналогичным способом берут «мазок» со второго участка. Вычисляют снимаемую загрязненность. Сопоставляют с данными табл.1 и определяют отношение величины загрязненности к допустимому уровню.

Таблица 3

№ рабочего места на плане	$I_{сч\max}-I_{ф}$, имп/мин	$K_{сч}$, част/мин	$F_{загр}$, част/см ² ·мин	$F_{загр}/F^*$
1	2	3	4	5

4.5.3 Определение объемной (удельной) радиоактивности образцов

Определение объемной (удельной) радиоактивности образцов основано на регистрации α -, β -излучения с помощью торцевых счетчиков.

Объемная радиоактивность рассчитывается для газообразных и водных сред, как отношение общей радиоактивности A пробы к его объему.

$$a_1 = \frac{A_1}{V} \quad (1)$$

где a_1 – объемная радиоактивности пробы, Бк/дм³;

A_1 – общая радиоактивность пробы, Бк;

V – объем пробы, дм³.

Удельная радиоактивность рассчитывается для твердых и сыпучих сред, как отношение общей радиоактивности A пробы к его массе.

$$a_2 = \frac{A_2}{m} \quad (2)$$

где a_2 – объемная радиоактивности пробы, Бк/кг;

A_2 – общая радиоактивность пробы, Бк;

m – объем пробы, кг.

Все количественные измерения радиоактивности можно выразить в виде соотношения:

$$A = \frac{N}{E} \quad (3)$$

где A – радиоактивность образца, Бк;

N – скорость счета, имп/с;

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки; имп/Бк·сек.

Определение радиоактивности образцов (проб) можно осуществлять абсолютным или относительным методами.

При абсолютном методе необходимо введение набора поправок, которые учитывают долю частиц, теряемую все чувствительного объема детектора.

Сущность относительного метода состоит в том, что радиоактивность измеряемого счетного образца определяют сравнением с исходным эталоном – образцовым источником, идентичным данному образцу. По такому источнику градуируют измерительную установку, то есть определяют ее чувствительность к бета-излучению.

$$A_x = A_э \frac{N_x}{N_э} \quad (4)$$

где A_x – радиоактивность измеряемого образца, Бк;

A_3 – радиоактивность образцового источника, Бк;
 N_x – скорость счета измеряемого образца, имп/с;
 N_3 – скорость счета образцового источника, имп/с.

4.5.4 Расчет объемной (удельной) радиоактивности измеряемой пробы

А. Расчет объемной радиоактивности атмосферного воздуха по бета-излучению

Объемную активность атмосферного воздуха, по бета-излучению $A_{\text{возд}}$, Бк/м³, определяют по формуле

$$A_{\text{возд}} = \frac{N_0 \cdot P_{\text{зол}}}{E \cdot P_{\text{навес}} \cdot V} \quad (1)$$

где $P_{\text{зол}}$ – вес золы фильтра, г;

$P_{\text{навес}}$ – навеска золы на подложке, г;

V – объем прокаченного воздуха, м³;

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки, имп/Бк·с;

N_0 – скорость счета импульсов, имп/с.

Б. Расчет объемной радиоактивности атмосферных выпадений по бета-излучению

Объемную бета-активность атмосферных выпадений $A_{\text{вып}}$, Бк(м²·сут) определяют по формуле:

$$A_{\text{вып}} = \frac{N_0 \cdot P_{\text{зол}}}{E \cdot P_{\text{навес}} \cdot S \cdot t} \quad (2)$$

где $P_{\text{зол}}$ – вес золы фильтра, г;

$P_{\text{навес}}$ – навеска золы на подложке, г;

S – площадь кюветы равная 0,25 м²;

t – экспозиция, сутки;

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки, имп/Бк·с;

N_0 – скорость счета импульсов, имп/с.

В. Расчет объемной радиоактивности воды по бета-излучению

Объемную бета-активность воды $A_{\text{вод}}$, Бк/м³ определяют по формуле

$$A_{\text{вод}} = \frac{N_0 \cdot P_{\text{зол}}}{E \cdot P_{\text{навес}} \cdot V} \quad (3)$$

где $P_{\text{зол}}$ – вес золы фильтра, г;

$P_{\text{навес}}$ – навеска золы на подложке, г;

V – объем прокаченного воздуха, м³;

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки, имп/Бк·сек;

N_0 – скорость счета импульсов, имп/с.

Г. Расчет удельной (объемной) радиоактивности почвы по бета-излучению

Удельную (объемную) активность почвы $A_{\text{почв}}$, Бк/м² определяют по формуле:

$$A_{\text{почв}} = \frac{N_0 \cdot P_{\text{зол}}}{E \cdot P_{\text{навес}} \cdot S} \quad (4)$$

где $P_{\text{зол}}$ – вес золы фильтра, г;

$P_{\text{навес}}$ – навеска золы на подложке, г;

$S = 6,75 \cdot 10^{-2}$ – площадь с которой отбирается проба почвы, м^2 ;

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки, имп/Бк·сек;

N_0 – скорость счета импульсов, имп/с.

Д. Расчет удельной радиоактивности донных отложений растительности, водорослей по бета-излучению

Удельная бета-активность донных отложений, растительности, водорослей, Бк/кг определяется по формуле:

$$A_{\text{дон}} = \frac{N_0 \cdot P_{\text{пр}}}{E \cdot P_{\text{навес}} \cdot P} \quad (5)$$

где $P_{\text{пр}}$ – общий вес прокаленного остатка, г;

$P_{\text{навес}}$ – навеска прокаленного остатка, г;

P – вес суховоздушной пробы, кг;

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки, имп/Бк·сек;

N_0 – скорость счета импульсов, имп/с.

Е. Расчет удельной (объемной) радиоактивности сельскохозяйственных продуктов, рыбы, молока по бета-излучению

Удельную (объемную) радиоактивность сельскохозяйственных продуктов, рыбы, молока $A_{\text{прод}}$, Бк/кг (дм^3), определяют по формуле

$$A_{\text{прод}} = \frac{N_0 \cdot P_{\text{золы}}}{E \cdot P_{\text{навес}} \cdot P(V)} \quad (6)$$

где $P_{\text{золы}}$ – общий вес золы, г;

$P_{\text{навес}}$ – вес навески золы на подложке, г;

$P(V)$ – вес (объем) пробы, кг (дм^3);

E – чувствительность (эффективность) радиометрической установки, имп/Бк·с;

N_0 – скорость счета импульсов, имп/с.

4.5.5 Оценка погрешности измерений. Определение минимальной измеряемой радиоактивности

Относительную статическую погрешность измерения пробы $\delta, \%$ рассчитывают по формуле:

$$\delta = \frac{100}{N_0} \sqrt{\left(\frac{N}{t} + \frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}\right)} \quad (1)$$

где N – скорость счета пробы с фоном, имп/сек;

N_{ϕ} – скорость счета фона, имп/сек;

t – время измерения пробы, сек;

t_{ϕ} – время измерения фона, сек;

N_0 – скорость счета пробы за вычетом фона, имп/сек.

Минимальную измеряемую активность $A_{\text{мин}}$ исследуемой пробы при заданном времени измерения t (с) и относительной статической погрешности δ (%) определяют по формуле:

$$A_{\text{мин}} = \frac{1 + \sqrt{1 + 8 \cdot N_{\phi} \cdot t \cdot \delta^2}}{2 \cdot t \cdot E \cdot P \cdot \delta^2} \quad (2)$$

Если рассчитанное значение радиоактивности нуклида меньше минимальной измеряемой активности, то в качестве результата используют $A_{\text{мин}}$.

4.5.6 Требования к препаратам для измерения радиоактивности

Большинство существующих методик приготовления препаратов отвечают требованиям, которые предъявляются к препаратам как при относительных, так и при абсолютных измерениях радиоактивности.

Для правильного проведения относительных измерений активности необходимо, чтобы стационарный препарат и препарат измеряемый были одинаковыми по форме и размеру. Они должны состоять из того же вещества или вещества одинаковой плотности; иметь одинаковое распределение радиоактивного вещества по объему или площади, если толщина слоя пренебрежимо мала; одинаковую массу и влажность; подложки, на которые нанесены измеряемые препараты. Кроме того, относительные измерения требуют соблюдения полной воспроизводимости условий измерения активности препарата и стандарта.

Если препараты предназначены для относительных измерений по конкретному виду излучения, то требования к ним упрощаются. Так основное требование предъявляемое препаратам испускающим гамма-кванты, состоит в соблюдении одинакового размера и формы препаратов, а также одинакового характера распределения радиоактивного вещества по объему. Материал подложки препарата, и ее толщина, толщина слоя радиоактивного вещества могут несколько изменяться, поскольку эффект поглощения и отражения гамма-квантов малы и не увеличиваются при обычных размерах.

При изготовлении препаратов, испускающих бета-частицы, в особенности малой энергии, большое внимание уделяют получению слоев воспроизводимой толщины однородного распределения вещества на площади. Однако, сложность методики приготовления препаратов с воспроизводимой толщиной слоя вещества заставляет приготовить слой, толщина которого превышает максимальный пробег бета-частиц данного радионуклида (слой насыщения).

При изготовлении препаратов испускающих альфа-частицы можно пренебречь рассеяниями альфа-частиц от подложки поскольку этот эффект чрезвычайно мал и не зависит от материала подложки. Существует еще одно специфическое требование, предъявляемое к альфа-излучателям при относительных измерениях: необходимо соблюдать постоянство степени дисперсности вещества, содержащего альфа-радионуклид, так как установлена зависимость скорости счета препарата от степени дисперсности альфа-радиоактивного вещества. Изменение дисперсности вещества вызывает пропорциональное изменение величины активности слоя насыщения к его удельной радиоактивности, что соблюдается для широких пределов размера частиц.

При абсолютных измерениях требования к препаратам значительно более высокие, чем при относительных измерениях. Главным является то, что радиоактивное вещество должно быть нанесено на поверхность подложки в виде тонкого слоя. В качестве подложки используют тонкие органические пленки.

Препараты, приготовленные в соответствии с требованиями, позволяют выполнить абсолютные и относительные измерения радиоактивности с минимальной погрешностью.

5. РАДИОМЕТРИЧЕСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

5.1 Назначение радиометрической лаборатории

РМ – это специализированное подразделение, предназначенное для практического решения в зоне радиационной аварии и зоне строгого режима АЭС и предприятий ЯТЦ комплекса задач по проведению радиационной разведки, радиационного контроля, оценке развития радиационной обстановки и дозовых нагрузок на различные профессионально-возрастные группы персонала предприятий и населения, по организации и проведению комплекса санитарно-гигиенических мероприятий по защите персонала населения от радиационного воздействия и разработки рекомендации по обеспечению режима работы и защиты спасателей в зоне радиоактивного загрязнения радионуклидами пищевых продуктов, продовольственного сырья и питьевой воды.

На АЭС и предприятиях ЯТЦ оборудуются радиометрические лаборатории техническими средствами с дополнительными функциями по радиационному контролю радиационно-опасных узлов ЯЭУ и других потенциально радиационно-опасных объектов ядерной энергетики.

5.2 Состав типовых радиометрических лабораторий

Радиометрические лаборатории могут размещаться как в стационарных условиях (предприятия ЯТЦ, АЭС и др.), на подвижных объектах (лабораторный комплекс АЛ-5 на автомобиле КАМАЗ 4310), так и в убежищах, палатках и т. п.

В зависимости от предназначения радиометрические лаборатории оснащаются: спектрометрами энергии бета- и гамма-излучения; устройствами и блоками детектирования; дозиметрами; приборами контроля радона и физических факторов; стационарными системами радиационного контроля.

Радиометрические лаборатории укомплектованные типовыми приборами и системами радиометрического контроля (приведены в подразделе 2.1) позволяют специалистам успешно решать задачи:

- технологического контроля объектов атомной энергетики и предприятий ЯТЦ;
- массового радиологического контроля;
- радиометрические измерения после радиохимического анализа;
- индивидуального контроля внутреннего облучения персонала и населения;
- радиологического мониторинга радионуклидов неизвестного состава.

Каждая радиометрическая лаборатория комплектуется системами и приборами в зависимости от предназначения ее в целях решения поставленных задач.

5.2.1 Сцинтилляционные спектрометры бета-излучения

Тип-1 СЕБ-01-70 – предназначен для измерения активности бета-излучающих радионуклидов в пробах объектов окружающей среды, продуктов питания, воде, радиоактивных растворах, в аэрозольных фильтрах, в образцовых источниках бета-

излучения. Используется в радиологических лабораториях, на АЭС, в медицинских учреждениях, в ветеринарных лабораториях, геологии и других областях.

Особенность – повышенная чувствительность измерений за счет использования методов концентрирования радионуклидов. В составе установки пассивная комбинированная защита детектора. Спектрометрическим АЦП с ПК и принтером. Оснащен программным обеспечением АКWin.

Тип-2 СЕБ-01-150 – предназначен для измерений активности бета-излучающих радионуклидов в пробах объектов окружающей среды, продуктов питания, воде, радиоактивных растворов, воздушных фильтрах, образцовых источниках бета-излучения.

Особенность – позволяет контролировать одновременно концентрацию Sr-90, Cs-137, K-40 в измеряемом образце без использования методов радиохимического или физического концентрирования. В составе установки пассивная комбинированная защита детектора. Спектрометрическим АЦП с ПК и принтером. Оснащен программным обеспечением АКWin.

5.2.2 Сцинтилляционные спектрометры энергии гамма-излучения

Тип-3 СЕГ-001 «АКП-С»-63 – предназначен для определения качественного и количественного состава гамма-излучающих радионуклидов в объектах окружающей среды, сельскохозяйственной продукции, продуктах питания, строительных материалах, РАО.

Особенности – позволяет определять широкий набор гамма-излучающих радионуклидов. Может применяться для экспертных измерений и экспресс-контроля. Удобен в эксплуатации и транспортировке. В составе установки пассивная защита детектора. Спектрометрическим АЦП с ПК и принтером. Оснащен программным обеспечением АКWin.

Тип-4 СЕГ-001м «АКП-С»-63 – предназначен для определения качественного и количественного состава радионуклидов в пробах продуктов питания, сельскохозяйственной продукции, строительных материалах, металлоломе, РАО, объектах окружающей среды.

Особенности – позволяет контролировать образцы на не превышение допустимого уровня содержания радионуклидов за короткое время (экспресс-анализ). Возможность использовать установку в передвижных лабораториях, переносить и разворачивать измерительный пост в любом удобном месте. Может быть использован службами радиационного контроля предприятий торговли, рынков, производителей продуктов питания, строительных материалов и т. п. Анализатор многоканальный амплитудный АБА оснащен встроенным программным обеспечением АК1-П. Результаты измерений и обработка информации автоматически сохраняется.

Тип-5 СЕГ-001к «АКП-С»-63 – предназначен для определения качественного и количественного состава радионуклидов в пробах продуктов питания, сельскохозяйственной продукции, строительных материалов, металлоломе, РАО, объектах окружающей среды.

Основное применение – оснащение служб радиационного контроля, предприятий торговли, рынков, производителей продуктов питания, строительных материалов с целью массового контроля.

Особенности – эргономичное расположение панели управления удобно при продолжительной работе с прибором. Наличие встроенного принтера с возможностью выдачи протокола измерений в виде чека. Возможность подключения электронных весов с осуществлением автоматической передачи результатов измерения веса в программу расчета радиоактивности. Возможность использования в передвижных лабораториях. Автоматическое сохранение результатов измерений и обработки. Возможность просмотра и обработки на стационарном компьютере. Оснащен внутренним программным обеспечением АК1-П.

Тип-6 СЕГ-001 “АКП-С”-150 - предназначен для определения качественного и количественного состава гамма-излучающих радионуклидов в объектах окружающей среды, сельскохозяйственной продукции, продуктах питания, строительных материалах, радиоактивных отходах, кормах, металлоломе и т.д.

Особенности – низкий собственный фон установки и высокая эффективность детектора позволяют использовать прибор для сертификации продукции, удобная в эксплуатации конструкция защиты.

Тип-7 СЕГ-001ПС АКС-С – предназначен для гамма-спектрометрии в сухих и заполненных водой скважинах.

Особенности – возможность работать в скважинах, заполненных водой, при комплектации специальным блоком детектирования сохраняет спектрометрические характеристики в полях до 1Р/ч, может комплектоваться несколькими блоками детектирования с различными характеристиками, возможность подключения существующих геофизических датчиков.

Тип-8 СЕГ-001П АКП-С – предназначен для определения качественного и количественного состава гамма-излучающих радионуклидов в полевых и лабораторных условиях, поиска радиоактивных источников и аномалий, гамма-съемки местности, каротажа скважин. Спектрометр предназначен для работы в широком диапазоне температур, в условиях вибрации, повышенной влажности и пылеобразования. Спектрометр может использоваться в жестких внешних условиях: при аварийной ситуации, в полевых условиях, в передвижных лабораториях, в производственных и труднодоступных помещениях.

Особенности – автоматический запуск измерений при подаче питания; надежная работа дисплея при любой освещенности; программирование и перепрограммирование с удаленным ПК; энергонезависимая память обеспечивает хранение программы управления анализатором и автоматической обработки спектра, первичной информации, параметров набора и результатов обработки; возможность менять алгоритм измерений в зависимости от ситуации; возможность передачи информации по кабелю на расстояние 30,0м (RS-232); для визуализации полученной информации предусмотрена возможность комплектации спектрометра компьютером, принтером (по желанию заказчика); набор ослабляющих экранов и коллиматоров для детекторов позволяют подобрать оптимальные условия для измерения в широком диапазоне загрязнений; свинцовые экраны легко разбираются и переносятся одним человеком, что позволяет измерять пробы, как в мобильной лаборатории, так и быстро развернуть измерительный пост во временных помещениях.

Тип-9 Анализатор многоканальный амплитудный АБА-П-07 – предназначен для анализа, накопления и обработки информации от сцинтилляционного блока детектирования в составе спектрометра гамма-излучения, а также выдачи на внешние устройства результатов обработки этой информации. Встроенное программное

обеспечение анализатора позволяет идентифицировать радионуклиды и определять их удельную активность в образцах объектов окружающей среды: в почве, воздухе, растительности и т.п. Анализатор рассчитан на эксплуатацию в полевых условиях, мобильных и стационарных лабораториях. Может применяться в аварийных ситуациях.

Особенности – наличие универсального блока питания, обеспечивающего автоматическую подзарядку встроенного аккумулятора; возможность вести измерения в полевых условиях в полностью автоматизированном режиме с сохранением данных; возможность перепрограммирования с ПК режимов измерения; возможность подключения детекторов различного объема и чувствительности; надежная работа в жестких радиационных полях (10-80 мР/ч); повышенная пыле- и влагозащищенность; возможность работы в широком диапазоне температур; наличие индикатора состояния и ручного управления состоянием блока питания; наличие интерфейсов RS-232 и RS-485; возможность соединения с ПК через стандартный порт; может применяться в аварийных ситуациях, в мобильных лабораториях.

Тип-10 Спектрометры энергии бета-гамма-излучения сцинтилляционные СЕ-01-АКП-70-63; СЕ-01-АКП-150-63 – предназначены для определения качественного и количественного состава гамма-излучающих радионуклидов в полевых и лабораторных условиях, поиска радиоактивных источников и аномалий, гамма-съемки местности, каротажа скважин. Спектрометры предназначены для работы в широком диапазоне температур, в условиях вибрации, повышенной влажности и пылеобразования. Спектрометр может использоваться в жестких внешних условиях: при аварийной ситуации, в полевых условиях, в передвижных лабораториях, в производственных и труднодоступных помещениях.

Особенности – автоматический запуск измерений при подаче питания; надежная работа дисплея при любой освещенности; программирование и перепрограммирование с удаленным ПК; энергонезависимая память обеспечивает хранение программы управления анализатором и автоматической обработки спектра, первичной информации, параметров набора и результатов обработки; возможность менять алгоритм измерений в зависимости от ситуации; возможность передачи информации по кабелю на расстояние 30,0м (RS-232); для визуализации полученной информации предусмотрена возможность комплектации спектрометра компьютером, принтером (по желанию заказчика); набор ослабляющих экранов и коллиматоров для детекторов позволяют подобрать оптимальные условия для измерения в широком диапазоне загрязнений; свинцовые экраны легко разбираются и переносятся одним человеком, что позволяет измерять пробы, как в мобильной лаборатории, так и быстро развернуть измерительный пост во временных помещениях.

Тип-11 Спектрометры излучения человека «СИЧ-АКП» – предназначены для определения содержания гамма-излучающих радионуклидов в теле человека, ингаляционной составляющей внутреннего облучения человека и могут применяться как средство индивидуального контроля персонала и населения. Спектрометры излучения человека «СИЧ-АКП» выпускаются различной модификации, в зависимости от задач заказчика.

Особенности – возможность регистрации ^{131}I , ^{137}Cs , ^{40}K , ^{60}Co и других радионуклидов; большое количество контрольных режимов обеспечивает надежность измерений; не требует высокой квалификации оператора; многообразные формы протоколов; информационная система управления базами данных позволяет рассчи-

тывать годовое поступление радионуклидов и дозовые нагрузки по трем моделям; применение многодетекторной системы уменьшает зависимость регистрации излучения от перераспределения активности в теле и обеспечивает заданное значение МДА.

Тип-12 Полупроводниковые спектрометры энергии гамма-излучения СЕГ-002-«АКП-П» – спектрометр энергии гамма-излучения полупроводниковый СЕГ-002-«АКП-П», выполненный на основе детектора из особо чистого германия, предназначен для идентификации радионуклидов в сложной смеси изотопов в счетном образце, определения их удельной активности или относительного содержания по спектру внешнего гамма-излучения.

Особенности – детектор установлен в криостате со смещенным хладопроводом, что улучшает фоновые характеристики, с развязкой от «микрофонного эффекта»; устройство подачи азота обеспечивает заливку от стандартного сосуда Дьюара СК-25 в сосуд Дьюара блока детектирования (контроль уровня заливки азота по прибору-индикатору на передней панели стола защиты); спектрометры могут поставляться с детекторами различной эффективности и на разный энергетический диапазон (включая рентгеновский); возможна поставка двухтрактового спектрометра с управлением от одного ПК; конструкция защиты удобна в эксплуатации.

Тип-13 Спектрометр энергии альфа-излучения полупроводниковый СЭА-13П – предназначен для измерения активности альфа-излучающих радионуклидов в пробах различных объектов после их химической подготовки по соответствующим методикам. Спектрометр может быть использован в заводских радиохимических лабораториях при контроле технологических процессов; в лабораториях служб внешней дозиметрии и в радиологических лабораториях Госсанэпиднадзора, ветеринарных и сельскохозяйственных служб при контроле объектов окружающей среды, продуктов питания, земледелия и животноводства; в дозиметрических службах предприятий при экспрессном контроле воздуха и аэрозольных выбросов в атмосферу производственных помещений.

Особенности – спектрометры представляют собой 2 измерительных тракта, подключенных к одному ПК; возможность управлять отдельно каждым трактом; повышение точности результатов измерений за счет учета результатов измерений одной и той же пробы на разных трактах; расширение возможностей достоверного экспресс-контроля для широкой номенклатуры проб.

Тип-14 Альфа-бета радиометр УМФ-2000. В низкофоновом радиометре УМФ-2000 впервые применен полупроводниковый детектор на основе высокоомного кремния, регистрирующий альфа — и бета-излучение. Назначение: измерение суммарной активности бета- и альфа-излучающих нуклидов.

Особенности – полупроводниковый кремниевый детектор, легированный алюминием; два независимых счетных канала, обеспечивающих одновременное измерение альфа- и бета активностей образца; наличие в приборе трех защит (о пассивная (30 мм свинца), защищает от внешнего фона; активная (на счетчиках Гейгера), защищает от высокоэнергетического космического излучения методом совпадений; сетевая, фильтрует сетевые помехи); револьверный механизм пробоподачи на 4 пробы; работа без ухудшения характеристик при напряжении питания сети от 150 до 250 В; встроенное двухканальное пересчетное устройство с таймером и цифровой индикацией.

Тип-15 Многофункциональный носимый гамма-бета спектрометр «Прогресс» - предназначен для измерения активности бета-, гамма- излучающих радионуклидов в различных объектах без проведения пробоотбора.

Особенности – полевые или лабораторные измерения активности гамма-, бета-излучающих радионуклидов, бета-загрязненности; сертификация продукции по радиационному признаку; определение содержания гамма-, бета-излучающих радионуклидов в продуктах питания, образцах почвы, лесоматериалах и др. объектах внешней среды; измерение прижизненного содержания гамма-излучающих радионуклидов в теле человека или животных (дополнительно); поиск источников гамма-излучения (дополнительно).

Тип-16 Портативные спектрометры «Прогресс-спектр» - радиационный контроль продуктов питания, стройматериалов, лесопромышленной продукции и других объектов внешней среды на основе спектрометрических методов измерения активности α -, β -, γ -излучающих радионуклидов. В серии «Прогресс-Спектр» разработаны: γ -спектрометр сцинтилляционный «Спектр-гамма»; β -спектрометр сцинтилляционный «Спектр-бета»; спектрометр излучения человека «Спектр-СИЧ».

Тип-17 Стационарные системы радиационного контроля радиационные мониторы «Янтарь» - предназначены для обнаружения радиоактивных и ядерных материалов при непрерывном автоматическом контроле автомобильного и железнодорожного транспорта, пассажиров и багажа на различных пунктах пропуска.

Особенности – световая и звуковая сигнализация тревоги; автоматическая адаптация к изменению естественного фона; запись в архив информации о событии: дата, время, скорость счета детекторов, тип канала (гамма- или нейтронный) ; гамма-детектор - на основе органических пластических сцинтилляторов

5.2.3 Устройства и блоки детектирования

Блоки детектирования предназначены для регистрации ИИ и входят в состав спектрометров соответствующих энергий гамма, бета, альфа и нейтронного излучений. К ним можно отнести: БДЕГ-АК-16; БДЕГ-АК-А06; БДЕГ-АК-63; БДЕГ-АК-76; БДЕГ-АК-150; БДЕБ-АК-70; БДЕБ-АК-150; УДЖГ-А06Р.

Блоки детектирования полупроводниковые: БДРК; БДРК-М; БДТК-М; БДЕГ; ДКПБ.

5.2.4 Дозиметры

Радиометр бета-гамма излучения РКС20-03;

Радиометр-дозиметр гамма-бета излучения РКС-01;

Дозиметр-радиометр МКС-05;

Дозиметр гамма-излучения индивидуальный ДКС-02 КДКА-02К;

Дозиметр-радиометр гамма-бета излучений поисковый МЕС-07;

Дозиметр фотонного излучения ДКС-АТ1123;

Дозиметр-радиометр альфа-бета-гамма излучения МКС-1117А;

Дозиметр-радиометр универсальный МКС-У;

Дозиметр*радиометр ДКС-96А,Б,К,М,В,Г,Н (модификации).

5.2.5 Приборы контроля радона и физических факторов

Радиометры радона «РРА-01М-01», «РРА-01М-03»;

Сигнализатор-экспозиметр радона «СЭР-01»;

Приборное устройство «ПОУ-4»;

Портативный переносной пробоотборник ПВП-04А;

Индикатор дозы рентгеновский «ИНДОР-С»;

Универсальный измеритель уровней электростатических полей «СТ-01».

Приложение А

Определение суммарного числа импульсов, обеспечивающих заданную относительную точность регистрации радиоактивности

с/ф	$\Delta=1\%$		$\Delta=2\%$		$\Delta=3\%$		$\Delta=5\%$		$\Delta=10\%$	
	ф	с	ф	с	ф	с	ф	с	ф	с
1,3	240000	350000	60000	90000	27000	40000	9500	14000	2400	3500
1,5	89000	163500	22000	41000	10000	18000	3600	6500	900	1600
1,7	47000	105000	12000	26000	5000	12000	2000	4000	470	1000
2,0	24000	68000	6000	17000	2700	7600	1000	2700	240	710
3,0	11500	46000	3000	11000	1300	5100	450	1800	115	450
5,0	2000	23000	500	5700	200	2600	80	900	20	230
10,0	500	16000	130	4000	60	1800	20	650	5	160
20,0	150	13000	40	3000	20	1500	6	540	-	130
50,0	34	11900	9	3000	4	1300	-	480	-	120
100,0	11	11200	3	2800	-	1200	-	450	-	112
	0	10000	-	2500	-	1000	-	400	-	100

Приложение Б

Наиболее распространенные β -излучатели

Радионуклид	М	Период полураспада	Вид излучения	Максимальная энергия β -излучения, МэВ
1	2	3	4	5
Тритий	3	12,35 года	β	0,018
Углерод	14	2730 лет	β	0,156
Натрий	22	950,7 сут	β, γ	0,542
Натрий	24	15,01 ч	β, γ	1,39
Фосфор	32	14,29 сут	β	1,708
Сера	35	87,2 сут	β	0,168
Калий	42	12,36 ч	β, γ	1,985; 3,545
Кальций	45	164 сут	β	0,258
Железо	59	45,1 сут	β, γ	0,271; 0,462; 1,560
Кобальт	60	1925,7 сут	β, γ	0,31; 1,48
Медь	64	12,700 ч	β	0,571; 0,651
Бром	82	35,38 ч	β, γ	0,444
Стронций	89	50,6 сут	β	1,463
Стронций	90	28,1 года	β	0,545
Иттрий	90	64,2 ч	β	2,72
Иттрий	91	58,9 сут	β, γ	0,036
Цирконий	95	64,08 сут	β, γ	0,250; 0,360; 0,396; 0,885; 1,120
Ниобий	95	35,0 сут	β, γ	0,160; 0,930
Рутений	106	372,0 сут	β	0,039
Серебро	110	250,0 сут	β, γ	2,20; 2,865
Индий	114	72 с	β, γ	0,675; 1,984

Сурьма	124	60,2 сут	β, γ	2,313; 1,60; 0,95; 0,615; 0,245
Йод	131	8,03 года	β, γ	0,250; 0,335; 0,608; 0,815
Цезий	134	2,061 года	β, γ	0,215; 0,308; 0,655; 0,638
Цезий	137	30,1 сут	β, γ	0,518; 1,175
Церий	144	285 года	β, γ	0,13; 0,175; 0,252; 0,309
Прометий	147	2,625 года	β	0,226
Вольфрам	185	75,1 сут	β	0,428
Таллий	204	3,777 года	β	0,764

Приложение В

Коэффициенты поглощения β -частиц в алюминии

Атомный номер элемента	Элемент	Массовое число изотопа	Период полураспада	Энергия электронов, МэВ	Коэффициент поглощения в алюминии, $\text{см}^2/\text{г}$
1	2	3	4	5	6
11	Na	24	14,97 ч	1,390; 4,17	8,1
15	P	32	14,295 дн	1,708	5,3
16	S	35	87,1 дн	0,169	290
17	Cl	38	37,29 мин	1,2; 2,77; 4,81	8,7; 3,2
19	K	42	12,44 ч	2,07; 3,58	2,56
20	Ca	45	163 дн	0,254	128
25	Mn	56	2,574 ч	0,75; 1,05; 2,86	4,85
26	Fe	59	47,1 дн	0,271; 0,462; 1,560	43
27	Co	60	4,95 года	0,306	79
29	Cu	64	12,88 ч	0,571	33
30	Zn	65	250 дн	0,325	107
33	As	76	1,115 дн	0,48; 1,76; 2,413; 2,969	4,3
35	Br	80	18 мин	0,7; 1,1; 1,97	6,4
		82	1,495 дн	0,181; 0,323; 0,447	35
37	Rb	86	19,5 дн	0,716; 1,822	6,7
38	Sr	89	54,5 дн	1,463	8,8
39	Y	90	2,54 дн	2,270	4,7
40	Zr	95	65 дн	0,360; 0,405; 0,910	60
42	Mo	99	2,8 дн	0,445; 1,225	13,4
45	Rh	104	41,8 с	2,0; 2,6	3,9
47	Ag	108	2,44 мин	1,15; 1,77;	6,7
		110	24,2 с	2,24; 2,82	2,9
48	Cd	115	2,2 дн	0,600; 1,120	10,7
51	Sb	124	60 дн	0,48; 0,65; 1,0; 1,62; 2,37	14
53	I	128	24,99 мин	1,59; 2,02	5,33
55	Cs	134	2,3 года	0,085; 0,280; 0,420; 0,650	23

57	La	140	1,65 дн	1,32; 1,67; 2,26	9,6
66	Dy	165	2,319 ч	0,3; 1,25	12,4
81	ThC		3,1 мин	1,805	8
82	ThB		10,67 ч	0,365; 0,589	56,7
82	RaB		26,8 мин	0,350; 0,670; 0,726; 0,779	29
82	RaD		22 года	0,0167; 0,0556	20,34
82	AcB		36,1 мин	0,571; 1,40	341
83	RaE		4,989 дн	1,17	17
83	ThC		1,09 ч	0,45; 0,62; 2,20	5,3
90	U		1,066 дн	0,093; 0,216; 0,302	111
90	UX ₁		24,101 дн	0,103; 0,193	170
91	UX ₂		1,175 мин	0,600; 1,500; 2,320	6,7
91	UZ		6,7 ч	0,45; 1,2	100

Приложение Г

Общие требования к порядку отбора проб на местности

Участок для отбора проб должен быть однородным, открытым, желательно горизонтальным.

Перед отбором проб на выбранном участке необходимо измерить мощность дозы излучения по периметру и по двум диагональным расстояниям. Между точками измерения расстояние может быть от нескольких метров до ста метров.

Измерение необходимо производить на высоте 1 м. При этом мощность дозы гамма-излучения на выбранном участке не должна отличаться более чем в два раза. В противном случае обследуемую территорию разбивают на два и более участков, и обследуют самостоятельно.

Перед отбором пробы почвы проводят измерение мощности дозы на высоте 2-5 м над поверхностью почвы в месте предполагаемого забора. Проба может быть отобрана только в том случае, если результаты измерений мощности дозы на высоте 1 м не отличаются более чем в 1,5-2 раза от среднего значения. Если значения превышают указанную величину, то меняют место отбора.

Отбор проб почв выбранных участков производят методом «конверта», то есть отбирают не менее 5 проб, одна из которых ближе к центру участка, а остальные 4 – к его периферии. Расстояние между точками должно быть примерно одинаковым и может составлять от нескольких метров до нескольких сотен. Пробу берут специальными пробоотборниками.

Пробу одного слоя, отобранную методом «конверта», помещают в один полиэтиленовый кулек. Между кульками вкладывают сопроводительный сертификат установленного образца.

При отборе проб пищевых продуктов растительного происхождения в месте отбора выбирают площадку размером 0,25*0,25; 0,5*0,5; 0,1*0,1 м. Для приготовления средней пробы крупных плодов (арбуз, капуста, кабачок и др.) делают насечки равного размера из 10 плодов. Для приготовления средней пробы растений берут не менее 20-25 растений.

Из каждой пробы почв отбирают среднюю пробу. Из подсушенных образцов удаляют корни, камни, а затем почву растирают в ступе и просеивают через сито

(диаметр отверстия 1 мм). Исследуемые пищевые продукты подготавливаются в том виде, в каком они подлежат потреблению. Масса пробы должна занять кювету ниже края на 3-5 мм.

Исследование параметров ИИИ определяют с помощью исследования мощности дозы суммарного гамма-бета-излучения в воздухе в зависимости от расстояния от ИИИ. Измерение производят с помощью измерителя мощности дозы ДП-5В 1, телефона, шнура, ДП-5В, БД, переносного пульта.

Для оценки полученных радиометрических измерений в настоящее время все страны имеют национальные нормы и правила радиационной безопасности, основанные на рекомендации Международной комиссии по радиационной защите.

Приложение Д

Допустимый уровень загрязнения радиоактивными веществами

Объекты загрязнения	Р _{эксп} , мР/ч	Уровень загрязнения	
		част/ см ² мин	расп/ см ² мин
Нательное и постельное белье, детские игрушки	0,025	10	26
Верхняя одежда и обувь	0,045	20	52
Детсады, ясли, школы, лечебно-профилактические учреждения и оборудование в них, подвалы, магазины, предприятия пищевой промышленности и общественного питания с оборудованием:			
-внутри помещений	0,02	20	52
- территории и оборудование	0,04	50	130
Объекты культурно-массового назначения, спортивные сооружения, комплексы: внутри помещений	0,045	30	78
Территория и оборудование	0,055	30	130
Внутренние поверхности жилых помещений и находящиеся в них предметы личного пользования	0,055	50	130
Наружные поверхности и расположенное в них оборудование	0,055	50	130
Открытые поверхности территории города и наружные поверхности строений	0,065	100	860
Транспортные средства и механизмы:			
- внутренние поверхности	0,055	50	130
- наружные поверхности	0,065	100	260

Обязательный комплект одежды для работы в РХЛ

Название элемента	Назначение	Внешний вид
Шапочка	Одежда дополнительная предназначена для защиты основной спецодежды и отдельных частей кожных покровов человека от контактного загрязнения радиоактивными и химически токсичными веществами.	 A white, non-woven protective hood with a drawstring at the bottom, designed to cover the head and neck area for protection against contamination.
Халат	имеет высокую воздухопроницаемость, удобные, с трикотажными манжетами или эластичны, с резинками, завязки на шее и спине, длина до колен.	 A full-body blue protective gown made of a non-woven material. It features elastic cuffs at the wrists, a neck strap, and a back strap. The length reaches down to the knees.
Бахилы пластиковые	Предназначены для защиты ног и основной обуви от загрязнения радиоактивными и химически агрессивными веществами.	 A pair of yellow, disposable plastic boot covers (boots) designed to be worn over the feet and lower legs to prevent contamination of the shoes and lower body.

Фартук ПВХ	Материал — ПВХ/полиэстер, размер 90х120 см, защита от радиоактивных вод и общих загрязнений.	
Нарукавники	Высококачественные виниловые нарукавники средней плотности без подкладки. Защита от загрязнения радиоактивными, токсичными веществами, кислотами и щелочами, спиртам, жирам, органическим растворителям, лакокрасочной продукции.	
Перчатки резиновые	Защита кистей рук, запястий, нижней половины предплечья.	



Вариант №1 Нарукавники, Полухалат, Фартук.



Вариант №2 Нарукавники, Полукомбинезон, Полухалат, Фартук

Комбинезон СЛ



Одежда дополнительная предназначена для защиты основной спецодежды и отдельных частей кожных покровов человека от контактного загрязнения радиоактивными и химически токсичными веществами, а также от капельного воздействию кислот и щелочей средней концентрации при выполнении ремонтных, дезактивационных и других видов работ.

Комбинезон отрезной по линии груди, цельновыкроенный, без плечевых швов, рукава с ластовицей или без неё и бесшовная спинка.

Брючная часть, не отрезная по линии талии, без боковых швов.

Пояс на участке задних половинок стягивается настроенной с внутренней стороны эластичной лентой.

В низу рукава втачивается штрипка для его фиксации.

Ширина низа рукавов и брюк регулируется настроенной эластичной лентой.

Капюшон втачан в горловину. Капюшон по линии обтюрации регулируется настроенной эластичной лентой.

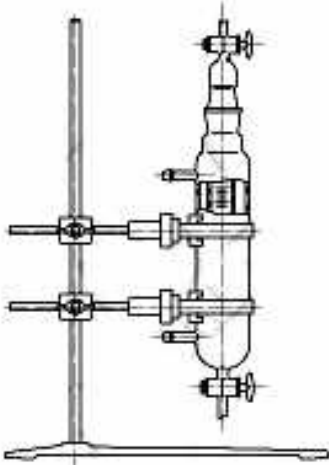
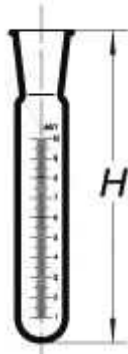
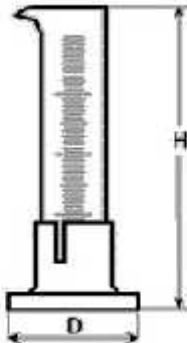
Спереди комбинезона центральная бортовая застежка молния, закрытая планкой-клапаном, фиксирующимся с помощью липучки.

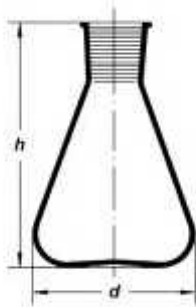
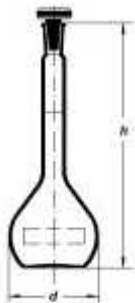
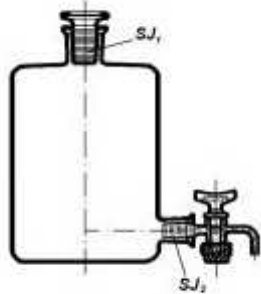
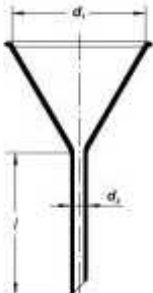


ЛЕТКИЙ ЗАЩИТНЫЙ КОСТЮМ

ЛЕТКИЙ ЗАЩИТНЫЙ КОСТЮМ ПРЕДНАЗНАЧЕН ДЛЯ ПРЕДОХРАНЕНИЯ КОЖИ, ОДЕЖДЫ И ОБУВИ ОТ ДЛИТЕЛЬНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ ТОКСИЧНЫХ ВЕЩЕСТВ, РАДИОАКТИВНОЙ ПЫЛИ, ДЛЯ ЗАЩИТЫ ОТ РАСТВОРОВ КИСЛОТ, ВОДЫ, ЩЕЛОЧЕЙ, МОРСКОЙ СОЛИ, ЛАКОВ, КРАСОК, МАСЕЛ, ЖИРОВ, И НЕФТЕПРОДУКТОВ, ЗАЩИТЫ ОТ ВРЕДНЫХ БИОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ, ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ДЕТАЗАЦИОННЫХ, ДЕЗАКТИВАЦИОННЫХ И ДЕЗИНФЕКЦИОННЫХ РАБОТ. КОСТЮМ СОСТОИТ ИЗ: КУРТКИ С КАПЮШОНОМ, ЦЕЛЬНОКРОЕННОГО ПОЛУКОМБИНЕЗОНА С БАХИЛАМИ, ДВУПАЛЬНЫХ ЗАЩИТНЫХ ПЕРЧАТОК. ТКАНЬ: ПРОРЕЗИНЕННАЯ, ХИМСТОЙКАЯ. ПРОТИВОГАЗ НЕ ВХОДИТ В ДАННЫЙ КОМПЛЕКТ ХИМИЧЕСКОЙ ЗАЩИТЫ.

Лабораторное оборудование

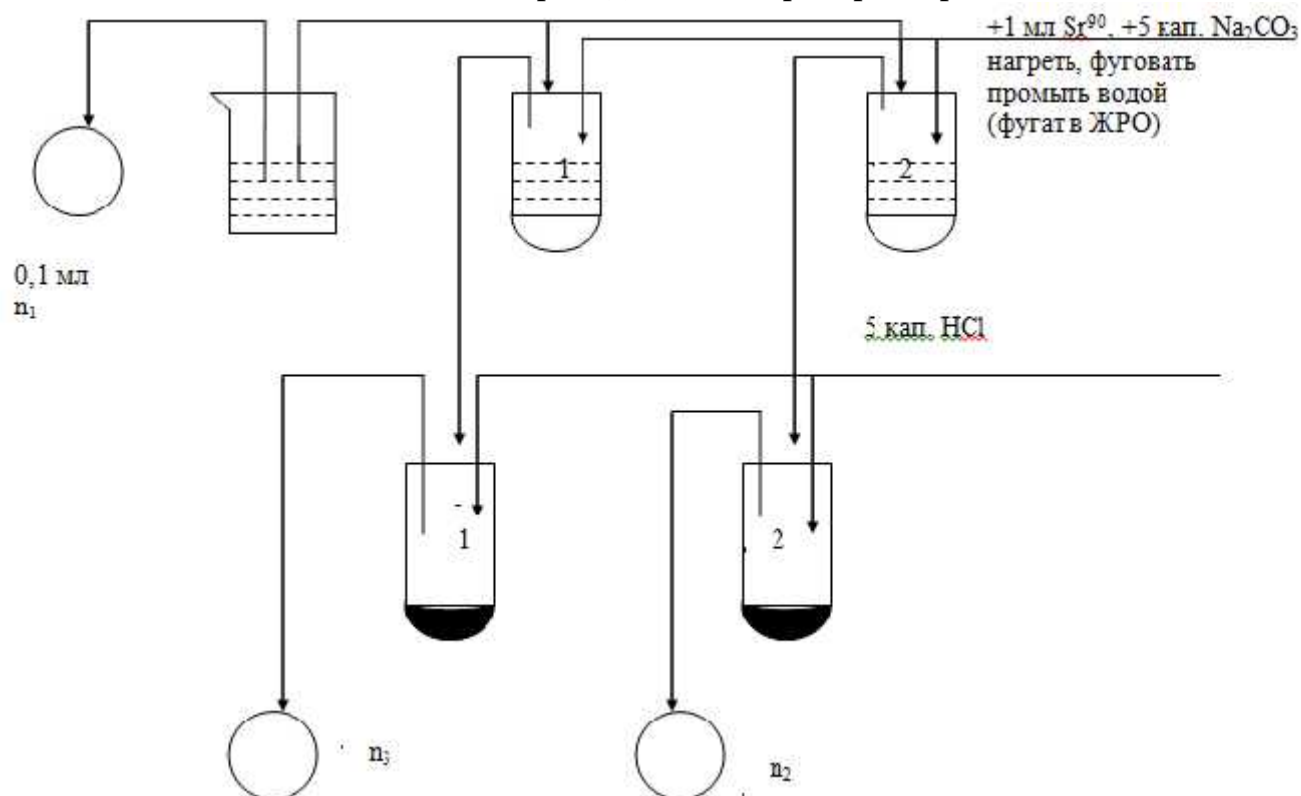
ШТАТИВ МАЙЛ-СА	Применяется для определения пенообразующей способности порошкообразных, пастообразных и жидких синтетических моющих средств.	
ПРОБИРКА мерная	Применяется для отмеривания определенных объемов жидкостей.	
Цилиндр носиком и пластмассовым основанием	Применяется для отмеривания определенного объема жидкости.	
Пипетка	Применяются для быстрого и точного отмеривания небольших объемов жидкостей	

Колба коническая	Лабораторная посуда типа колбы конические представляет собой тонкостенные конические емкости различной вместимости, предназначенные для использования в лабораторных условиях	
Колба мерная	Предназначены для проведения различных аналитических работ, разбавления растворов, растворения веществ в определенном объеме соответствующего растворителя.	
Чашка Петри	Для переноса подложек	
Бутыль Вульфа с краном	Для набора дистиллированной воды	
Воронки лаб.	Лабораторные воронки предназначены для переливания жидкостей из сосуда в сосуд, для фильтрования при помощи вкладного фильтра и для переноса сыпучих веществ в сосуды	
Палочка стеклянная	Применяется для перемешивания различных жидкостей, отбора небольших количеств реактивов.	

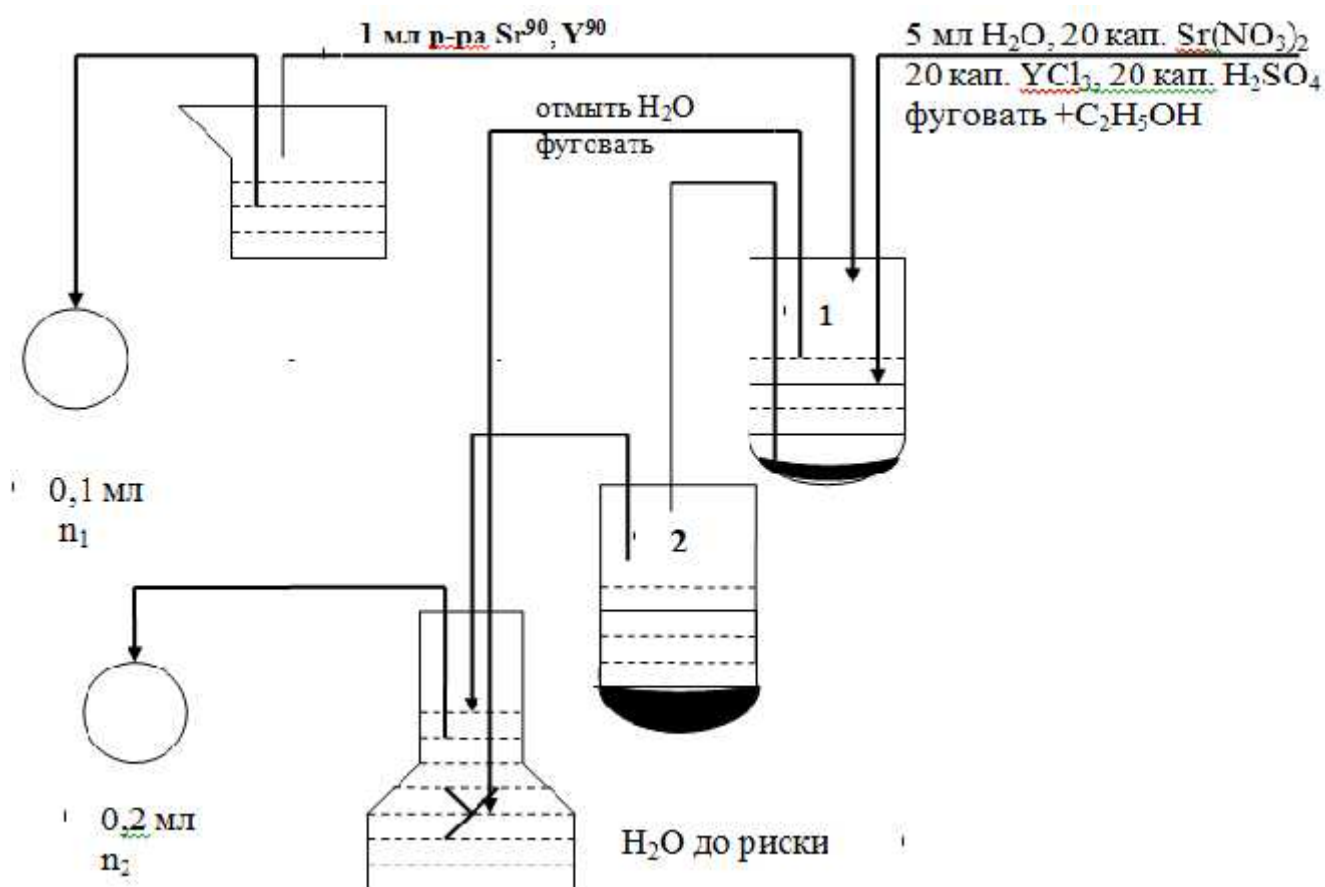
Воронка делит.	Воронка делительная цилиндрическая градуированная с пробкой служит для разделения двух несмешивающихся жидкостей.	
Пинцет	Для ликвидации контакта подложки и пробирки с руками	
Фильтр красная лента	Фильтры обеззоленные представляют собой кружки, вырубленные из фильтровальной бумаги марки ФБ, ФМ и ФС, обработанной кислотной смесью. Повышенная устойчивость при фильтровании горячих кислых, щелочных и нейтральных растворов.	
Шкаф вытяжной	Предназначен для проведения различных лабораторных работ, требующих применения вытяжной вентиляции.	

Центрифуга, центрифужная пробирка	Для интенсивного отделения осадка от жидкости	
Весы аналитические электронные AS 110/C	1 класс точности; жидкокристаллический символный индикатор с подсветкой; внутренняя калибровка эталонной гирей.	
Баня БКЛ-1 водяная с электроподогревом	Баня водяная лабораторная БКЛ предназначена для нагревания образцов в химических стаканах, колбах или выпарительных чашках при проведении лабораторных работ. Баня может использоваться как водяная или песчаная баня.	

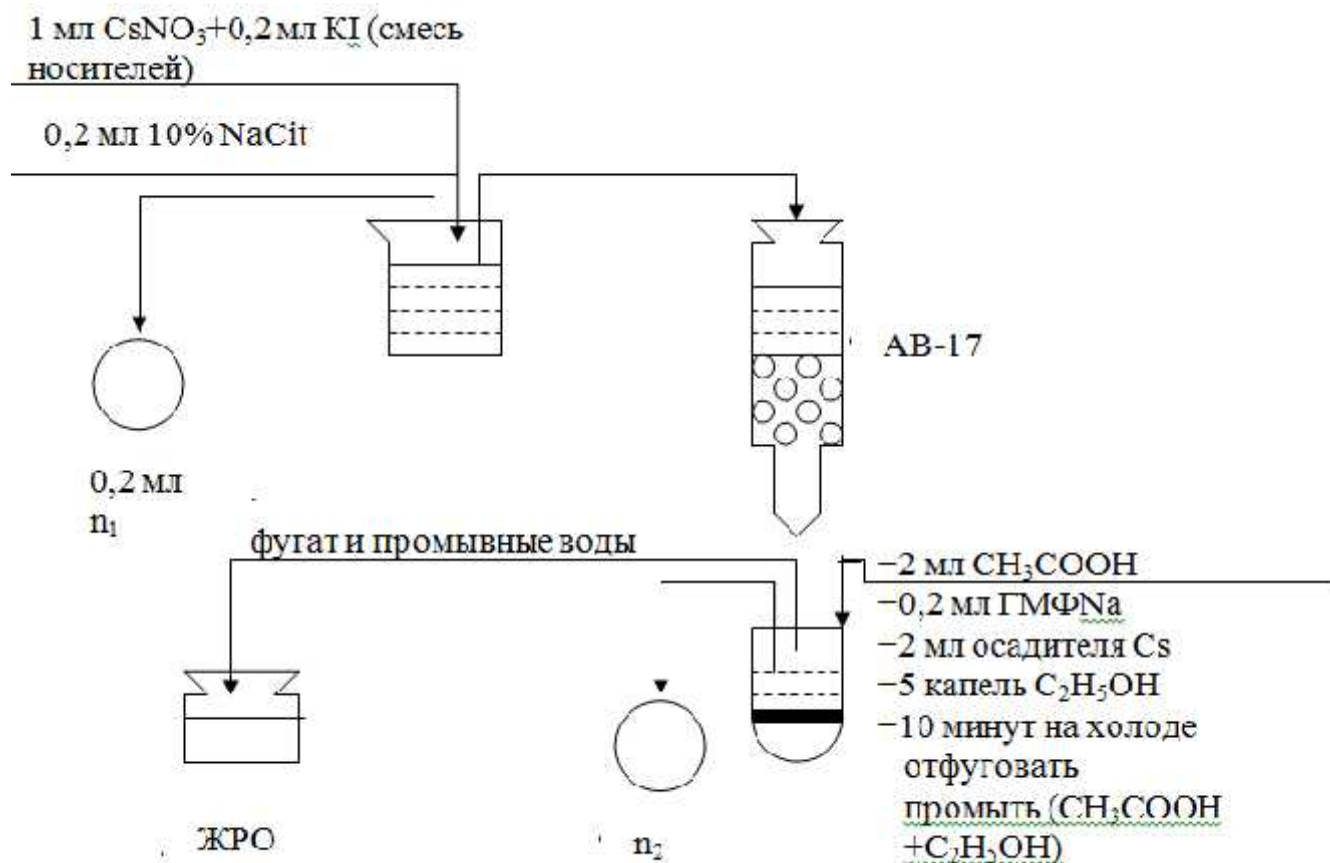
Схемы проведения лабораторной работы



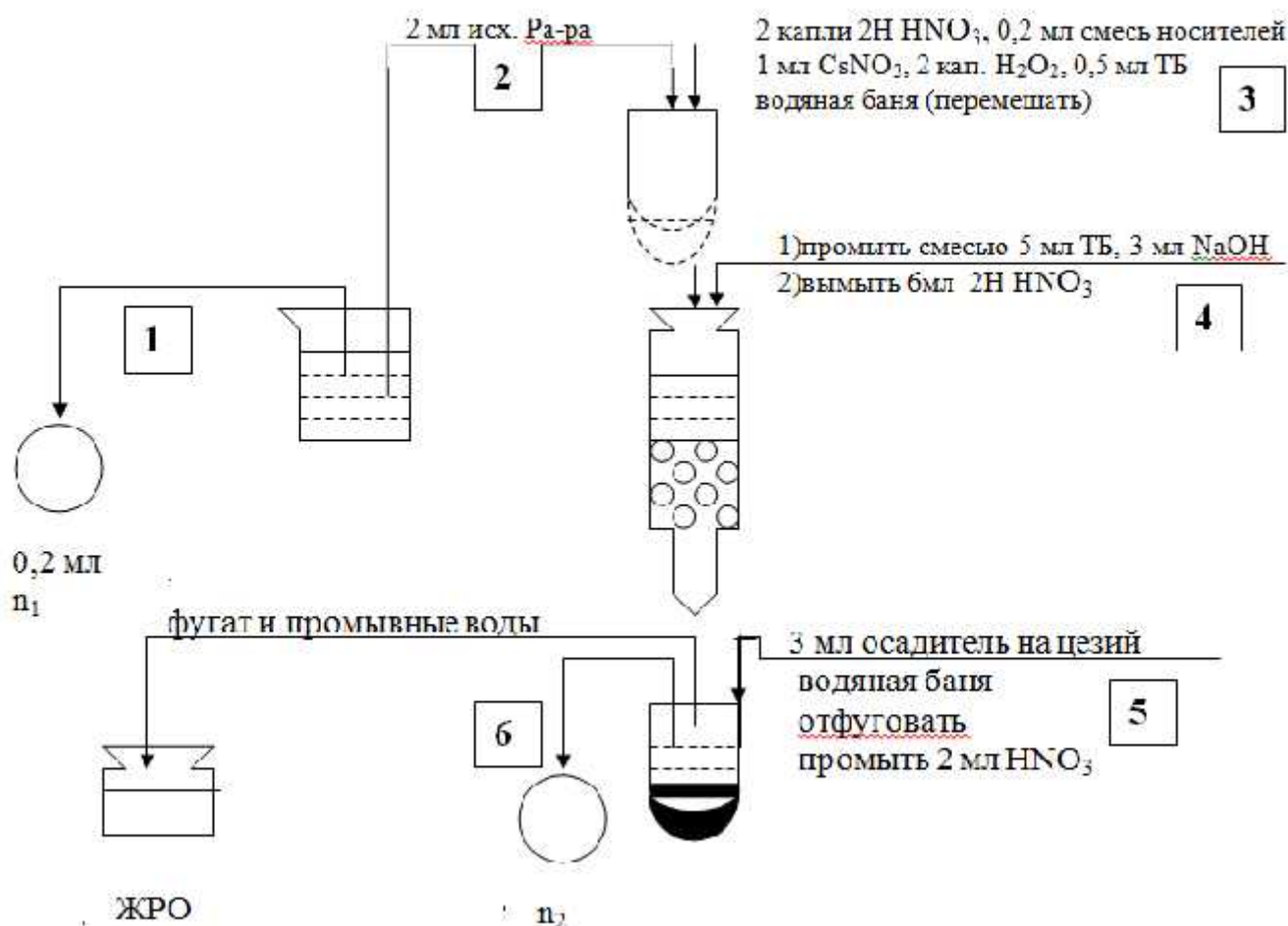
Определение радиоизотопов стронция в растворе методом изотопного разбавления



Выделение радиоизотопов Sr-90 и Y-90 соосаждением с изотопным носителем

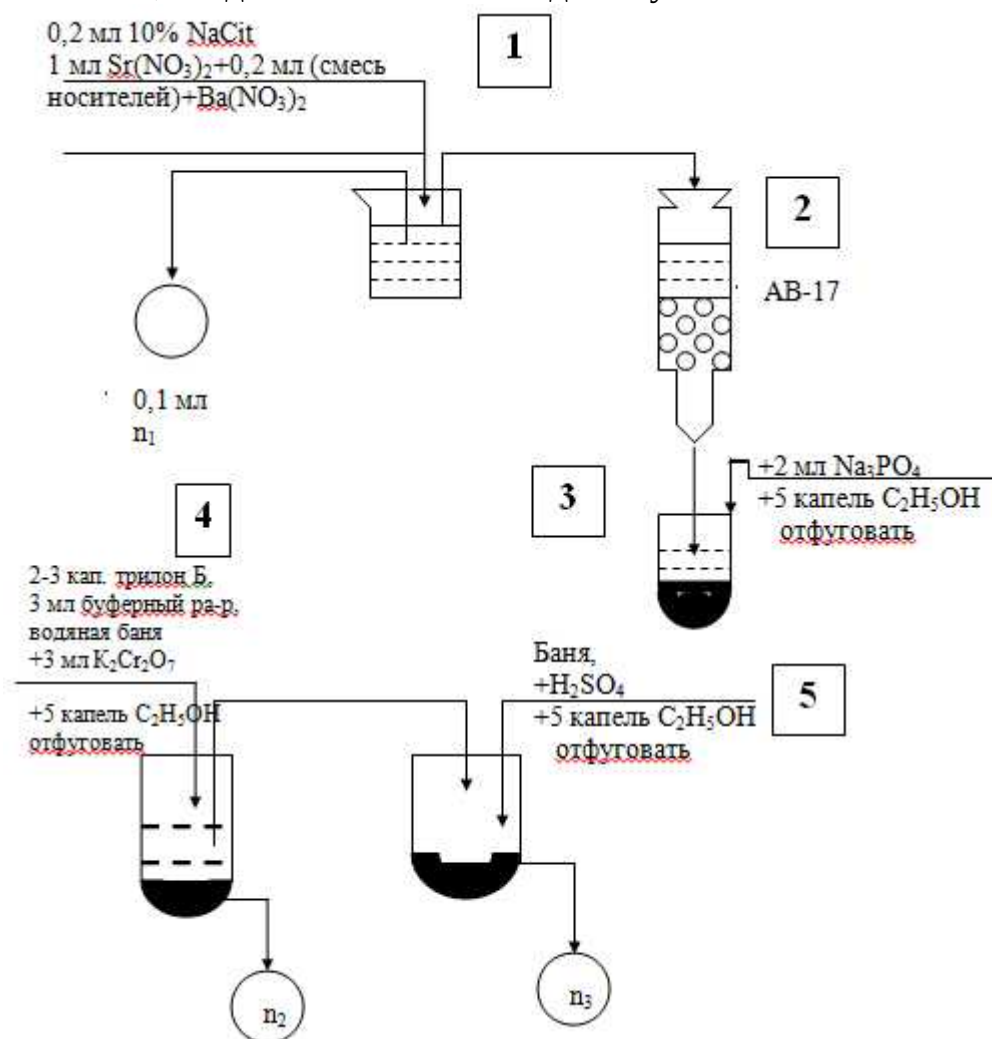


Выделение радиоизотопов цезия осаждением в виде висмитоиодида цезия

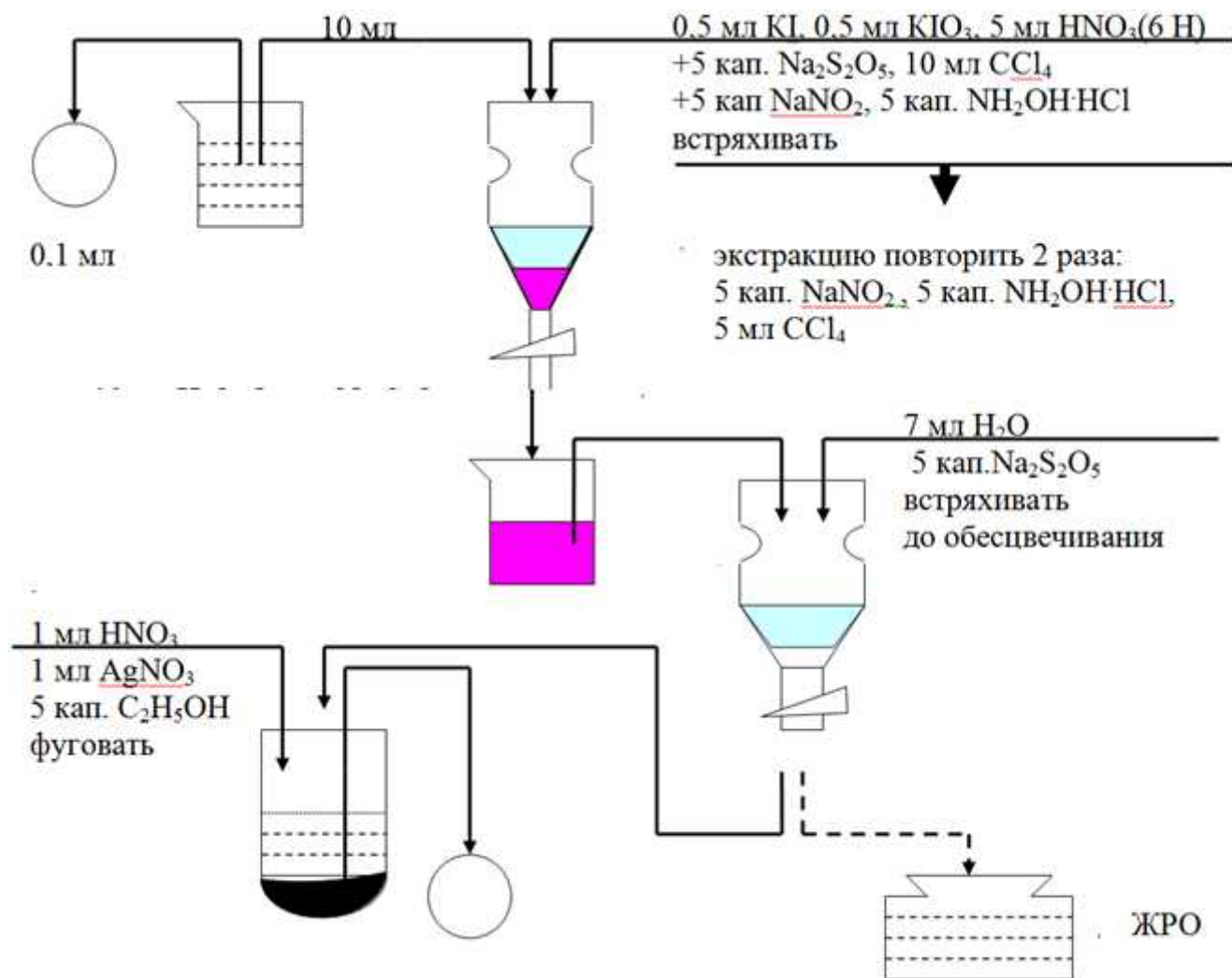


Выделение радиоизотопов цезия осаждением в виде фосформолибдата цезия

1. Отобрать 0,2 мл исходного раствора на подложку
2. Отобрать 2 мл исходного раствора в центрифужную пробирку
3. Отобрать в центрифужную пробирку 2 капли 2Н HNO₃, 0,2 мл смесь носителей, 1 мл CsNO₃, 2 кап. H₂O₂, 0,5 мл ТБ, отнести на водяную баню (перемешать). Остывшую смесь пропустить через хроматографическую колонку.
4. Промыть колонку смесью 5 мл ТБ, 3 мл NaOH, вымыть задачу 6мл 2Н HNO₃ и собрать ее в центрифужную пробирку.
5. Добавить осадитель на цезий, центрифужную пробирку отнести на водяную баню, затем отфуговать, осадок промыть 2 мл HNO₃.
6. Фугат вылить в ЖРО, осадок поместить на подложку.



Определение стронция и бария в сложных смесях хроматным методом



Выделение радиоизотопов йода методом экстракции

ЛИТЕРАТУРА

1. Несмеянов А.Н. Радиохимия. М.; Химия, 1978. С. 285 – 286, 290 – 299, 300.
2. А.В. Николаев и др. «Краткий курс радиохимии» - М.: Высшая школа, 1969, 335 с.
3. Старик И.Е. «Основы радиохимии»- М-Л.:АН СССР, 1959,459 с.
4. В.Д. Нефедов и др. «Радиохимия»-М.: -Высшая школа, 1987, 272 с.
- 5.А.Н. Мурин и др. «Радиохимия и химия ядерных процессов»-Л.: ГНТ.Химия,1960, 785 с.
- 6.Лукьянов В.Б. и др. «Радиоактивные индикаторы в химии» - М.: Высшая школа, 1985, 327 с.
- 7.Лаврухина А.К. и др. «Радиохимический анализ» -М.: АН СССР, 1963, 220 с.
8. Ю.А. Золотов и др. «Экстракция галогенных комплексов»-М.: Наука, 1968, 313 с.
- 9.Ю.А. Золотов и др. «Экстракция внутрикомплексных соединений»-М.: Наука, 1973, 379 с.
- 10.Тельдеши Ю. и др. «Анализ методом изотопного разбавления» - М.: Атомиздат, 1975, 215 с.
- 11.Алимарин И.П. «Химические основы экстракционного метода разделения элементов»-М.: Наука, 1966, 137 с.
- 12.Поликарпов В.И. «Контроль герметичности тепловыделяющих элементов на АЭС»-М.: Госатомиздат, 1962, 188 с.
13. Гиренко В.М., Прокошев В.А., Малышев В.К., Муратов Б.Ю., Курс радиохимии, ч.1, Баку, ВМФ, 1978. 162 с.
14. Гиренко В.М., Прокошев В.А., Малышев В.К., Муратов Б.Ю., Курс радиохимии, ч.2, Баку, ВМФ, 1978, 168 с.
- 15.Ерофеев В.А. «Научно- технические принципы оценки состояния радиационно опасных узлов ядерной энергетической установки»: - Севастополь, СНУЯЭиП, 2011, 122с.
- 16.Сборник методик по радиохимическому анализу и радиохимическим измерениям. – М: Воениздат, 1985.
17. Афанасьев Ю.А. и др. «Лабораторный практикум по радиохимии»: - Севастополь, СВВМИУ, 1992, 77с.
- 18.Несмеянов Ан.Н. и др. «Руководство по практическим занятиям по радиохимии» -М.: Высшая школа, 1970, 649 с.
- 19.Гайсинский М. и др. «Радиохимический словарь элементов»-М.: Атомиздат, 1968, 255 с.

У ч е б н о е и з д а н и е

**Ерофеев Виталий Андреевич
Черкашина Наталья Игоревна**

**РАДИОХИМИЧЕСКИЙ
АНАЛИЗ**

Практическое руководство по подготовке
и проведению радиохимического анализа

Учебное пособие

Издается в авторской редакции

Изд. № 225/19. Объем 8,25 п.л.
РИИЦМ ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет»