

**УНИКАЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ
ЖИДКОСЦИНТИЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ ПРИ
ОПРЕДЕЛЕНИИ РАДИОНУКЛИДОВ ЕСТЕСТВЕННОГО
ПРОИСХОЖДЕНИЯ В ПРИЛОЖЕНИИ К
ПРОФЕССИОНАЛЬНОМУ ТЕСТУ МАГАТЭ-2008-3**

*Тихомиров В.А., Каширин И.А., Малиновский С.В.,
Соболев А.И.*

ГУП Мос НПО «Радон», Москва

**IAEA-
2008-3**

Профессиональный тест МАГАТЭ-2008-3 **«Определение природных радионуклидов в зараженной воде и фосфогипсе»**

Наименование пробы	Определяемые радионуклиды	Характеристика пробы
IAEA-01 IAEA-02	^{226}Ra ^{234}U ^{238}U	Водный раствор
IAEA-03 IAEA-04 IAEA-05	$\Sigma\alpha$ $\Sigma\beta$	Водный раствор
IAEA-06	^{210}Pb ^{226}Ra ^{230}Th ^{234}U ^{238}U	Твердая матрица (Фосфогипс)

Декабрь 2008 - апрель 2009 г.

Оборудование

Жидкосцинтилляционный спектрометр:
Tri-Carb 3170 TR/SL (“PerkinElmer Life Sciences”, Finland);

Гамма-спектрометр: “Canberra”(100%, USA);

Альфа-спектрометр: “Canberra”(PIPS, 4-х канальный, USA)

ЖС-коктейли:

Ultima Gold AB, Insta-Fluor, (“PerkinElmer Life Sciences”, Finland),

Экстрактивные коктейли и экстрагенты:

ALPHAEX, URAEX, THOREX, POLEX (“ETRAC”),
HDEHP (“Merck”), DIPEX (“Eichrom Industries, Inc.”)

Образцовые радионуклидные растворы трассеров:

^{133}Ba , ^{147}Sm , ^{232}U , ^{230}Th (РИАН, ОИЯИ)

Схема экспресс-метода определения природных радионуклидов U и ^{226}Ra в зараженной воде с использованием ЖС спектрометрии

Предварительный экспресс-анализ аликвоты пробы на ЖСС (оценка тушения, состава, удельной активности)

Выбор необходимых трассеров и расчет активности для контроля радиохимического выхода; добавление их в анализируемый раствор (^{232}U , ^{133}Ba)

Экстракционное извлечение изотопов U экстрагентом "URAEX" из 0.5 M H_2SO_4

Органич. фракция (U) + ^{147}Sm

Радиохимия
Уточняющий анализ

Экстракционное извлечение изотопов Th экстрагентом "THOREX" из 3 M H_2SO_4

Органич. фракция (Th)

^{226}Ra

$^{234,238}\text{U}$

Экстракционное извлечение ^{210}Po экстрагентом "POLEX" из 7.5 M H_3PO_4 – 0.01M HCl

Органич. фракция (Po)

α -спектрометрия (PIPS)

Водный остаток после всех экстракций (^{133}Ba , ^{210}Pb , ^{226}Ra)

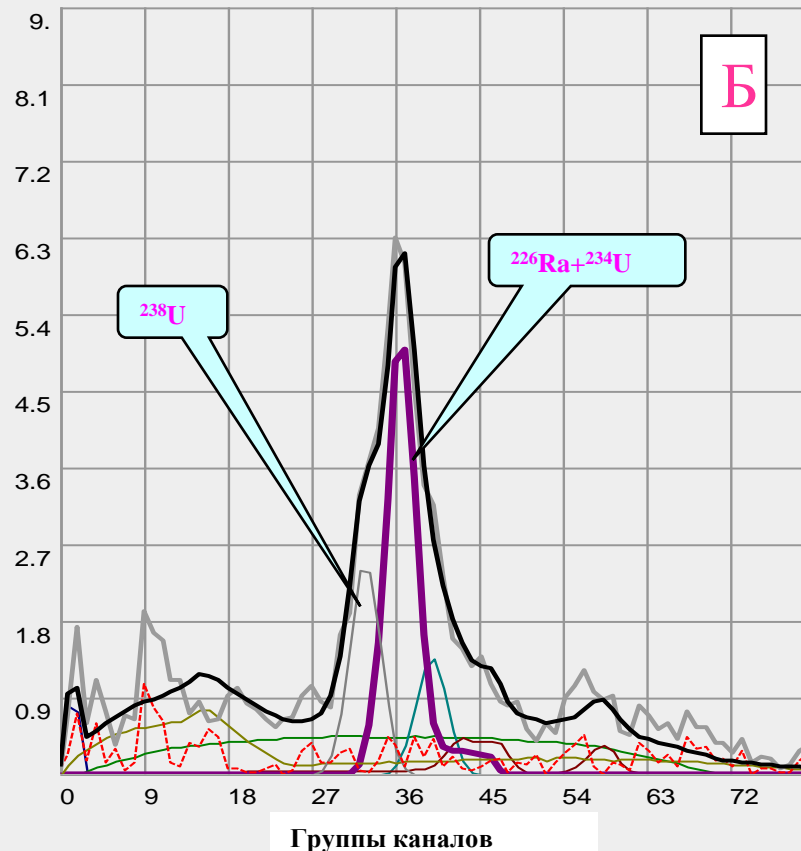
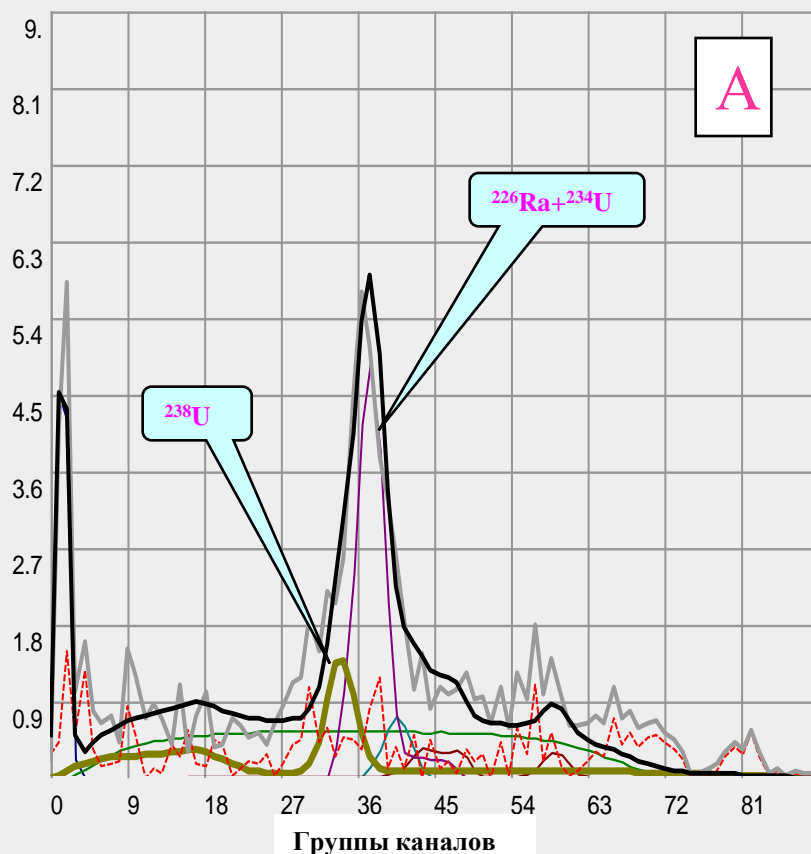
Измерение на ЖС спектрометре

Обработка программой "RadSpectraDec"

IAEA-
2008-3

А. Определение природных радионуклидов (U, Ra) в водных пробах IAEA-01 и IAEA-02.

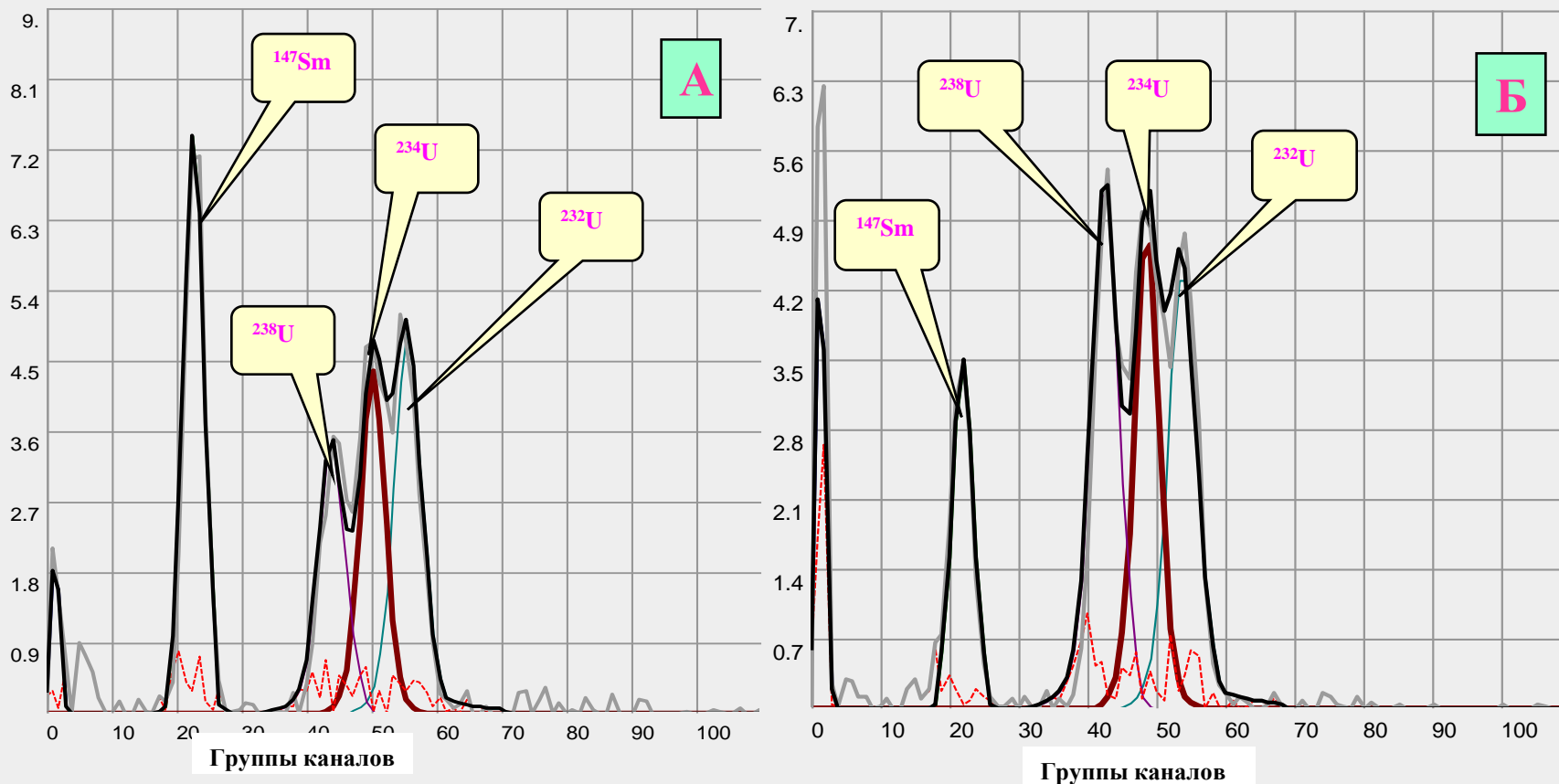
Экспресс-анализ без радиохимии



Суммарные спектры проб IAEA-01 (21.3 г) (А) и IAEA-02 (21.4 г) (Б), измеренные на ЖСС “Tri-Carb 3170 TR/SL” после концентрирования упариванием. Расшифровка спектров программой “RadSpectraDec”.

IAEA-
2008-3

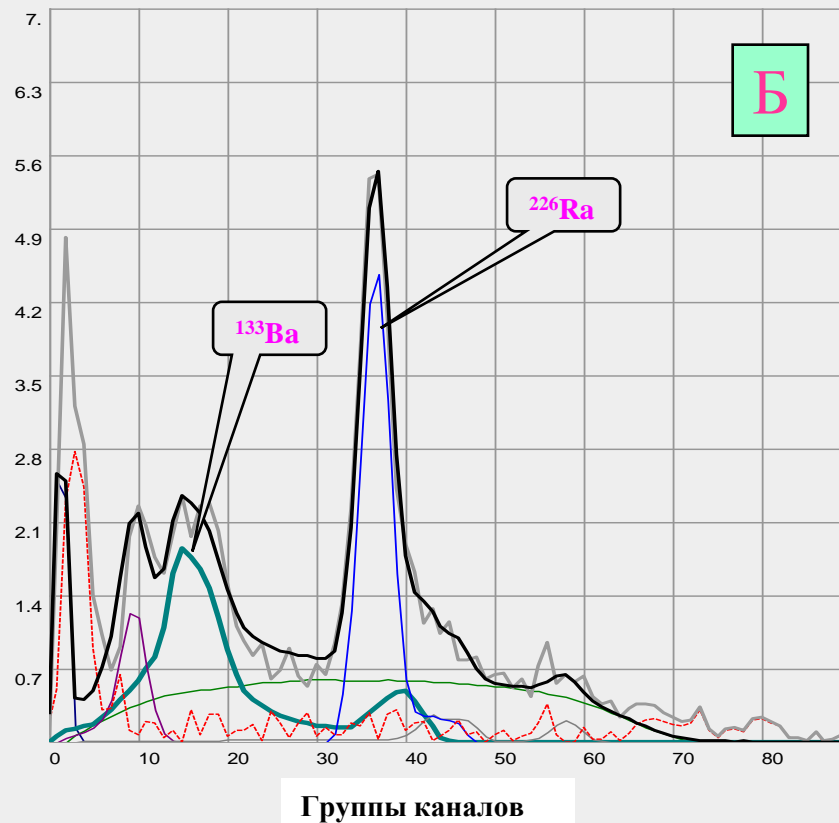
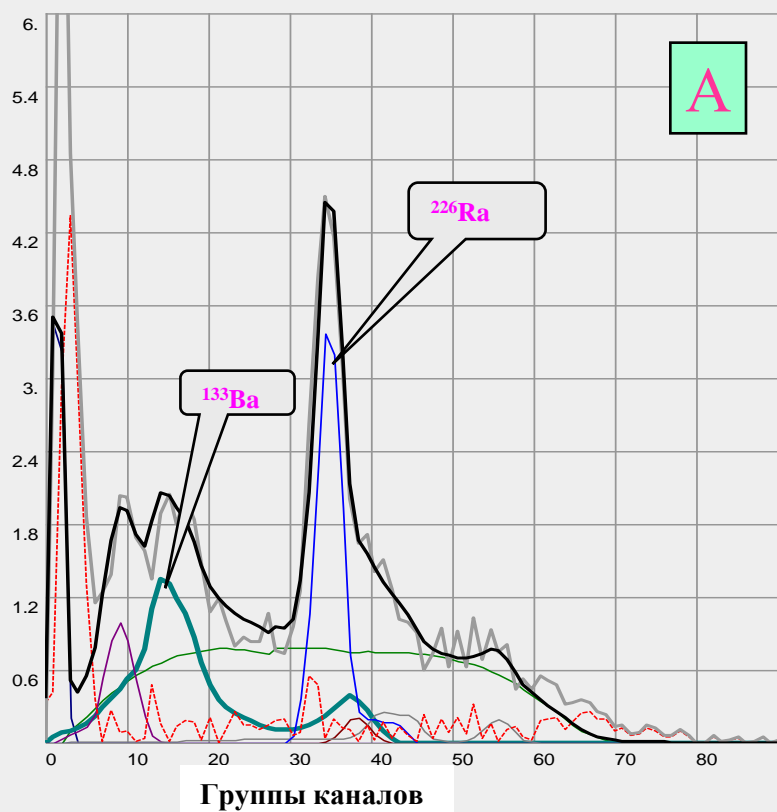
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Пробы воды IAEA-01 и 02.
Определение изотопов U.



Расшифровка ЖС спектров изотопов U, выделенных с помощью экстрактивного сцинтиллятора "URAEH". А-проба IAEA-01 (53.007 г), Б -проба IAEA-02 (46.209 г). ^{232}U -трассер радиохимического выхода. ^{147}Sm добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков.

IAEA-
2008-3

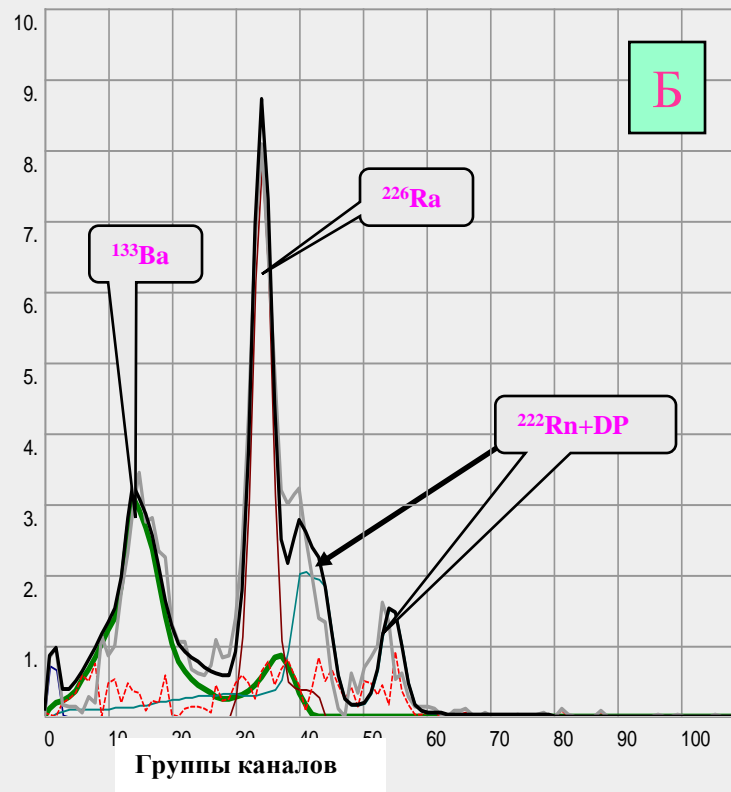
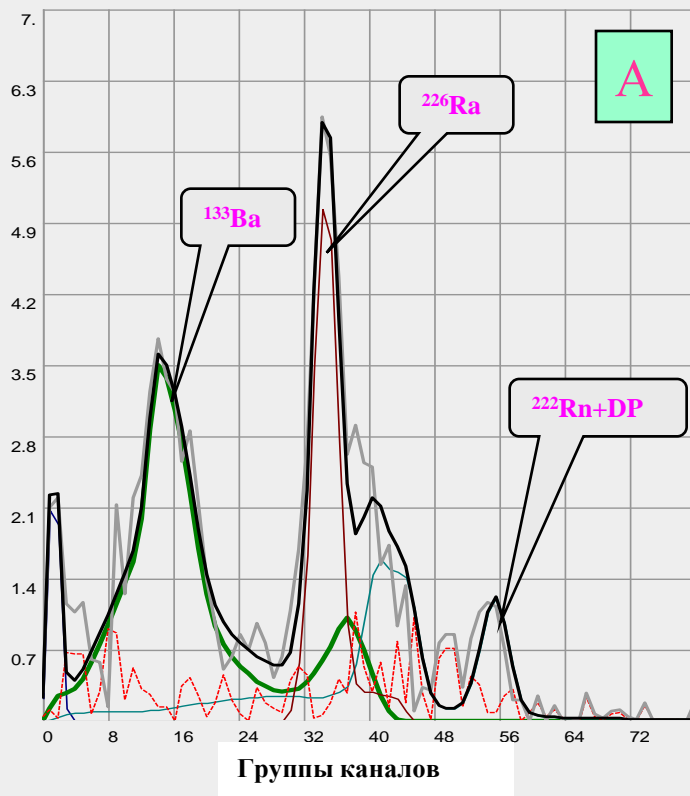
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Пробы воды IAEA-01 и 02.
Определение ^{226}Ra .



**А-проба IAEA-01 (53.007 г), Б- проба IAEA-02 (46.209 г).
Расшифровка ЖС спектров остатков водных фракций (^{133}Ba , ^{210}Pb ,
 ^{226}Ra) после последовательного извлечения изотопов U, Th и Po.
 ^{133}Ba добавлен в качестве трассера радиохимического выхода Ra.**

IAEA-
2008-3

Уточняющий анализ проб воды IAEA-01 и 02 с использованием радиохимического извлечения и ЖСС. Определение ^{226}Ra .



**Расшифровка ЖС спектров извлеченного из проб ^{226}Ra . ^{133}Ba добавлен в качестве трассера радиохимического выхода Ra.
А-проба IAEA-01 (51.44 г), Б- проба IAEA-02 (43.48 г).**

**IAEA-
2008-3**

Результаты определения природных радионуклидов в водных пробах IAEA-01 и IAEA-02.

№ пробы	Р/Н состав	Данные IAEA, Бк/кг	Неопред-сть IAEA, Бк/кг	Данные РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Неопред-сть РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Итоговая оценка теста
IAEA-01	²²⁶ Ra	0.69	0.04	0.60	0.05	+
	²³⁴ U	0.56	0.02	0.48	0.04	+
	²³⁸ U	0.36	0.01	0.39	0.04	+
IAEA-02	²²⁶ Ra	1.93	0.09	1.72	0.12	+
	²³⁴ U	1.2	0.04	1.03	0.1	+
	²³⁸ U	1.25	0.04	1.15	0.1	+

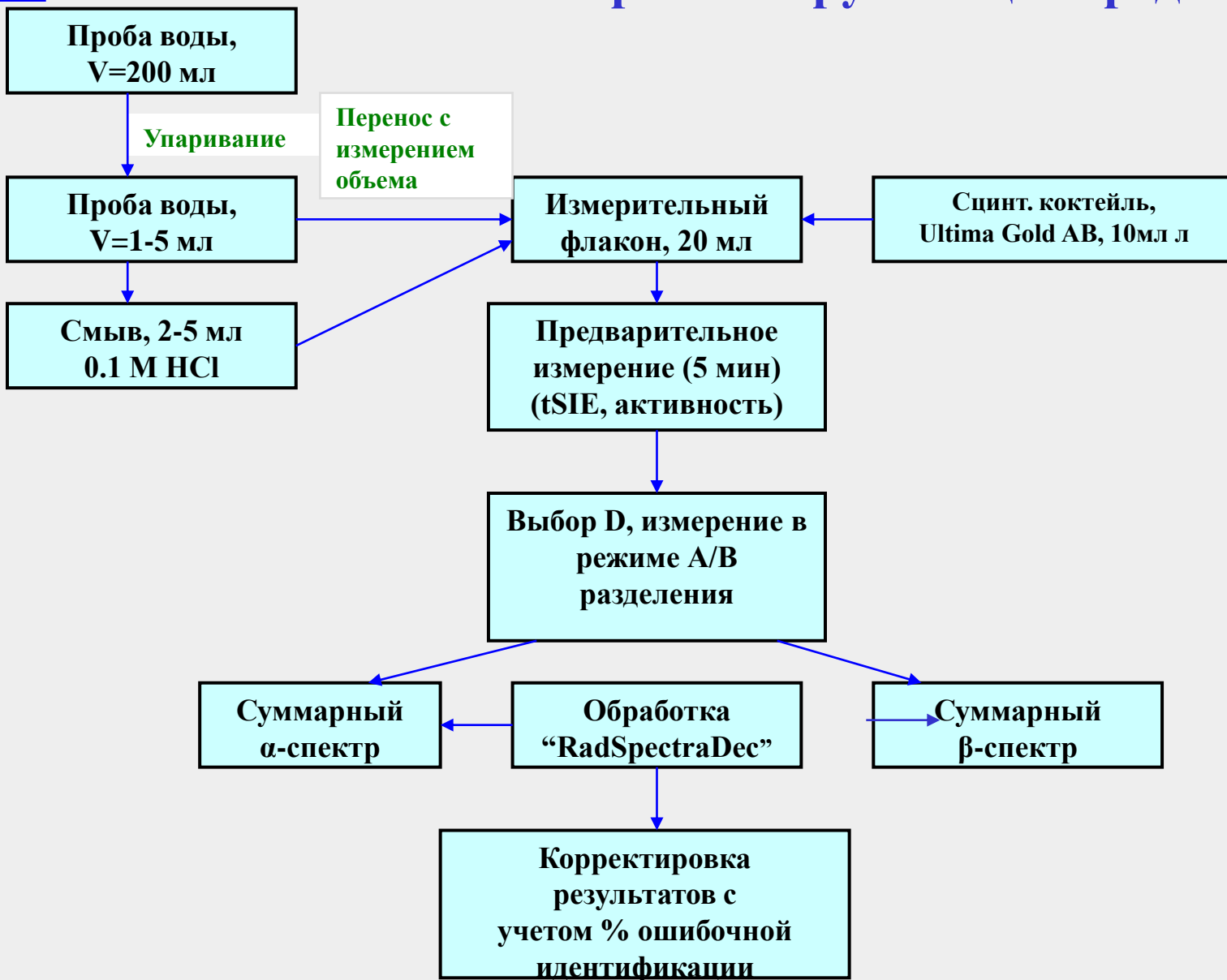
Критерий достоверности:

$$|Value_{IAEA} - Value_{Analyst}| \leq 2.58 \times \sqrt{Unc_{IAEA}^2 + Unc_{Analyst}^2}$$

Критерий точности:

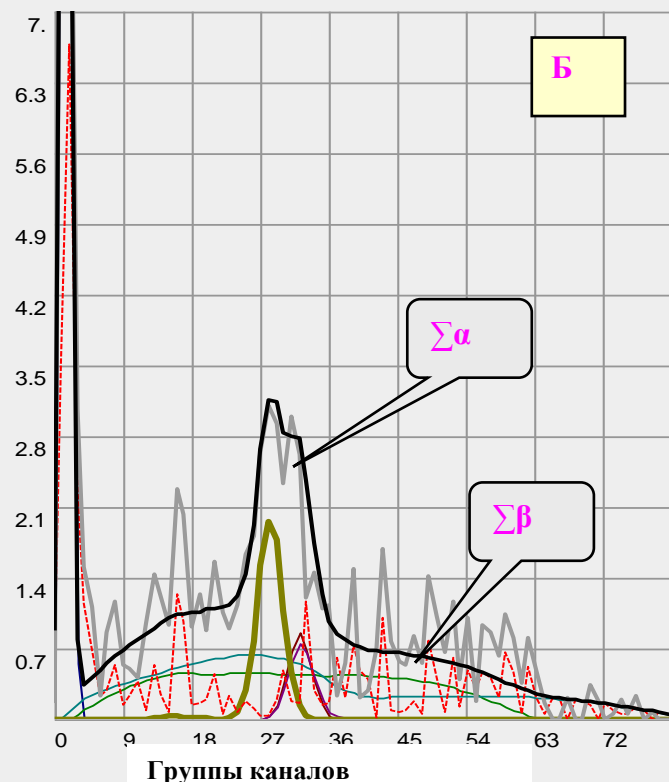
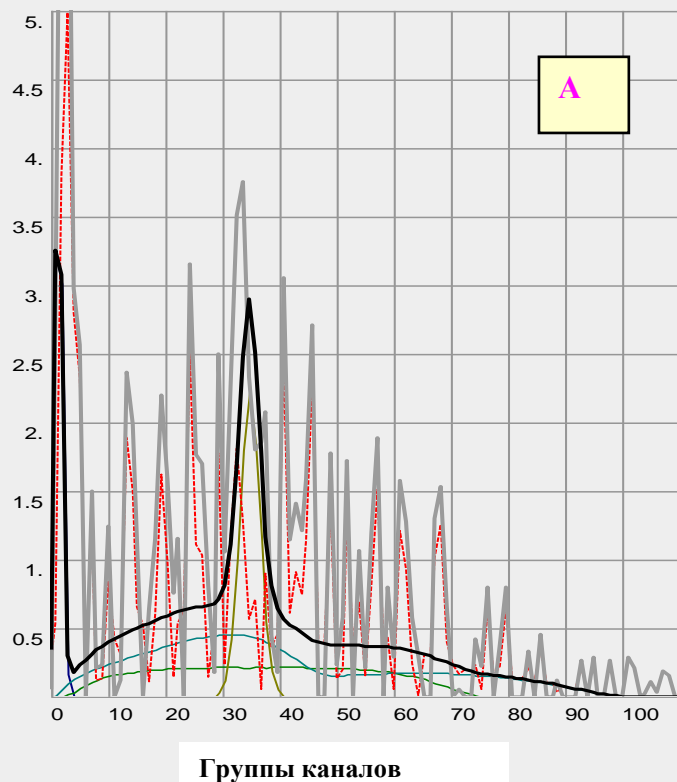
$$\sqrt{\left(\frac{Unc_{IAEA}}{Value_{IAEA}}\right)^2 + \left(\frac{Unc_{Analyst}}{Value_{Analyst}}\right)^2} \times 100\%$$

Схема определения интегральной альфа/бета активности в пробах окружающей среды



Б. Определение суммарной альфа/бета активности в водных пробах IAEA-03, IAEA-04 и IAEA-05.

Проба IAEA-03.

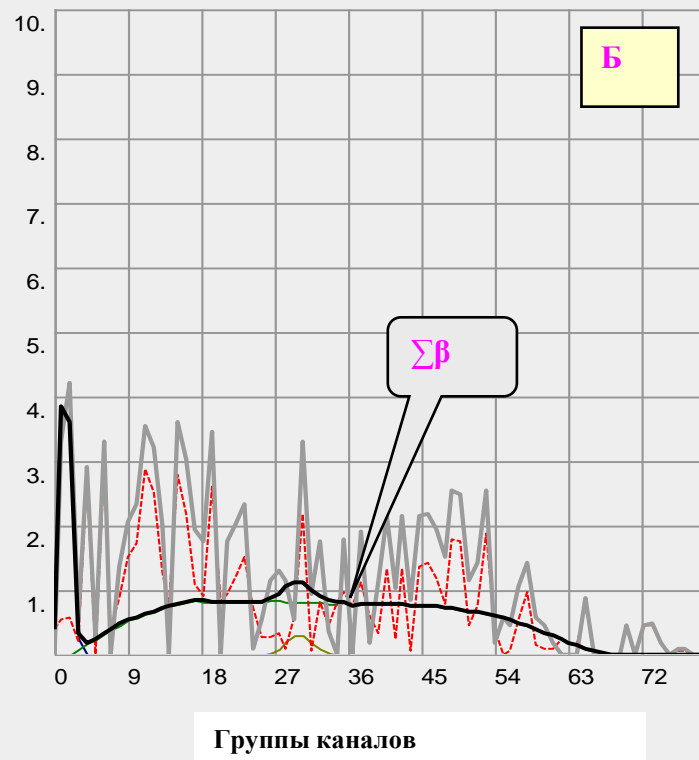
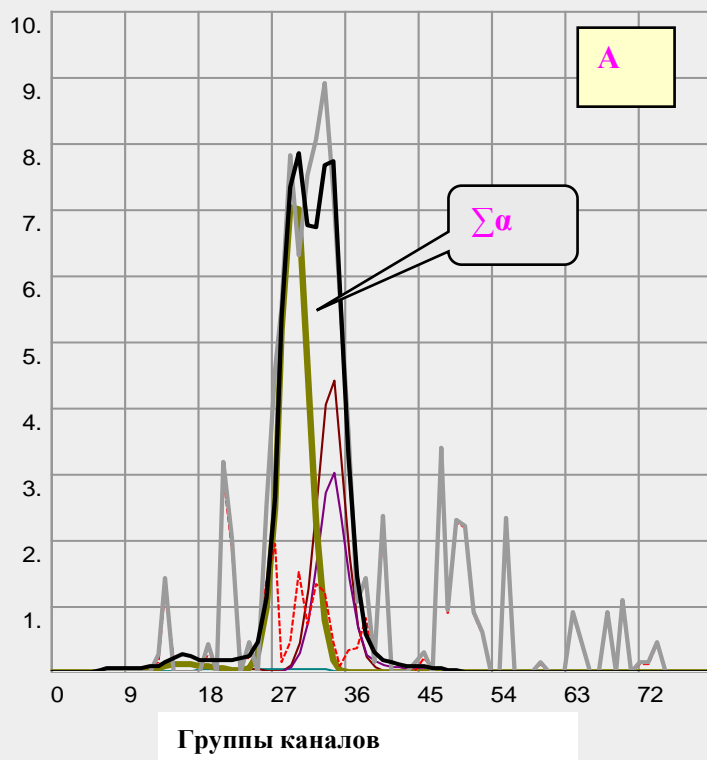


Экспресс- анализ без альфа/бета разделения.
Суммарный спектр пробы IAEA-03, измеренный на ЖСС “Tri-Carb 3170 TR/SL” после концентрирования упариванием.
А-спектр 40 г пробы, Б- спектр 72 г пробы.

IAEA-
2008-3

Определение суммарной альфа/бета активности в водной пробе IAEA-03.

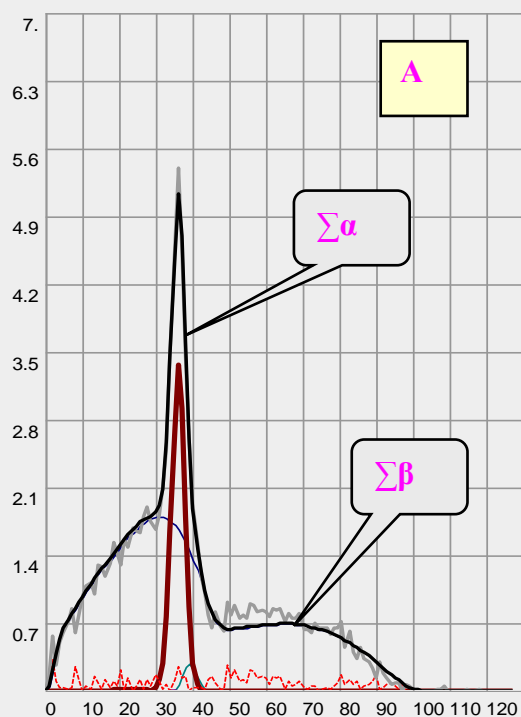
Режим α/β дискриминирования



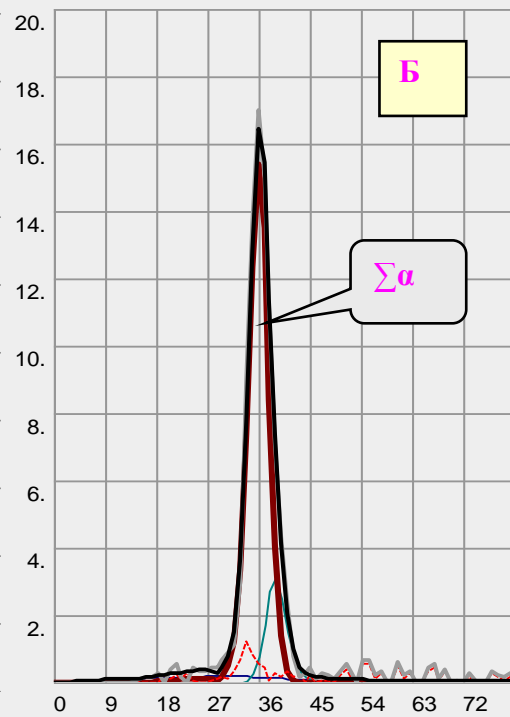
**Разделенные альфа- (А) и бета-(Б) спектры пробы IAEA-03 (72 г),
измеренные в режиме альфа/бета дискриминирования (D=115). Время
измерения-1500 мин.**

Определение суммарной альфа/бета активности в водной пробе IAEA-04.

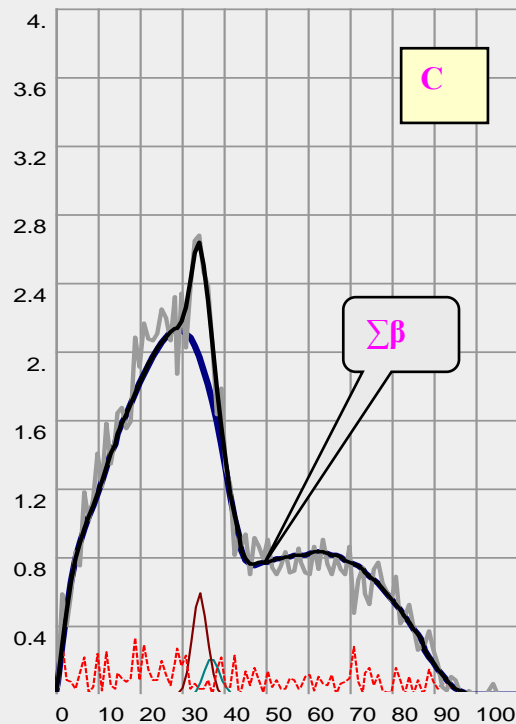
Режимы: нормальный и α/β дискриминирования



Группы каналов



Группы каналов

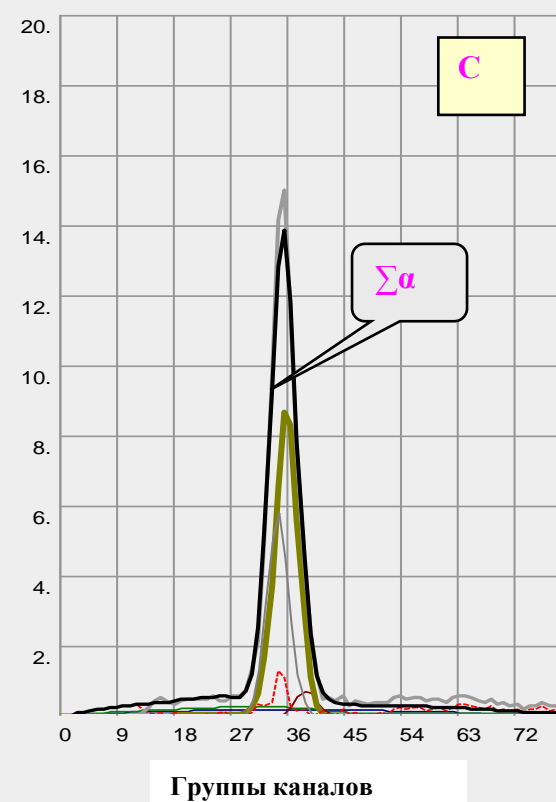
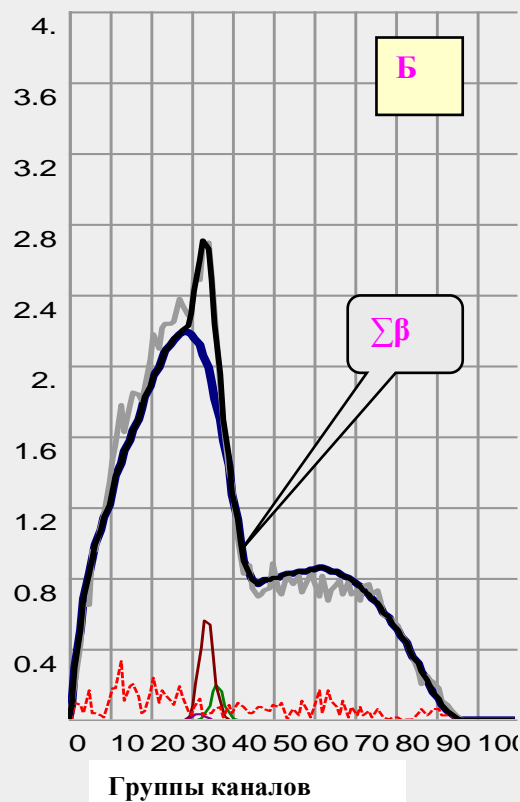
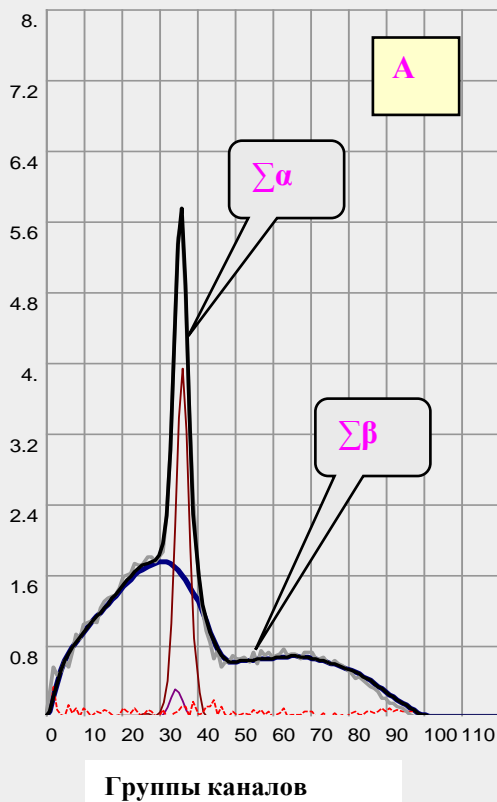


Группы каналов

ЖСС анализ пробы IAEA-04 (31 г). А-суммарный спектр пробы, измеренный в нормальном режиме измерения после концентрирования упариванием. Б-разделенный альфа-спектр, С- бета-спектр, измеренные в режиме альфа/бета дискриминирования (D=122). Время измерения-600 мин.

Определение суммарной альфа/бета активности в водной пробе IAEA-05.

Режимы: нормальный и α/β дискриминирования



ЖСС анализ пробы IAEA-05 (54 г). А-суммарный спектр пробы, измеренный в нормальном режиме измерения после концентрирования упариванием. Б-разделенный бета-спектр, С- альфа-спектр, измеренные в режиме альфа/бета дискриминирования (D=118). Время измерения-600 мин.

**IAEA-
2008-3**

**Результаты определения суммарной альфа/бета
активности в водных пробах
IAEA-03, IAEA-04 и IAEA-05.**

№ пробы	Измеряемый параметр	Данные IAEA, Бк/кг	Неопред-сть IAEA, Бк/кг	Данные РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Неопред-сть РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Итоговая оценка теста
IAEA-03	$\sum\alpha$	<0.2	-	0.13	0.02	+
	$\sum\beta$	<0.3	-	0.50	0.08	-
IAEA-04	$\sum\alpha$	3.93	0.08	3.1	0.3	+
	$\sum\beta$	15.7	0.3	13.5	1.1	+
IAEA-05	$\sum\alpha$	7.68	0.15	7.2	0.5	+
	$\sum\beta$	30.7	0.6	32.2	2.5	+

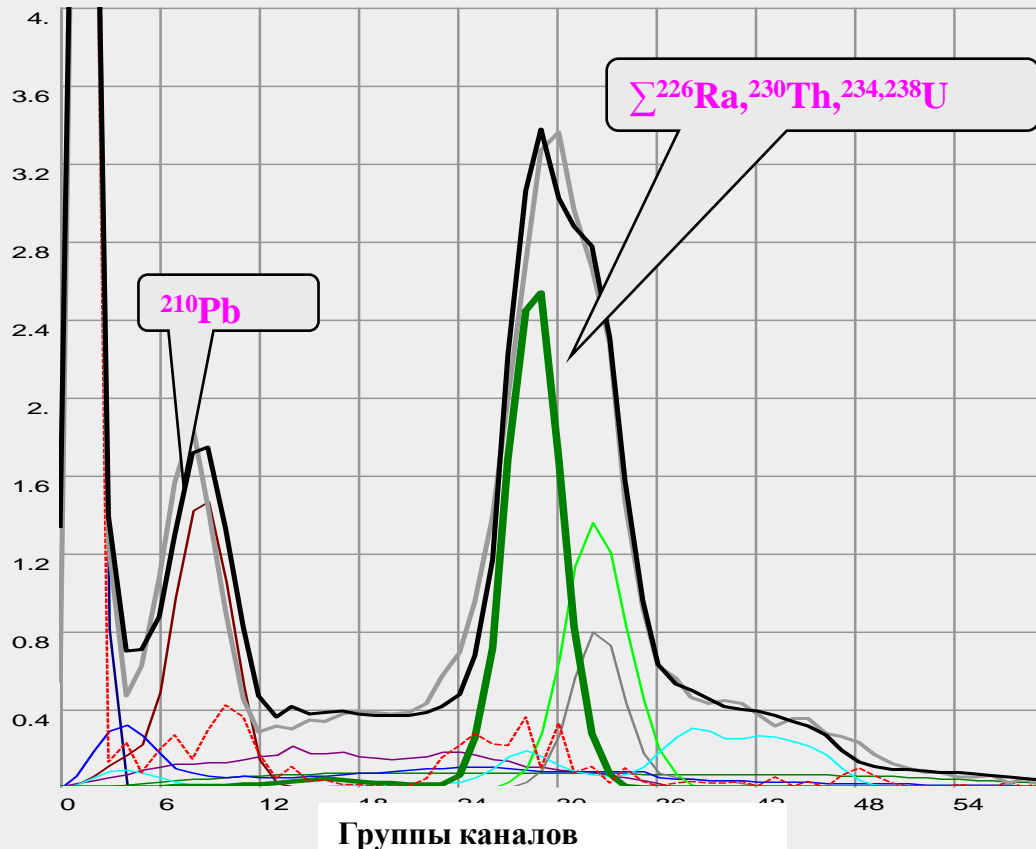
Схема определения природных радионуклидов ^{210}Pb , ^{226}Ra , ^{230}Th , $^{234,238}\text{U}$ в фосфогипсе (проба IAEA-06)



IAEA-
2008-3

С. Определение природных радионуклидов (Pb, Ra, Th, U) в фосфогипсе (проба IAEA-06).

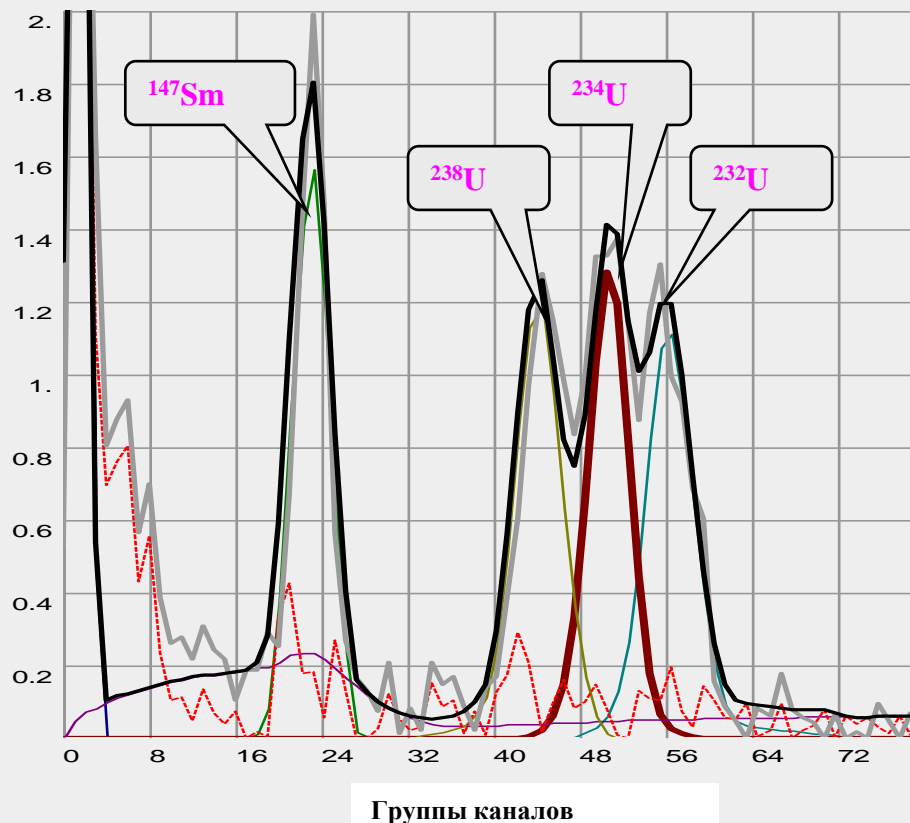
Экспресс-анализ без радиохимии



Суммарный спектр пробы фосфогипса IAEA-06, измеренный на ЖСС
“Tri-Carb 3170 TR/SL” после растворения навески 0.3 г с помощью
микроволновой технологии

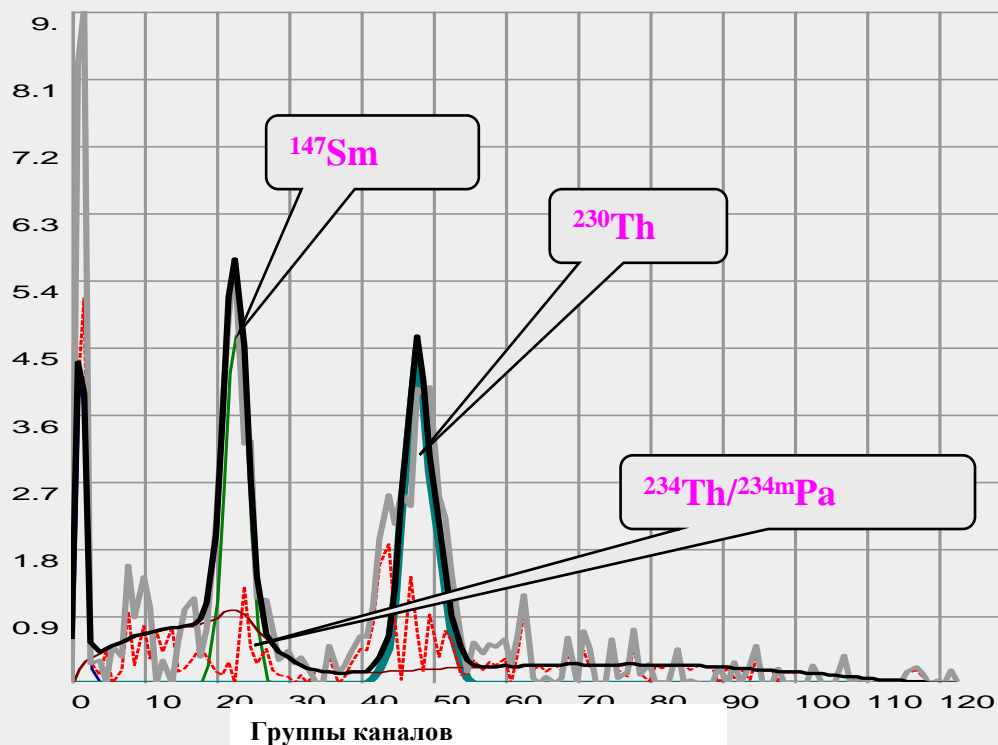
IAEA-
2008-3

Анализ пробы фосфогипса IAEA-06 с помощью экстракционной технологии и ЖСС. Определение изотопов U:



Расшифровка спектра фракции изотопов U, выделенных из фосфогипса (0.5 г) экстрактивным сцинтиллятором “URAEХ”. ^{232}U -добавлен в качестве трассера радиохимического выхода. ^{147}Sm добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков.

Определение изотопов Th:

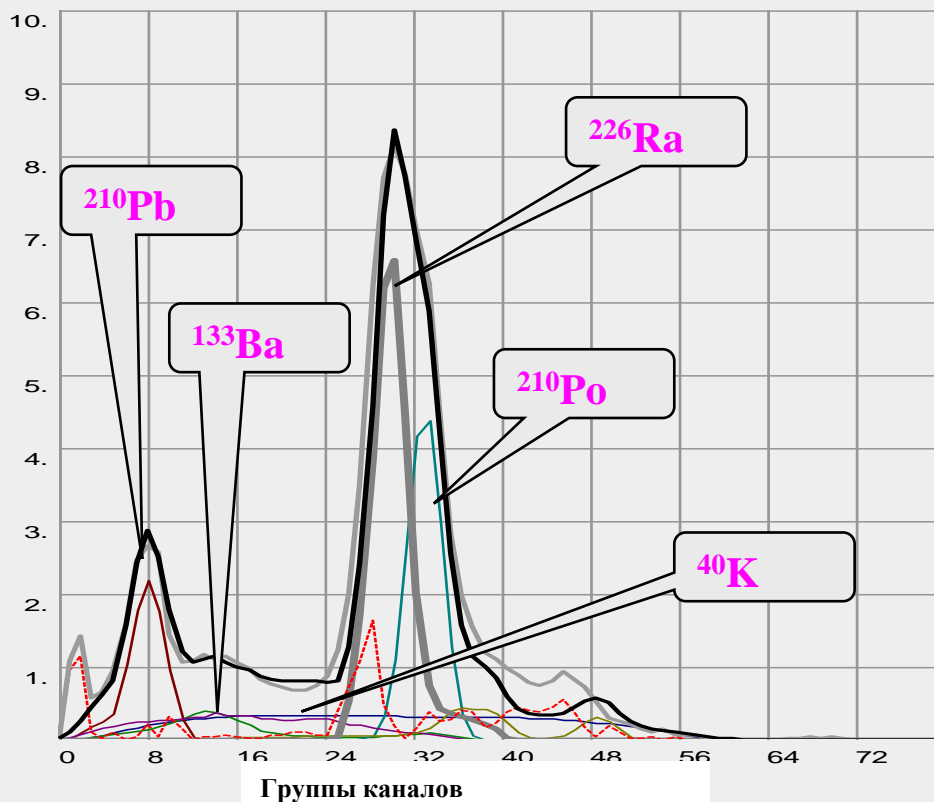


Расшифровка спектра фракции изотопов Th, выделенных из фосфогипса (0.5 г) экстрактивным сцинтиллятором “THOREX”. ^{147}Sm добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков. Радиохимический выход ^{230}Th определен по $^{234}\text{Th}/^{234\text{m}}\text{Pa}$ в предположении, что они находятся в радиоактивном равновесии с ^{238}U . (Предположение оказалось ошибочным).

IAEA-
2008-3

Анализ пробы фосфогипса IAEA-06 с помощью экстракционной технологии и ЖСС.

Определение ^{210}Pb , ^{226}Ra .

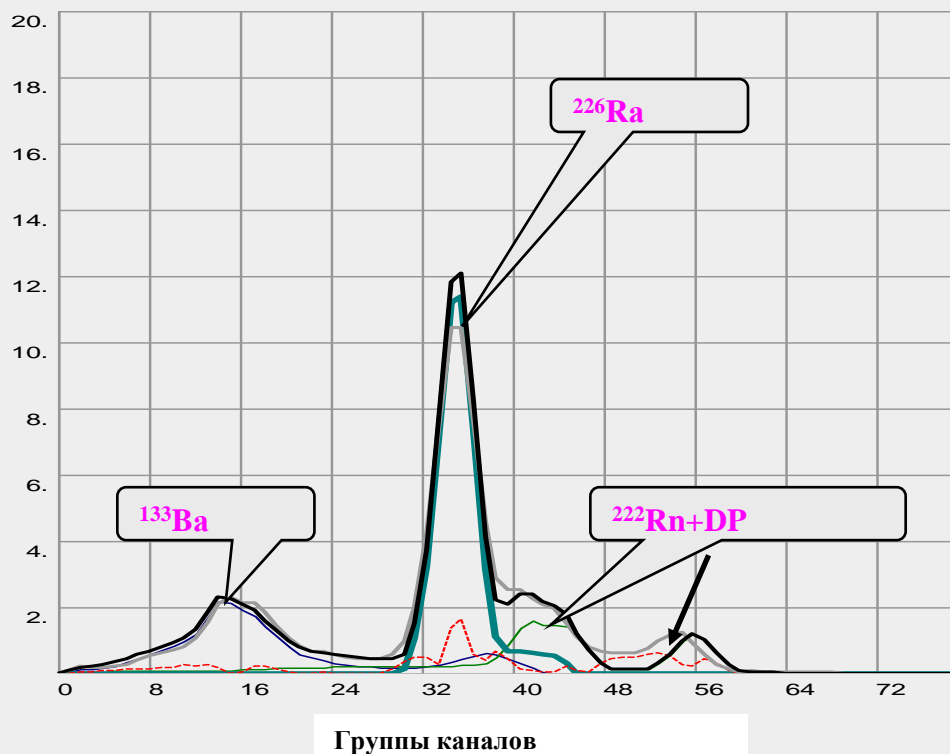


Расшифровка спектра фракции водного остатка (^{40}K , ^{133}Ba , ^{210}Pb , ^{210}Po , ^{226}Ra)
после выделения изотопов U и Th. ^{133}Ba -добавлен в качестве трассера
радиохимического выхода ^{210}Pb и ^{226}Ra .

**IAEA-
2008-3**

**Уточняющий анализ пробы фосфогипса IAEA-06
использованием радиохимического извлечения и ЖСС.**

Определение ^{226}Ra .



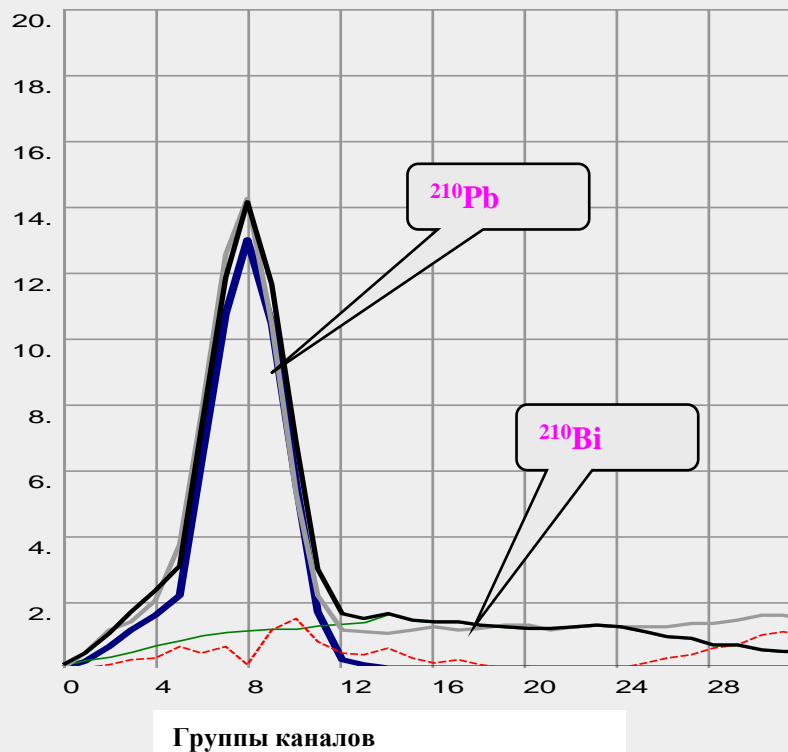
**Расшифровка суммарного ЖС спектра после радиохимического
извлечения ^{226}Ra из фосфогипса (5.04 г). КХВ=75%.**

^{133}Ba использован в качестве трассера радиохимического выхода ^{226}Ra .

IAEA-
2008-3

Уточняющий анализ пробы фосфогипса IAEA-06
использованием радиохимического извлечения и ЖСС.

Определение ^{210}Pb .



Расшифровка суммарного ЖС спектра после радиохимического извлечения ^{210}Pb из фосфогипса (5.04 г). КХВ=54% по гравиметрическому методу.

**IAEA-
2008-3**

**Результаты определения природных радионуклидов
в пробе фосфогипса IAEA-06.**

№ пробы	Р/н состав	Данные IAEA, Бк/кг	Неопред-сть IAEA, Бк/кг	Данные РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Неопред-сть РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Итоговая оценка теста
IAEA -06	^{210}Pb	680	29	720	70	+
	^{226}Ra	780	31	670	60	+
	^{230}Th	211	4.5	120	11	-
	^{234}U	120	4.5	110	10	+
	^{238}U	120	5.5	111	10	+

Общий результат.

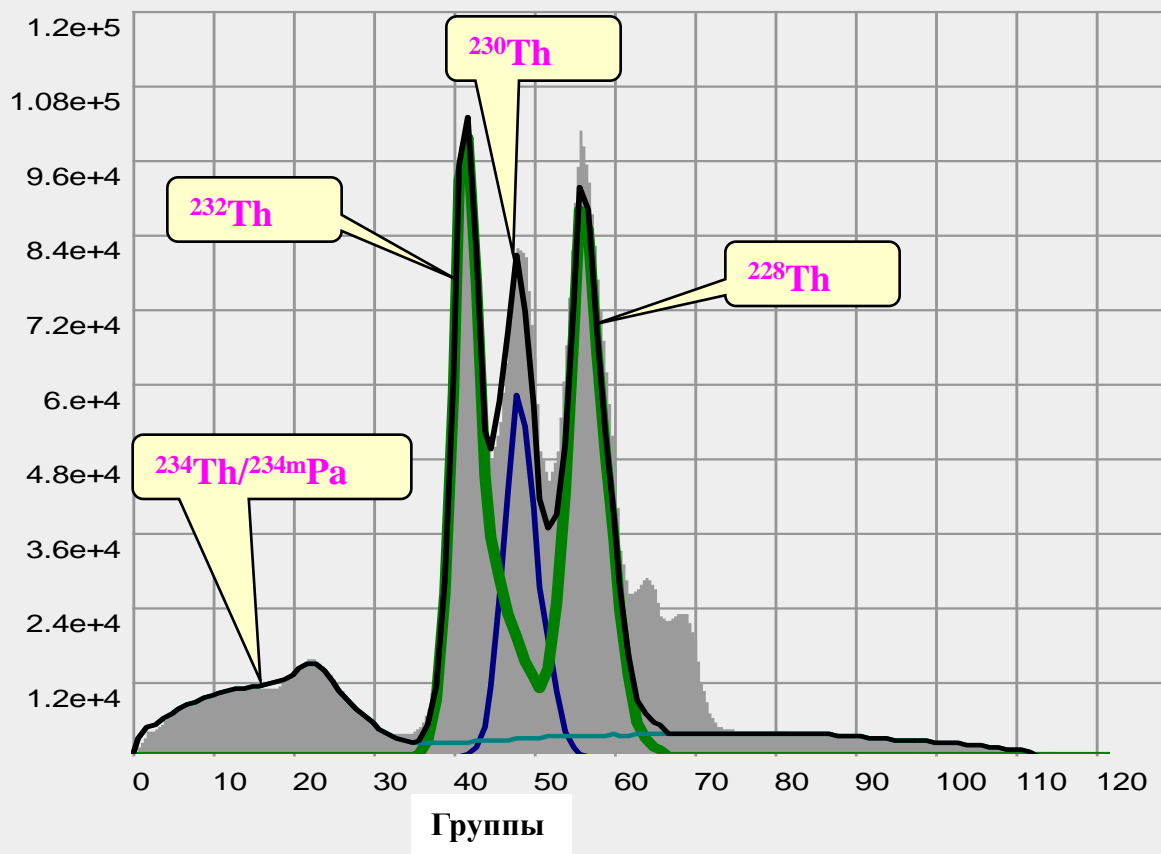
**Суммарное количество определений-17;
Положительных результатов -15;
Отрицательных-2**

Основные результаты получены с использованием ЖСС.
Уточняющие анализы: радиохимия+ЖСС+ α -спектрометрия,
 γ -спектрометрия (^{210}Pb , ^{226}Ra)

Ошибки:

- 1 - При определении суммарной альфа/бета активности пробы IAEA-03 было недостаточно исследуемого материала (всего 100 мл) при сравнительно низкой концентрации альфа- и бета- излучающих радионуклидов; провести параллельное определение не представлялось возможным. Для анализа такой активности методом ЖСС необходимо ~200 мл пробы.
- 2 - При определении ^{230}Th в фосфогипсе (IAEA-06) для оценки химвыхода изотопов Th были выбраны $^{234}\text{Th}/^{234\text{m}}\text{Pa}$ в предположении, что они находятся в радиоактивном равновесии с определенным ^{238}U . Предположение о равновесии оказалось ошибочным. Нужно было взять ^{232}Th .

Иллюстрация возможности использования одного из изотопов **Th** в качестве трассера при определении химвыхода в методе ЖСС.



Расшифровка ЖС спектра суммы изотопов Th после жидкостно-жидкостной экстракции (Минимально затухенный счетный образец).



ГУП Мос НПО «Радон»

СПАСИБО

ЗА

ВНИМАНИЕ!