



**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	$^{226}\text{Ra}$ $^{234}\text{U}$ $^{238}\text{U}$	Водный раствор
IAEA-03 IAEA-04 IAEA-05	$\Sigma\alpha$ $\Sigma\beta$	Водный раствор
IAEA-06	$^{210}\text{Pb}$ $^{226}\text{Ra}$ $^{230}\text{Th}$ $^{234}\text{U}$ $^{238}\text{U}$	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:

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

# Схема экспресс-метода определения природных радионуклидов U и $^{226}\text{Ra}$ 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 ( $^{232}\text{U}$ ,  $^{133}\text{Ba}$ )

Экстракционное извлечение изотопов U экстрагентом "URAEX" из 0.5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Органич. фракция (U) +  $^{147}\text{Sm}$

Радиохимия Уточняющий анализ

Экстракционное извлечение изотопов Th экстрагентом "THOREX" из 3 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Органич. фракция (Th)

$^{226}\text{Ra}$

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

Экстракционное извлечение  $^{210}\text{Po}$  экстрагентом "POLEX" из 7.5 M  $\text{H}_3\text{PO}_4 - 0.01\text{M HCl}$

Органич. фракция (Po)

$\alpha$ -спектрометрия (PIPS)

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

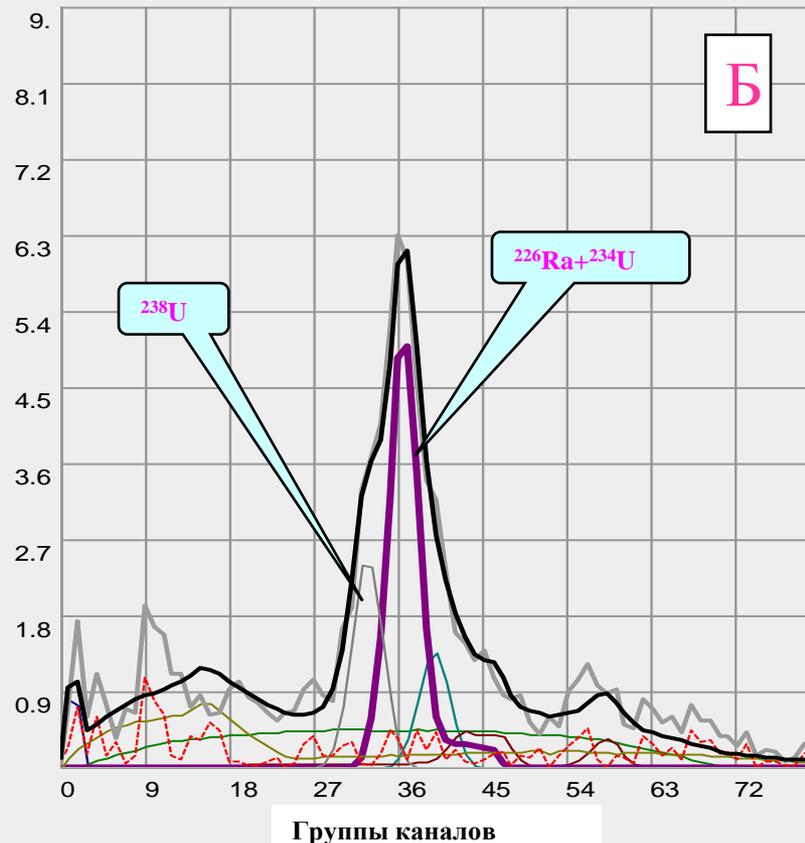
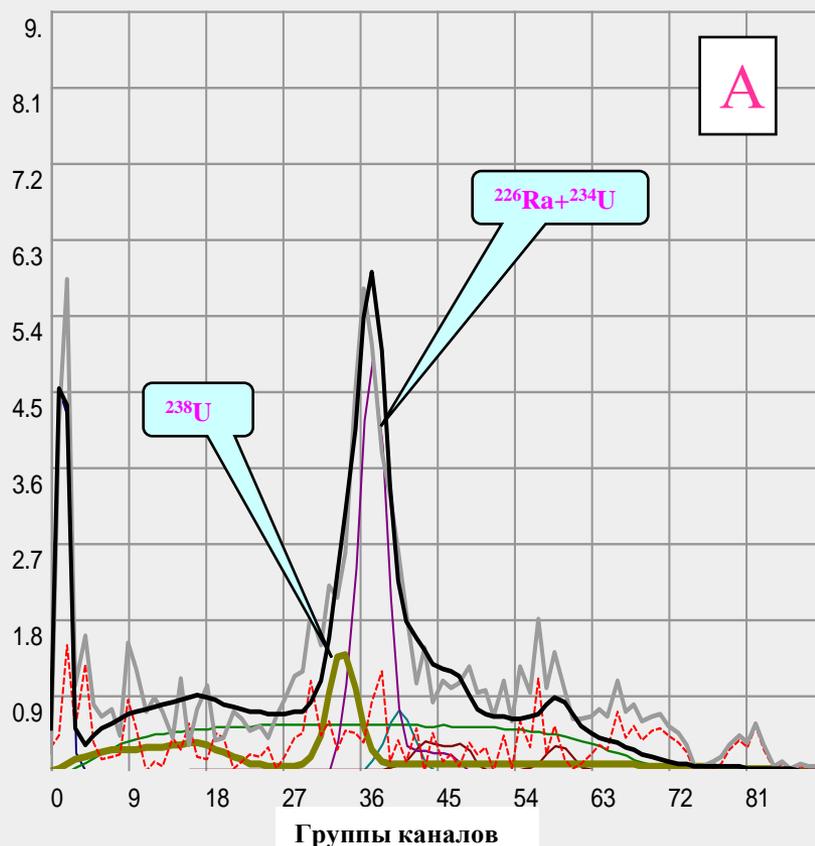
Измерение на ЖС спектрометре

Обработка программой "RadSpectraDec"

IAEA-  
2008-3

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

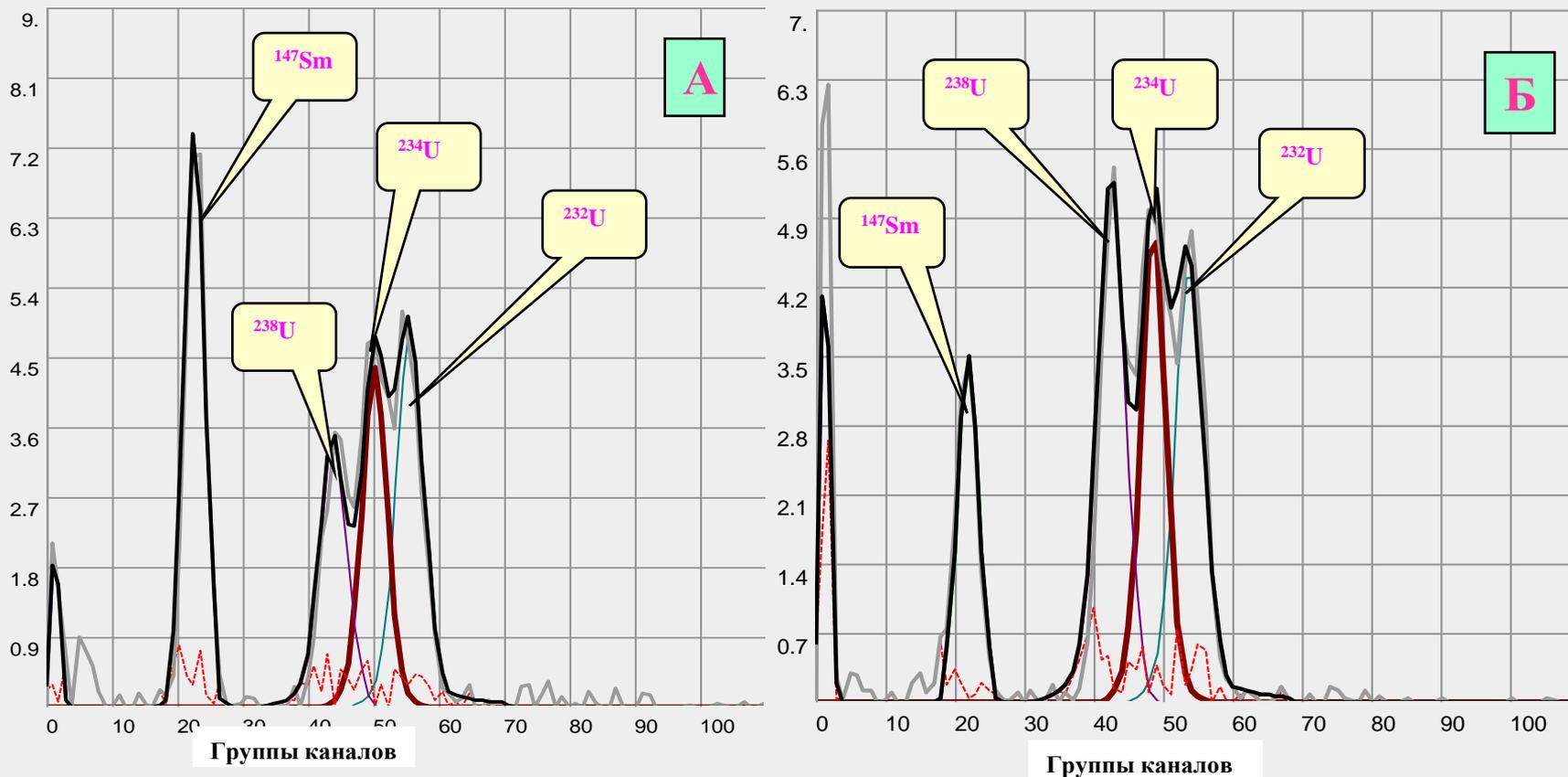
## Экспресс-анализ без радиохимии



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

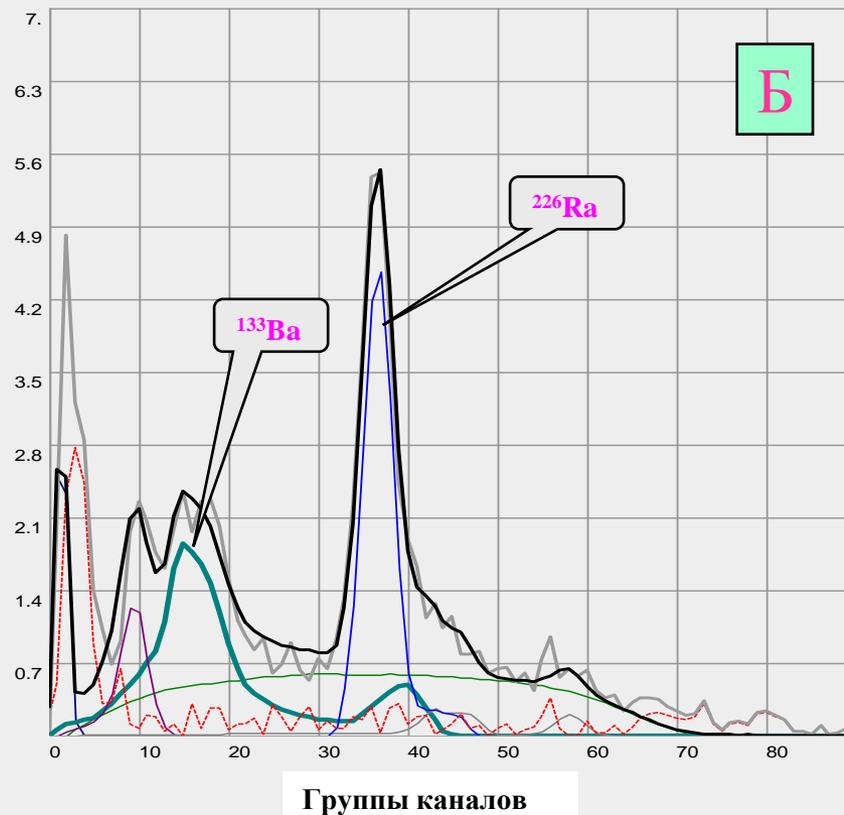
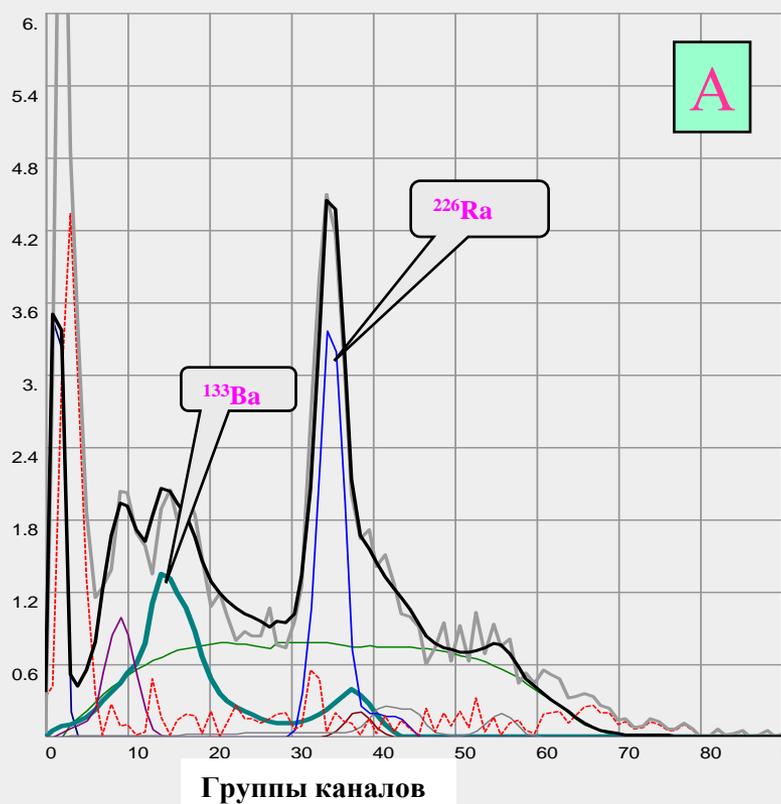
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Пробы воды IAEA-01 и 02.  
Определение изотопов U.



**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).  $^{232}\text{U}$ -трассер радиохимического выхода.  $^{147}\text{Sm}$  добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков.**

IAEA-  
2008-3

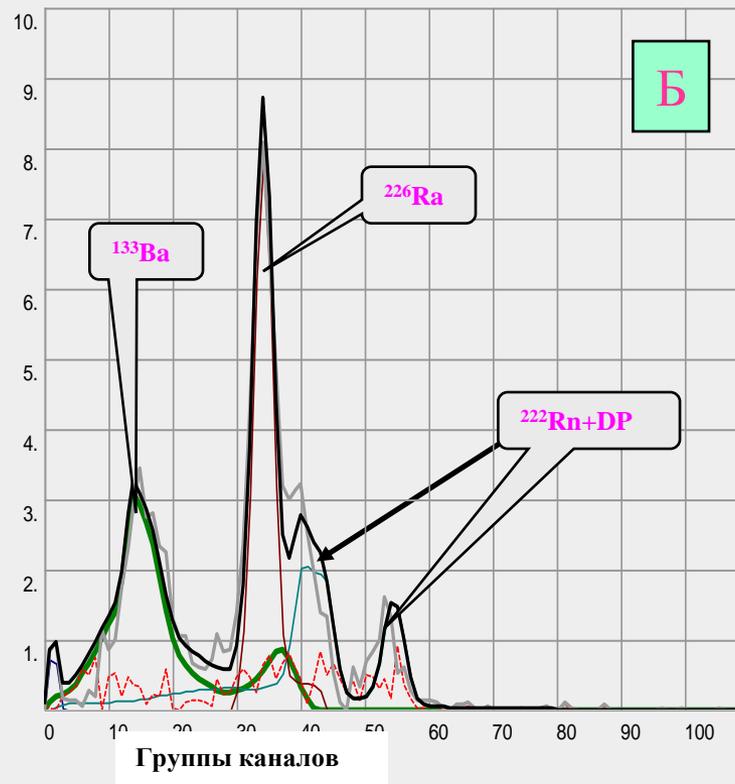
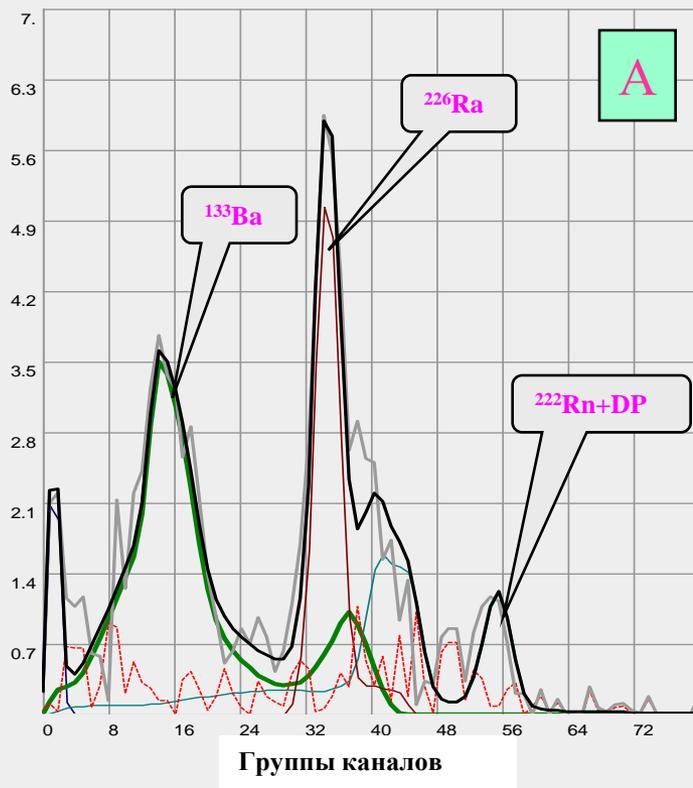
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Пробы воды IAEA-01 и 02.  
Определение  $^{226}\text{Ra}$ .



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



**Расшифровка ЖС спектров извлеченного из проб  $^{226}\text{Ra}$ .  $^{133}\text{Ba}$  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	<sup>226</sup> Ra	<b>0.69</b>	0.04	<b>0.60</b>	0.05	+
	<sup>234</sup> U	<b>0.56</b>	0.02	<b>0.48</b>	0.04	+
	<sup>238</sup> U	<b>0.36</b>	0.01	<b>0.39</b>	0.04	+
IAEA-02	<sup>226</sup> Ra	<b>1.93</b>	0.09	<b>1.72</b>	0.12	+
	<sup>234</sup> U	<b>1.2</b>	0.04	<b>1.03</b>	0.1	+
	<sup>238</sup> U	<b>1.25</b>	0.04	<b>1.15</b>	0.1	+

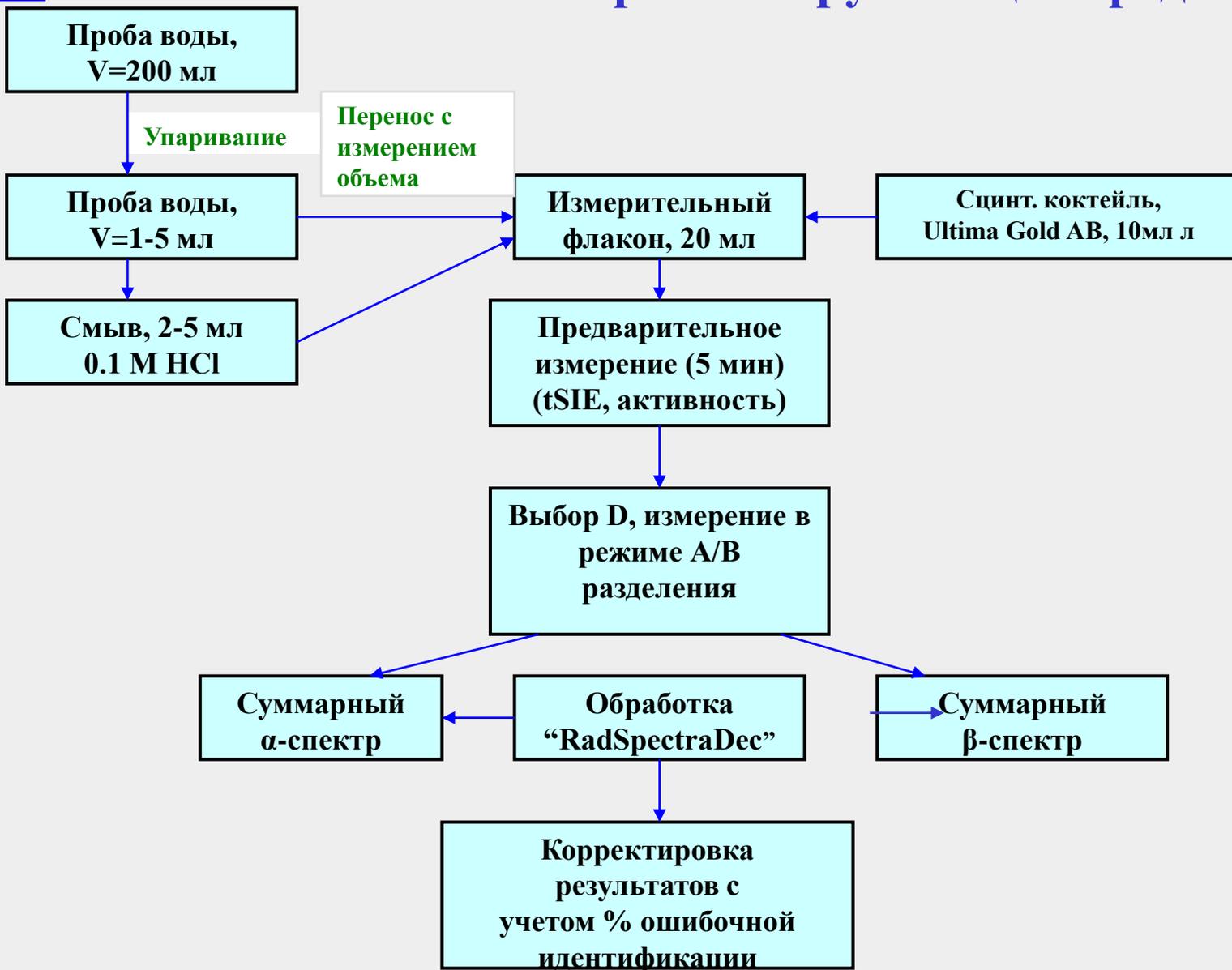
**Критерий достоверности:**

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

**Критерий точности:**

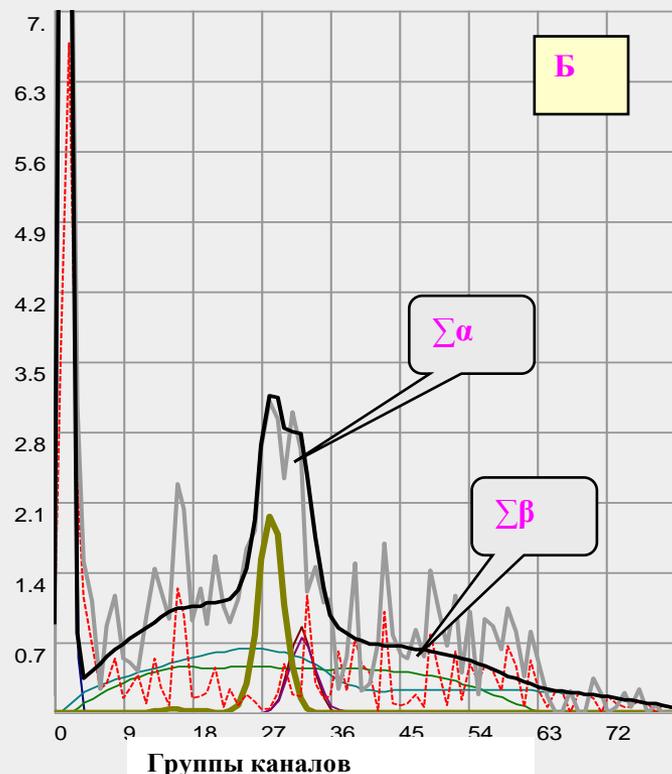
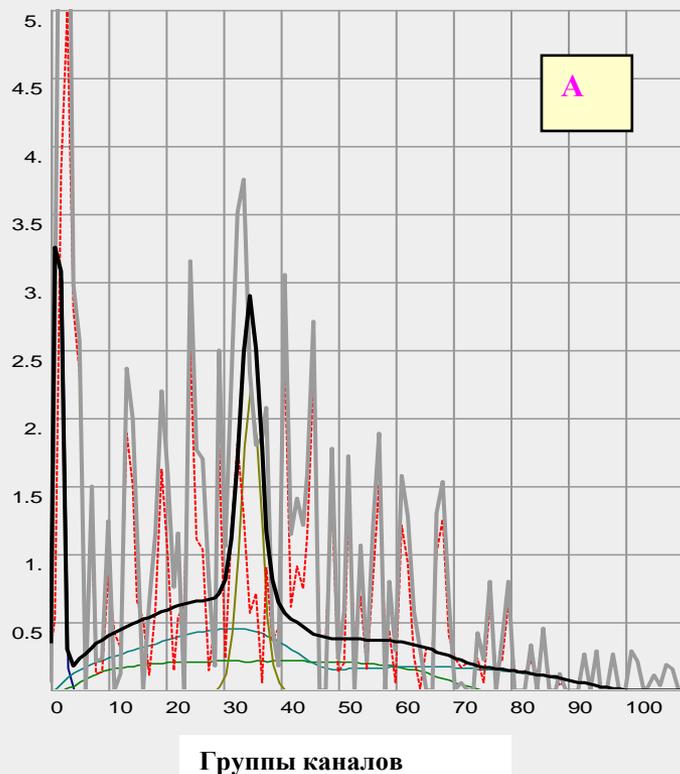
$$\sqrt{\left(\frac{Unc_{IAEA}}{Value_{IAEA}}\right)^2 + \left(\frac{Unc_{Analyst}}{Value_{Analyst}}\right)^2} \times 100\%$$

## 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.

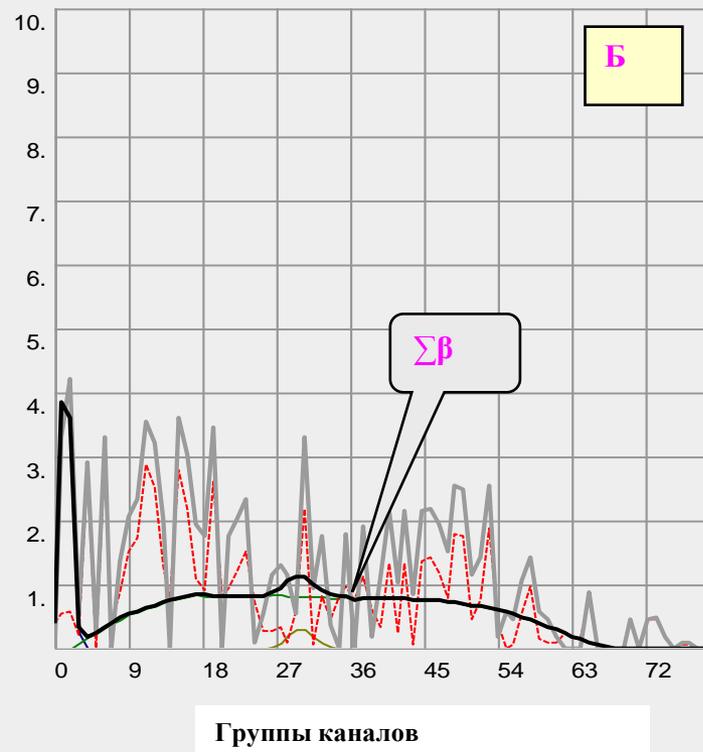
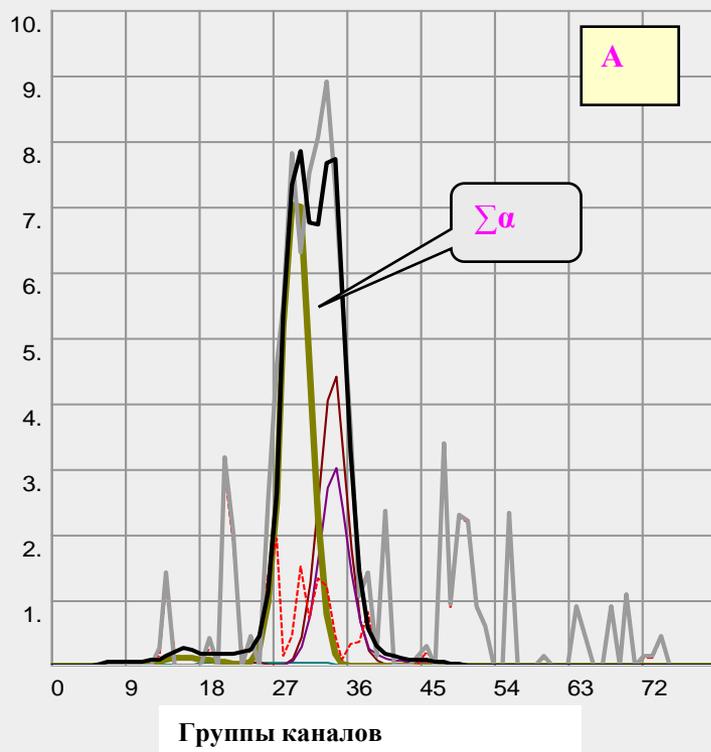
Суммарный спектр пробы IAEA-03, измеренный на ЖСС “Tri-Carb 3170 TR/SL” после концентрирования упариванием.

А-спектр 40 г пробы, Б- спектр 72 г пробы.

IAEA-  
2008-3

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

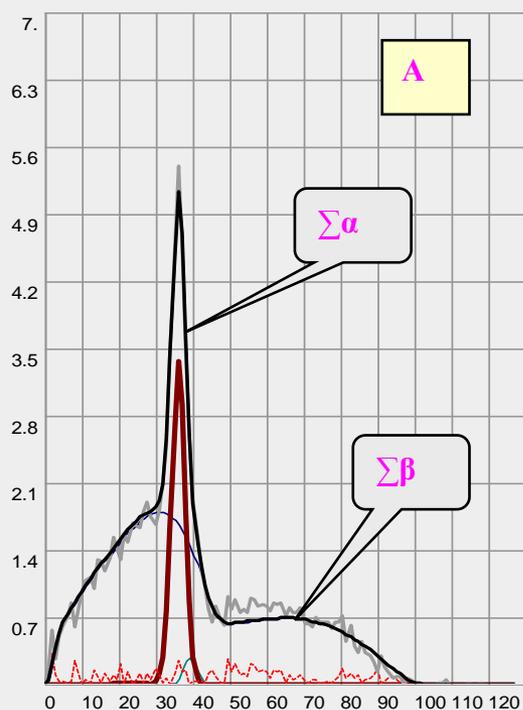
## Режим $\alpha/\beta$ дискриминирования



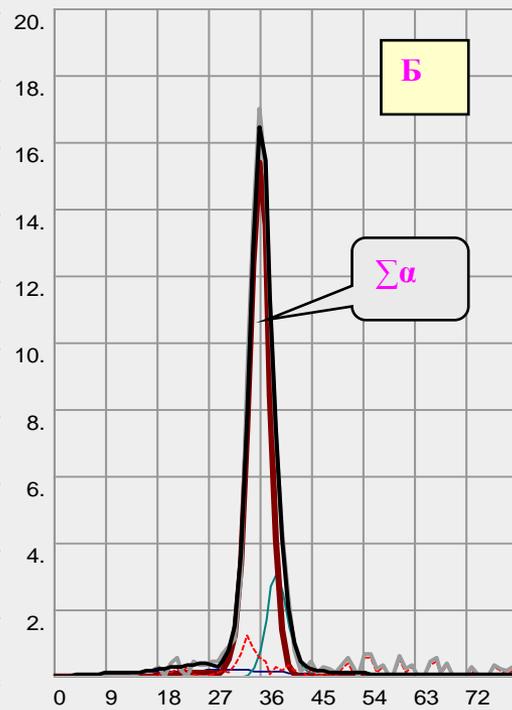
**Разделенные альфа- (А) и бета-(Б) спектры пробы IAEA-03 (72 г),  
измеренные в режиме альфа/бета дискриминирования (D=115). Время  
измерения-1500 мин.**

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

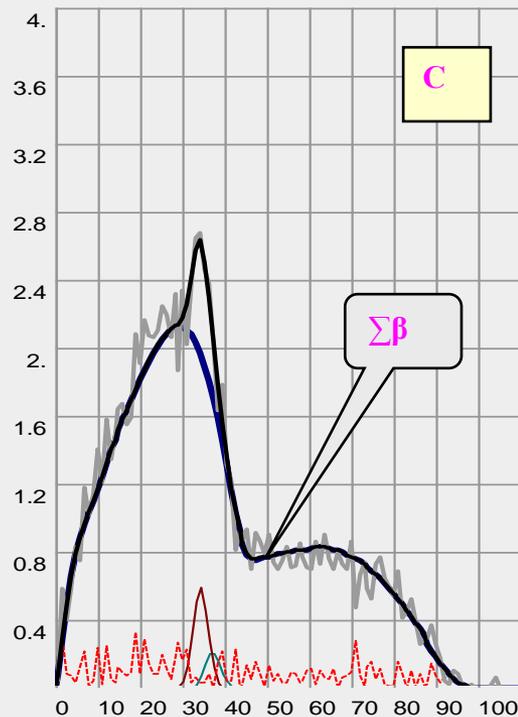
Режимы: нормальный и  $\alpha/\beta$  дискриминирования



Группы каналов



Группы каналов

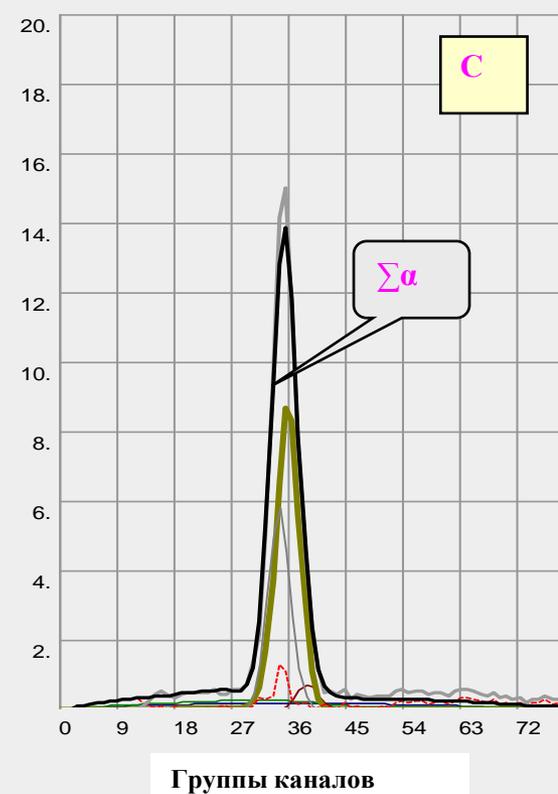
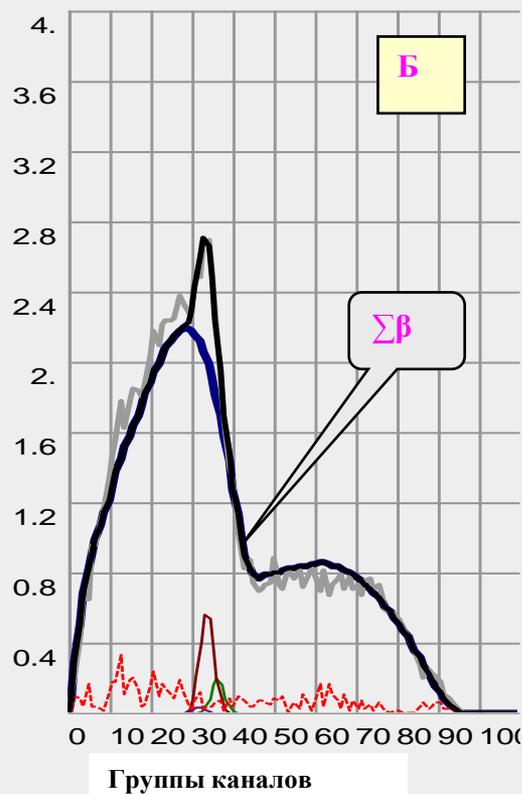
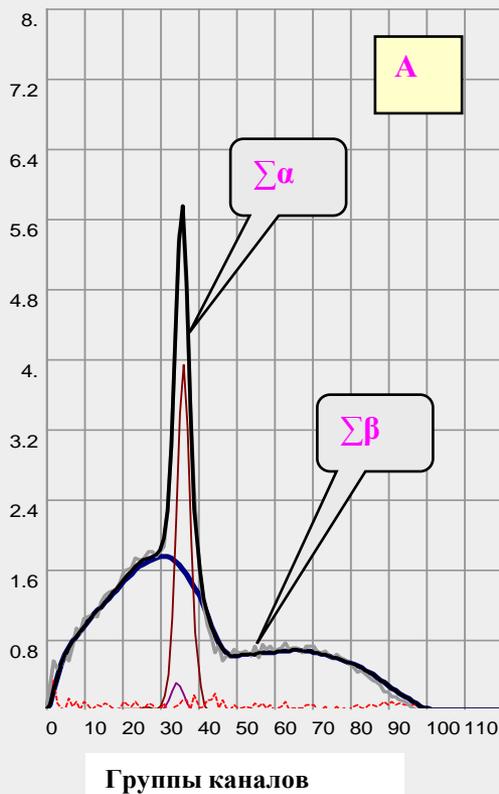


Группы каналов

**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  $\alpha/\beta$  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	$\Sigma\alpha$	<b>&lt;0.2</b>	-	<b>0.13</b>	0.02	+
	$\Sigma\beta$	<b>&lt;0.3</b>	-	<b>0.50</b>	0.08	-
IAEA-04	$\Sigma\alpha$	<b>3.93</b>	0.08	<b>3.1</b>	0.3	+
	$\Sigma\beta$	<b>15.7</b>	0.3	<b>13.5</b>	1.1	+
IAEA-05	$\Sigma\alpha$	<b>7.68</b>	0.15	<b>7.2</b>	0.5	+
	$\Sigma\beta$	<b>30.7</b>	0.6	<b>32.2</b>	2.5	+

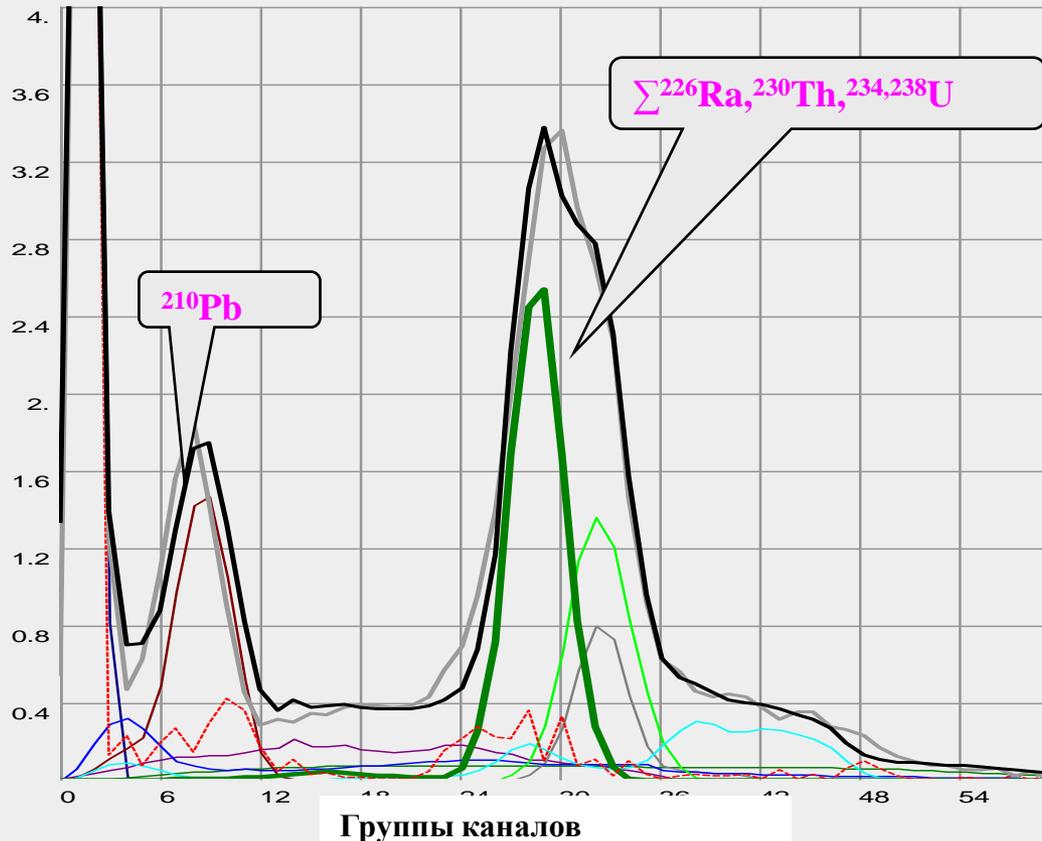
# Схема определения природных радионуклидов $^{210}\text{Pb}$ , $^{226}\text{Ra}$ , $^{230}\text{Th}$ , $^{234,238}\text{U}$ в фосфогипсе (проба IAEA-06)



IAEA-  
2008-3

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

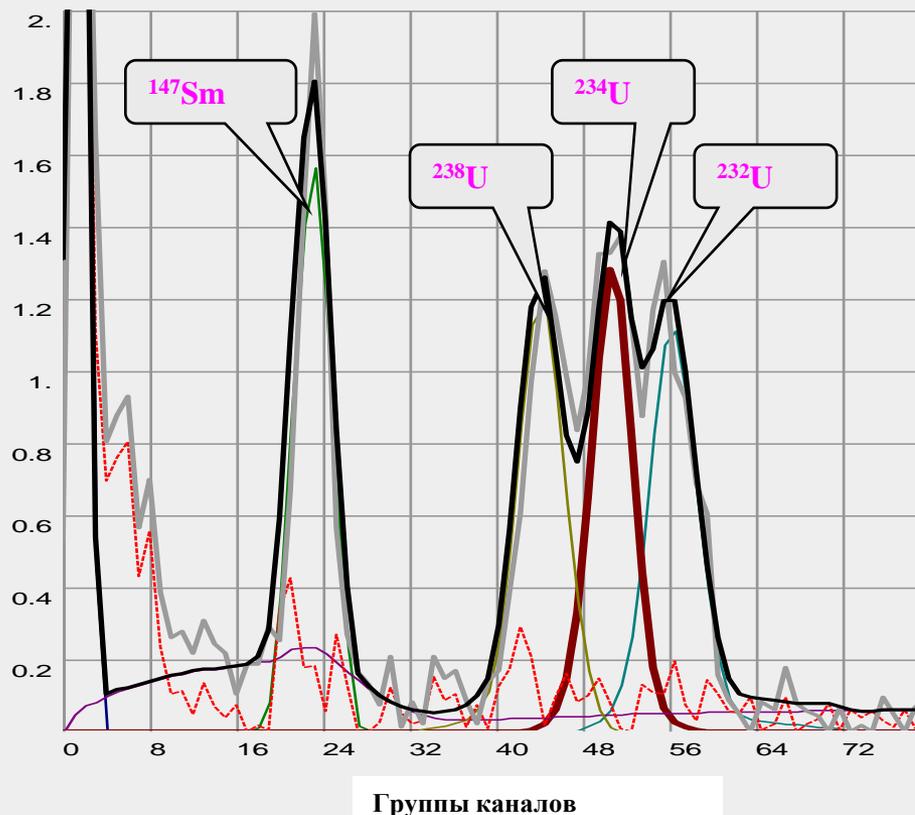
## Экспресс-анализ без радиохимии



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

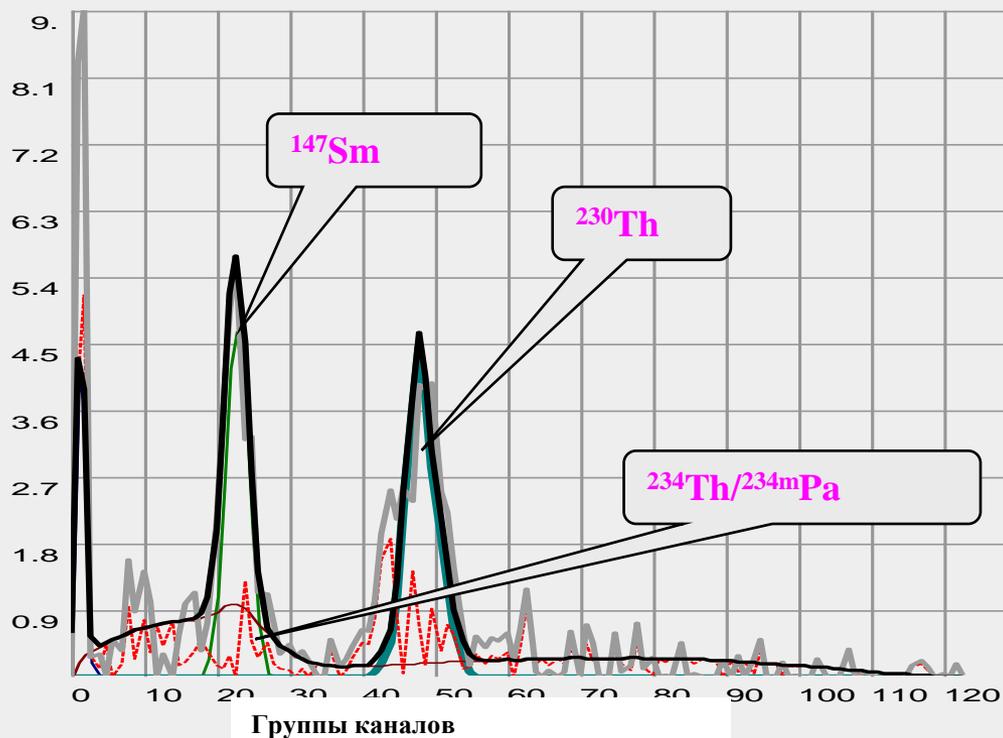
IAEA-  
2008-3

# 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”.  $^{232}\text{U}$ -добавлен в качестве трассера радиохимического выхода.  $^{147}\text{Sm}$  добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков.

## Определение изотопов Th:

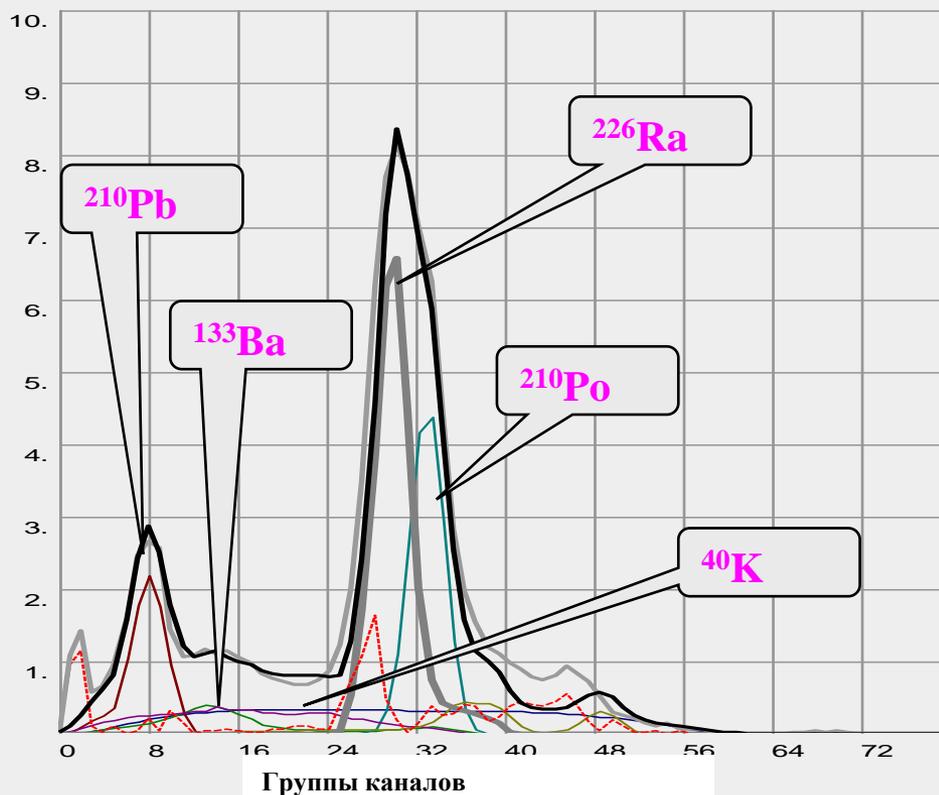


Расшифровка спектра фракции изотопов Th, выделенных из фосфогипса (0.5 г) экстрактивным сцинтиллятором “THOREX”.  $^{147}\text{Sm}$  добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков. Радиохимический выход  $^{230}\text{Th}$  определен по  $^{234}\text{Th}/^{234\text{m}}\text{Pa}$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

IAEA-  
2008-3

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

## Определение $^{210}\text{Pb}$ , $^{226}\text{Ra}$ .

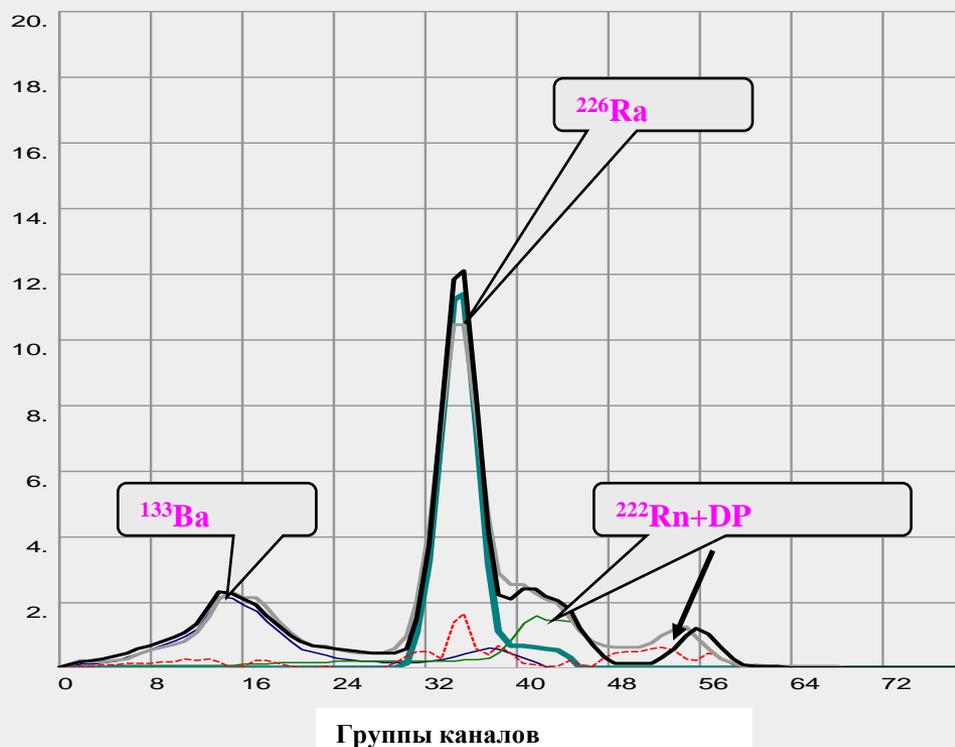


Расшифровка спектра фракции водного остатка ( $^{40}\text{K}$ ,  $^{133}\text{Ba}$ ,  $^{210}\text{Pb}$ ,  $^{210}\text{Po}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ )  
после выделения изотопов U и Th.  $^{133}\text{Ba}$ -добавлен в качестве трассера  
радиохимического выхода  $^{210}\text{Pb}$  и  $^{226}\text{Ra}$ .

IAEA-  
2008-3

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

Определение  $^{226}\text{Ra}$ .



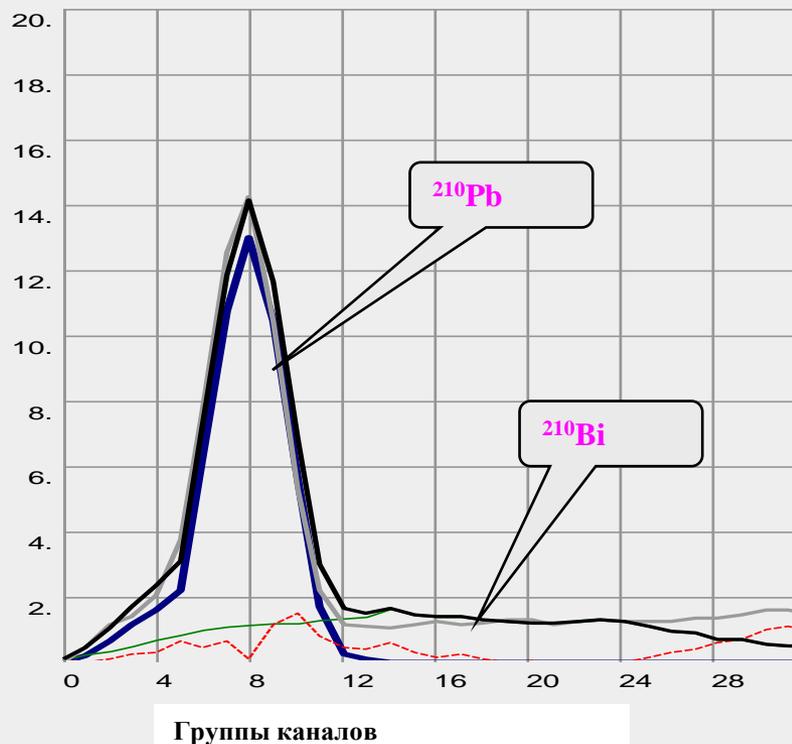
Расшифровка суммарного ЖС спектра после радиохимического  
извлечения  $^{226}\text{Ra}$  из фосфогипса (5.04 г). КХВ=75%.

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

IAEA-  
2008-3

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

Определение  $^{210}\text{Pb}$ .



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

**IAEA-  
2008-3**

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

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

## Общий результат.

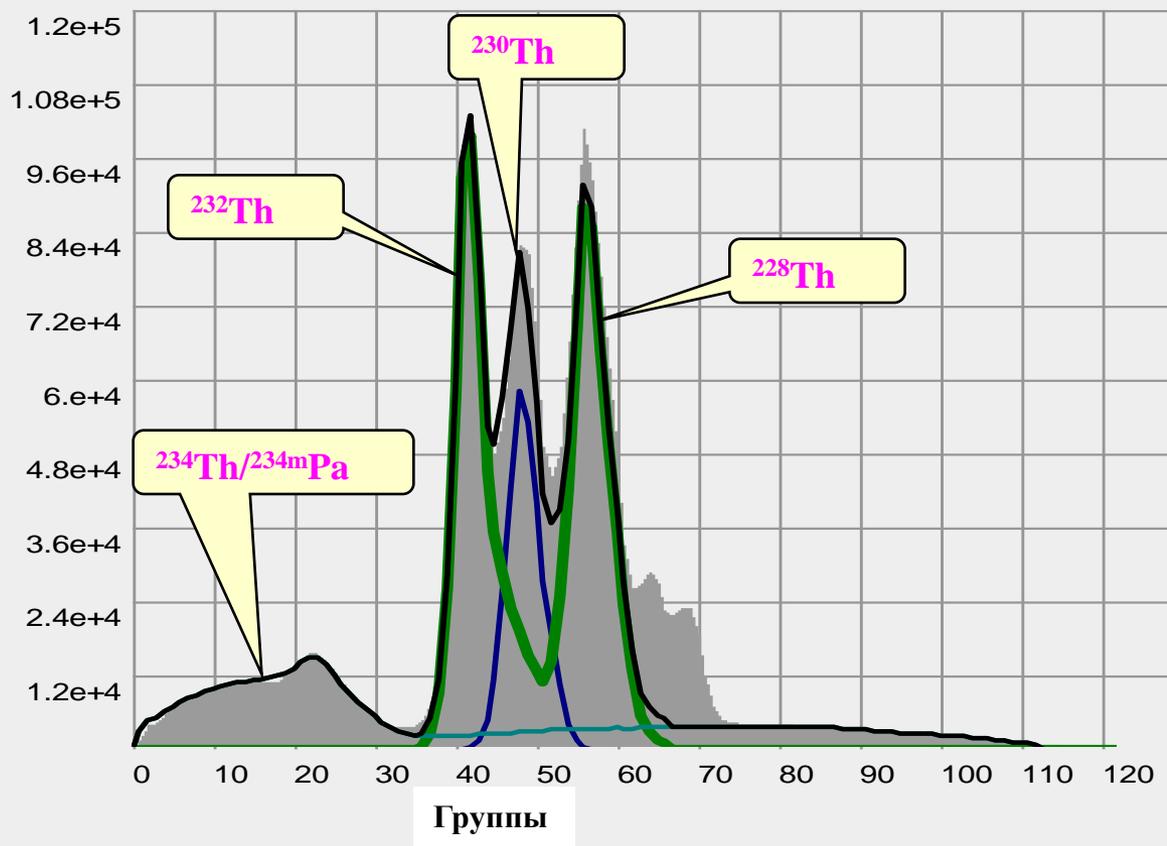
**Суммарное количество определений-17;  
Положительных результатов -15;  
Отрицательных-2**

Основные результаты получены с использованием ЖСС.  
Уточняющие анализы: радиохимия+ЖСС+ $\alpha$ -спектрометрия,  
 $\gamma$ -спектрометрия ( $^{210}\text{Pb}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ )

### 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  $^{230}\text{Th}$  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  $^{238}\text{U}$ . Предположение о равновесии оказалось ошибочным. Нужно было взять  $^{232}\text{Th}$ .

## 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!**