Przewodnik do ćwiczeń laboratoryjnych z chemii jądrowej, radiochemii oraz bezpieczeństwa jądrowego i monitoringu skażeń promieniotwórczych

Bogdan Skwarzec, Alicja Boryło, Dagmara Strumińska-Parulska, Grzegorz Olszewski

> Pracownia Analityki i Radiochemii Środowiska Katedra Chemii i radiochemii Środowiska

> > Gdańsk, 2017

Spis ćwiczeń

- 1. Pipetowanie roztworów i pomiar masy w badaniach radioanalitycznych
- 2. Pomiar czasu połowicznego rozpadu radioizotopu ^{137m}Ba
- 3. Określenie samoabsorpcji promieniowania y w próbce KCI
- 4. Pomiaru zawartości radioizotopów ⁴⁰K i ¹³⁷Cs w żywności za pomocą spektrometrii promieniowania γ
- 5. Pomiar zawartości wybranych radioizotopów w materiałach budowlanych za pomocą spektrometrii promieniowania γ
- 6. Współstrącanie radionuklidów na matrycy nieorganicznej jako metoda zatężania próbek i separacji radionuklidów
- 7. Analizy radioizotopów uranu ²³⁴U, ²³⁵U i ²³⁸U w próbkach środowiskowych z wykorzystaniem chromatografii jonowymiennej
- 8. Przygotowywanie źródeł promieniotwórczych do pomiaru w spektrometrze alfa za pomocą elektrolizy
- 9. Przygotowywanie źródeł promieniotwórczych polonu ²¹⁰Po do pomiaru w spektrometrze alfa za pomocą autodepozycji
- 10. Pomiar dawki ekspozycyjnej
- 11. Osłabienie promieniowania jonizującego
- 12. Widma promieniowania alfa

Pipetowanie roztworów i pomiar masy w badaniach radioanalitycznych

Cel

Umiejętność wykonania ważenia małych mas i odmierzania małych objętości stosowanych w laboratorium radioanalitycznym z użyciem wagi analitycznej i pipet przez studentów

Wprowadzenie

Waga analityczna to urządzenie, które waży masy substancji z bardzo dużą dokładnością (zazwyczaj 0,1 mg) i znajduje zastosowanie w laboratoriach do ważenia bardzo małych ilości substancji. Pipety do odmierzania objętości dzieli się na dwa rodzaje: pipety szklane (jednolub wielomiarowe) i pipety automatyczne, które dodatkowo są klasyfikowane jako: zawierające (TC) lub do dostarczenia (TD). Każda z pipet jest skalibrowana na określone objętości, które mają być dostarczone, jednak przy użyciu pipety typu TC (zawierające) cała zawartość pipety, czyli ta, która swobodnie wypływa z pipety, jak i zawartość resztkowa w pipecie, musi zostać przeniesiona z pipety do naczynia. Pipety zawierające (TC) oznacza się dwoma paskami w jej górnej części. Pipety do dostarczenia (TD) są skalibrowane w taki sposób, aby zawartość resztkowa pozostała w końcówce pipety szklanej; są one częściej stosowane w laboratoriach. Jeżeli pipeta nie posiada żadnych dodatkowych oznaczeń w górnej części, jest to pipeta typu TD i nie należy wydmuchiwać zawartości resztkowej do naczynia. Natomiast szkło miarowe dzieli się na dwie klasy: A i B, które związane są przede wszystkim z precyzją pomiaru objętości. W normach dla obu klas podane są dokładne tabele oraz maksymalny dopuszczalny błąd pomiaru objętości dla danego rodzaju szkła laboratoryjnego o określonej objętości całkowitej. We wszystkich normach wymagania dla klasy B są dokładnie dwa razy mniejsze niż dla szkła miarowego klasy A. Coraz częściej w laboratoriach stosuje się automatyczne pipety plastikowe, które stopniowo zastępują szklane pipety. Z reguły są one używane do dostarczania bardzo małych objętości z dużą dokładnością.

Do ćwiczenia wybrano trzy typy pipet celem porównania ich dokładności dostarczania roztworów.

Sprzęt pomiarowy i materiały

- Pipeta automatyczna 0,1 ml (TD)
- Pipeta miarowa 1 ml z działką 0,1 ml klasy A (TD)
- Pipeta wolumetryczna jednomiarowa 1 ml klasy A (TD)
- Waga analityczna z działką 0,1 mg
- Naczynka wagowe
- Pęseta

Odczynniki chemiczne

• Woda dejonizowana

Instrukcja

- 1. Oznacz i zważ na wadze analitycznej cztery czyste, suche naczynka wagowe. Masę zapisz z dokładnością do 0,1 mg. Do przenoszenia naczynek załóż rękawiczki, ponieważ pozostałości znajdujące się na palcach mogą wpływać na pomiar masy.
- Przenieś następujące ilości wody do naczynek wagowych (Tabela 1, od A do D) i niezwłocznie zważ po każdym dodaniu. Jeśli płyn nie zostanie zważony natychmiast, utrata próbki przez odparowanie może powodować błędy pomiaru. Wykonaj każdy pomiar dwa razy.
 - A. 1 ml wody dejonizowanej za pomocą 1 ml pipety jednomiarowej
 - B. 1 ml wody dejonizowanej za pomocą 1 ml pipety miarowej z działką 0,1 ml
 - C. 0.1 ml wody dejonizowanej za pomocą 1 ml pipety miarowej z działką 0,1 ml
 - D. 0.1 ml wody dejonizowanej za pomocą pipety automatycznej 0,1 ml

Wyniki ważenia zapisz w tabeli 1.

Tabela 1. Pomiary masy wody dejonizowanej (punkt 2)

Pomiar	Masa naczynka wagowego (mg)	Naczynko wagowe +woda (mg) Pomiar 1	Naczynko wagowe +woda (mg) Pomiar 2
A			
В			
С			
D			

3. Przygotuj i zważ na wadze analitycznej osiem czystych, suchych naczynek wagowych. Przenieś 1 ml wody pipetą jednomiarową o objętości 1 ml do 4 naczynek wagowych i 0,1 ml wody za pomocą pipety automatycznej o objętości 0,1 ml do każdego z pozostałych 4 naczynek wagowych, następnie zważ ponownie. Zapisz wyniki ważenia w tabeli 2.

Tabela 2. Pomiary masy wody dejonizowanej (punkt 3)

Pomiar	Masa naczynka wagowego (mg)	Naczynko wagowe+woda (mg) Pomiar 1
1A		
2A		
ЗA		
4A		
1D		
2D		
3D		

4D	
-	

Opracowanie wyników

- Aby uzyskać masę netto dostarczonej wody, odejmij od masy brutto masę tary (naczynko). Znając gęstość wody, która wynosi 0,998 g/ml w temperaturze pokojowej dla 22°C, oblicz jej objętość, korzystając z wartości średniej jej masy (gęstość = masa/ objętość).
- 2. Uzupełnij tabelę 3. Na podstawie danych z tabeli 1, oblicz i zapiszą średnią masę dostarczonej wody (punkt 2 instrukcji). Oblicz błąd względny (podany w %) w porównaniu z wartością rzeczywistą i zapisz w tabeli 3.

Tabela 3. Opracowanie wyników (punkt 2)

Pomiar	Średnia masa dostarczonej wody (mg)	Błąd względny (+/- %)
A		
В		
С		
D		

 Uzupełnij tabelę 4. Na podstawie tabeli 2, oblicz wartość średnią z 4 pomiarów masy dostarczonej wody dejonizowanej dwiema pipetami (punkt 3 instrukcji). Oblicz odchylenie standardowe średniej i porównaj otrzymane średnie masy z wartościami z punktu 2 (tabela 3).

Tabela 4. Opracowanie wyników (punkt 3)

Pomiar	Średnia masa dostarczonej wody (mg)	Odchylenie standardowe średniej (+/-)
1A-4A		
1D-4D		

4. W sprawozdaniu opisz wszystkie wykonane czynności wraz z obliczeniami i wypełnionymi tabelami.

Pomiar czasu połowicznego rozpadu radioizotopu ^{137m}Ba

Cel

Celem ćwiczenia jest pomiar czasu półtrwania radioizotopu ^{137m}Ba w oparciu o znajomość prawa rozpadu promieniotwórczego oraz definicji czasu połowicznego rozpadu

Wprowadzenie

Radioaktywność (promieniotwórczość) to zdolność jąder atomowych do rozpadu promieniotwórczego, natomiast aktywność substancji promieniotwórczej (A) to liczba jąder atomów, które w jednostce czasu ulegają rozpadowi, emitując cząstki α , β , lub kwanty γ promieniotwórcze. Radioaktywność materiału promieniotwórczego zależy od jego ilości i maleje z upływem czasu wraz z rozpadem atomów. Zmiana liczby jąder radioaktywnych, które istnieją w dowolnym momencie czasu, jest równa liczbie jąder, które rozpadają się przez wydzielanie cząstek promieniotwórczych. Zmiana liczby jąder, które nie uległy rozpadowi Δ N jest więc proporcjonalna do liczby jąder, które nie uległy rozpadowi N i czasu Δ t, w którym następuje pomiar. Można to zapisać matematycznie za pomocą równania:

$$\Delta N = -\lambda N \Delta t \tag{1}$$

gdzie λ to stała rozpadu promieniotwórczego (szybkości radioaktywnego zaniku), charakterystyczna dla danego izotopu.

Równanie to w postaci różniczkowej stanowi matematyczna postać prawa rozpadu promieniotwórczego:

$$dN = -\lambda N dt \tag{2}$$

które po rozwiązaniu przyjmuje postać:

$$N = N_0 e^{-\lambda t} \tag{3}$$

gdzie N to liczba jąder, które nie uległy rozpadowi w dowolnym momencie t, natomiast początkowa liczba jąder w czasie t=0 wynosi N_0 .

Ponieważ aktywność (A) jest proporcjonalna do liczby jąder promieniotwórczych, będzie się ona zmieniać w takim samym tempie jak liczba jąder. Aktywność promieniotwórcza jest opisana za pomocą równania:

$$A = A_0 e^{-\lambda t} \tag{4}$$

gdzie A_0 jest początkową aktywnością próbki w czasie t=0 i jest równa λN_0 .

Bardzo ważnym pojęciem w fizyce i chemii jądrowej jest czas połowicznego rozpadu ($T_{1/2}$), czyli okres, w którym aktywność materiału promieniotwórczego zmniejszy się o połowę swojej pierwotnej aktywności. Jest to wartość specyficzna dla każdego izotopu promieniotwórczego, dlatego też może być wykorzystywana do identyfikowania nieznanego radioizotopu. Czas połowicznego rozpadu zależy od stałej szybkości zaniku λ , bowiem im

wyższa wartość stałej szybkości zaniku, tym krótszy okres półtrwania. Czas połowicznego rozpadu $T_{1/2}$ określony jest następująco: jeśli początkowa aktywność wynosi A_0 w czasie t=0, to aktywność po czasie t= $T_{1/2}$ będzie wynosiła połowę aktywności początkowej:

$$\frac{1}{2}A = A_0 e^{-\lambda t} \tag{5}$$

Równanie to po uproszczeniu i przekształceniu przyjmuje postać:

$$T_{1/2} = \frac{ln2}{\lambda}$$
(6)

lub

$$T_{1/2} = \frac{0,693}{\lambda}$$
 (7)

Gdy liczba jąder N maleje wykładniczo wraz z czasem t, podobnie jak aktywność A, to wykres ln(N) względem czasu t będzie opisany równaniem linii prostej i przyjmie formę równania (1), a stała rozpadu promieniotwórczego λ będzie wskazywać jak szybko liczba jąder N lub aktywność A zmienia się w czasie. Po zlogarytmowaniu równania (1) otrzymujemy następującą postać:

$$lnN = lnN_0 - \lambda t \tag{9}$$

Równanie to ma postać równania prostej, y = a + bx, gdzie: y = lnN, a= lnN₀, x = t, i b = λ . Jeśli lnN jest wykreślony w funkcji t, to wynikiem powinna być linia prosta, której nachylenie jest ujemne i ma wartość λ . Dlatego stałą rozpadu promieniotwórczego λ można wyszukać na wykresie zależności lnN względem czasu t, po zastosowaniu metody regresji liniowej.

Do wykonania ćwiczenia wykorzystywana jest sonda scyntylacyjna Nal(TI), która posłuży do pomiaru czasu półtrwania metastabilnego radioizotopu ^{137m}Ba, który emituje promieniowanie gamma i rozpada się do stabilnego ¹³⁷Ba (Rys. 1). Aktywność ^{137m}Ba oblicza się za pomocą funkcji czasu przez pomiar promieniowania γ emitowanego z rozpadu ^{137m}Ba, a czas połowicznego rozpadu T_{1/2} jest obliczany z wykorzystaniem stałej rozpadu promieniotwórczego tego radionuklidu.



Rys. 1. Schemat rozpadu ¹³⁷Cs do ¹³⁷Ba poprzez ^{137m}Ba

Aparatura i materiały

- Sonda scyntylacyjna NaI(TI) z analizatorem wielokanałowym OSPREY
- Komputer
- Generator izotopowy ¹³⁷Cs/^{137m}Ba
- Naczynko pomiarowe

Odczynniki chemiczne

• Roztwór 0,9% NaCl w 0,04M HCl do wypłukiwania baru z generatora

Instrukcja

- Wykonaj pomiar tła aparaturowego dla zakresu kanałów fotopiku radioizotopu ^{137m}Ba o energii 662 keV z użyciem sondy NaI(TI) w czasie 900 sekund. Zakres kanałów do pomiaru tła podany zostanie przez prowadzącego.
- Wyjmij z pudełka generator ¹³⁷Cs/^{137m}Ba i przepłucz go roztworem 0,9% NaCl w 0,04M HCl, używając strzykawki (około 7 kropel). Czynność tę wykonaj po zakończeniu pomiaru tła.
- 3. Płytkę z roztworem ustaw niezwłocznie pod detektorem i dokonaj pomiaru w czasie 15 minut (900 sekund) w seriach po 30 sekund.
- 4. Pomiary prowadź dla fotopiku radioizotopu ^{137m}Ba o energii 662 keV.

Opracowanie wyników

- Oblicz ilość zliczeń na sekundę (częstość) dla pomiaru tła (N_b) i pomiarów fotopiku radioizotopu ^{137m}Ba (N).
- 2. Wykonaj wykres zależności ln(N-N_b) względem czasu t.
- Używając metody regresji liniowej wyznacz równanie prostej opisującej powstałą zależność.
- 4. Z równania prostej (y = ax + b) wyznacz współczynnik kierunkowy b, który jest równy stałej rozpadu λ .
- Używając wzoru nr 7 oblicz wartość czasu połowicznego zaniku T_{1/2} dla radioizotopu ^{137m}Ba.
- Porównaj otrzymaną wartość z wartością rzeczywistą (stabelaryzowaną) (2,552 min) i oblicz błąd względny wyznaczonej wartości T_{1/2}.
- 7. Zebrane dane w postaci tabeli, wykres i obliczenia dołącz do sprawozdania.

Określenie samoabsorpcji promieniowania y w próbce KCI

Cel

Pomiar samoabsorpcji promieniowania γ ⁴⁰K w próbce KCI zawartej w kalibrowanym cylindrycznym pojemniku Marinelli o pojemności 500 ml.

Wprowadzenie

Promieniowanie γ może ulegać rozproszeniu, absorpcji lub może tworzyć pary pozytronelektron. Gdy masa próbki jest duża, promieniowanie gamma emitowane z ⁴⁰K zostaje częściowo pochłonięte przez próbkę i przy pomiarze należy wówczas uwzględnić jego samoabsorpcję. Dotyczy to głównie próbek o stosunkowo dużej objętości od 0,5 do 3 litrów. Poprawka na samoabsorpcję nie jest wymagana w przypadku, gdy kalibracja wydajnościowa detektora była przeprowadzona dla próbek w tej samej konfiguracji geometrycznej o podobnej gęstości właściwej i o podobnym współczynniku osłabienia promieniowania γ. Współczynnik samoabsorpcji promieniowania gamma f można wyliczyć korzystając ze wzoru:

$$f = \frac{1 - e^{-\mu x}}{\mu x} \tag{1}$$

gdzie:

f – współczynnik samo absorpcji promieniowania γ,

 μ – współczynnik osłabienia promieniowania gamma (dla energii promieniowania gamma 1,461 MeV jego wartość wynosi 0,051 cm²/g w soli KCI),

x – masa powierzchniowa badanej próbki (w g/cm²).

Piki energii kwantów gamma (fotopiki) zazwyczaj mierzy się w oparciu o detektory promieniowania gamma połączone ze spektrometrem w celu identyfikacji energii w maksimum piku oraz określenia intensywności energii opisanej jako pole powierzchni pod pikiem.

W powyższym ćwiczeniu zastosowano chlorek potasu KCl, który zawiera 0,0117% naturalnie występującego radioizotopu ⁴⁰K o czasie połowicznego rozpadu wynoszącym 28,1¹⁰⁹ lat. ⁴⁰K emituje promienie γ o energii 1,461 MeV z intensywnością 10,7%. Pozostałe 89,3% przypada na rozpad β . Schemat rozpadu radioizotopu ⁴⁰K zaprezentowano na rysunku 1.

Szybkość zliczeń netto impulsów pomiarowych dla danej masy R_m jest związana ze współczynnikiem samoabsorpcji promieniowania γ dla danej masy f_m , intensywnością promieniowania gamma d oraz jego wydajnością, przy założeniu braku samoabsorpcji promieniowania ϵ_0 . Zależność ta opisana jest równaniem:

$$\frac{R_m}{A} = f_m \varepsilon_0 d \tag{2}$$



Rys. 1. Schemat rozpadu ⁴⁰K

Aparatura i materiały

- Sonda scyntylacyjna NaI(TI) z analizatorem wielokanałowym OSPREY
- Komputer
- Skalibrowane naczynie Marinelli 500 ml
- Waga laboratoryjna z działką 0,01 g
- Linijka

Odczynniki chemiczne

• Sól KCI 1000 g

Instrukcja

- Zmierz wysokość otrzymanego pojemnika Marinelli do kreski oznaczającej 500 ml. Zważ pojemnik i napełnij go solą KCI. Zważ masę dodanego KCI. Zamknij pojemnik, oblicz gęstość i pole powierzchni pojemnika, uwzględniając powierzchnię wewnętrznego cylindra na detektor. Następnie oblicz masę powierzchniową w g/cm², dzieląc masę naważki KCI przez obliczone pole powierzchni naczynia Marinelli. Wynik zapisz w tabeli 1.
- Wykonaj pomiar tła z użyciem sondy NaI(TI) w czasie 2000 sekund wykorzystując naczynie Marinelli wypełnione wodą dejonizowaną. Zapisz częstość zliczeń tła dla fotopiku gamma ⁴⁰K o energii 1461 keV w tabeli 2.
- Wykonaj dwukrotnie pomiar próbki KCl z użyciem sondy Nal(Tl) w czasie 1000 sekund i zapisz częstości zliczeń dla fotopiku gamma ⁴⁰K o energii 1461 keV w tabeli 2.

Tabela 1. Wymiary naczynia Marinelli i masa próbki KCI

Wysokość naczynia Marinelli [cm]	
Pole powierzchni [cm ²]	
Waga naczynia Marinelli [g]	
Waga naczynia Marinelli + KCI [g]	
Waga KCI [g]	
Masa powierzchniowa [g/cm ²]	

Tabela 2. Częstości zliczeń dla przeprowadzonych pomiarów

Pomiar	llość zliczeń (zliczenie/sek)
Częstość zliczeń tła ⁴⁰ K	
Częstość zliczeń netto ⁴⁰ K dla KCI – 1 pomiar	
Częstość zliczeń netto ⁴⁰ K dla KCI – 2 pomiar	
Częstość zliczeń netto ⁴⁰ K dla KCI – wartość średnia	

Opracowanie wyników

- Oblicz częstość zliczeń netto dla fotopiku gamma ⁴⁰K o energii 1461 keV, odejmując częstość zliczeń dla fotopiku ⁴⁰K z pomiaru tła od częstości zliczeń dla fotopiku ⁴⁰K w badanej próbce KCI.
- 2. Oblicz częstość rozpadów ⁴⁰K w badanej próbce w oparciu o oznaczoną częstość zliczeń. Intensywność promieniowania gamma ⁴⁰K wynosi 10,7%.
- Oblicz aktywność ⁴⁰K w badanej próbce KCI, wykorzystując czas połowicznego rozpadu T_{1/2}, częstość występowania radioizotopu ⁴⁰K w naturalnym potasie oraz zawartość K w KCI, zgodnie z poniższymi wzorami i otrzymany wynik zapisz w tabeli 3.

Liczba atomów ⁴⁰K w próbce KCI:

$$N = \left(\frac{m}{M_{KCl}}\right) \cdot C \cdot N_A \tag{3}$$

gdzie:

N – liczba atomów ⁴⁰K w próbce;

m – masa KCI;

M_{KCI} – masa molowa KCI;

C – częstość występowania ⁴⁰K w przyrodzie (0,0117%);

 N_A – stała Avogadra (6,022 \cdot 10²³ mol⁻¹)

Aktywność ⁴⁰K w próbce KCI:

$$A = \frac{\ln 2}{T_{1/2}} \cdot N \tag{4}$$

gdzie:

 $T_{1/2}-czas$ połowicznego rozpadu ^{40}K (1,28 \cdot 10 9 lat)

 Oblicz współczynnik samoabsorpcji f_{KCl} zgodnie z wzorem 1 oraz wydajność pomiaru promieniowania gamma, przy założeniu braku samoabsorpcji promieniowania e₀ zgodnie z wzorem 2. Otrzymane wyniki zapisz w tabeli 3.

Tabela 3. Wyniki obliczeń

Stężenie ⁴⁰ K w próbce KCI [Bq]							
Współczynn	Współczynnik samoabsorpcji dla KCI f _{KCI}						
Wydajność	pomiaru	promieniowania	gamma	przy			
założeniu br	założeniu braku samoabsorpcji e ₀						

5. W sprawozdaniu opisz wszystkie wykonane czynności wraz z obliczeniami i wypełnionymi tabelami.

Pomiaru zawartości radioizotopów ^{40}K i ^{137}Cs w żywności za pomocą spektrometrii promieniowania γ

Cel

Pomiar zawartości naturalnego ⁴⁰K i sztucznego ¹³⁷Cs radioizotopów w próbkach żywności z wykorzystaniem spektrometrii promieniowania γ.

Wprowadzenie

Radionuklidy pochodzenia naturalnego są obecne wokół nas zarówno w otoczeniu, w którym żyjemy, jak również w naszym ciele i produktach, które spożywamy. Narażenie człowieka na promieniowanie jonizujące związane jest przede wszystkim z tzw. promieniowaniem tła naturalnego. Promieniowanie to pochodzi z kosmosu (promieniowanie kosmiczne), a także z naturalnie występujących materiałów promieniotwórczych znajdujących się w glebie, wodzie i powietrzu. Otaczającą nas radioaktywność można stwierdzić między innymi w żywności i wodzie. Stężenia naturalnie występujących radionuklidów w żywności różnią się w zależności od: lokalnego składu podłoża geologicznego, klimatu oraz sposobu prowadzenia upraw rolniczych. Oprócz naturalnych radionuklidów zawartych w środowisku, ich podwyższone ilości mogą być związane z działalnością człowieka, taką jak: przemysł materiały o podwyższonej naturalnej radioaktywności (radionuklidy wykorzystujący naturalne) oraz cywilne lub wojskowe zastosowania jądrowe (radionuklidy sztuczne). Również diagnostyka medyczna stanowi potencjalne źródło promieniowania jonizującego oddziaływującego z organizmem ludzkim. Niezależnie od tego czy radionuklidy są wytwarzane przez człowieka, czy są pochodzenia naturalnego, przechodzą przez łańcuch troficzny podobnie jak inne pierwiastki. Stopień szkodliwości dla zdrowia ludzkiego zależy od typu radionuklidu i czasu narażenia na działanie. Ilość promieniowania jonizującego, na które narażeni są ludzie może różnić się w zależności od miejsca zamieszkania. W przypadku uwolnienia do środowiska radioaktywności w wyniku awarii w elektrowni jądrowej, pobliskie grunty, rzeki, akweny wodne oraz budynki mogą zostać zanieczyszczone przez radionuklidy reaktorowe, a człowiek może być narażony na promieniowanie emitowane przez produkty rozszczepienia i aktywacji neutronowej

Radionuklidy naturalnie występujące w pożywieniu to głównie potas ⁴⁰K, uran ²³⁸U i produkty jego rozpadu np. rad ²²⁶Ra, polon ²¹⁰Po oraz ołów ²¹⁰Pb. Spośród produktów żywnościowych, duże stężenia potasu ⁴⁰K występują w mleku, gdzie jego zawartość wynosi około 50 Bq/L, natomiast w mięsie, bananach i innych produktach bogatych w potas, może sięgać nawet kilkaset Bq/kg. Inne naturalne izotopy promieniotwórcze, które występują w znacznie niższych stężeniach to produkty rozpadu promieniotwórczego radioizotopów uranu ²³⁸U i toru ²³²Th.

W przypadku przedostania się do środowiska znacznych ilości radionuklidów mogą one wraz z suchym opadem atmosferycznym osiąść na powierzchni owoców i warzyw lub paszy dla zwierząt (np. trawy). Inną drogą wnikania radionuklidów do organizmu ludzkiego może być skażona woda deszczowa i śnieg. Radioaktywność zdeponowana w środowisku wodnym (rzeki, jeziora, morza) powoduje akumulację radionuklidów w rybach i owocach morza.

Spośród radionuklidów sztucznych, które mogą deponować się w żywności wyróżnić należy głównie: tryt ³H, węgiel ¹⁴C, technet ⁹⁹Tc, siarkę ³⁵S, kobalt ⁶⁰Co, stront ⁸⁹Sr i ⁹⁰Sr, ruten ¹⁰³Ru i ¹⁰⁶Ru, jod ¹³¹I i ¹²⁹I, cez ¹³⁴Cs i ¹³⁷Cs, cer ¹⁰³Ce, irvd ¹⁹²Ir, uran ²³⁵U, pluton ²³⁸Pu, ²³⁹Pu, ²⁴⁰Pu i²⁴¹Pu oraz ameryk²⁴¹Am. Rośliny uprawne rosnące na glebie mogą nagromadzać sztuczne radionuklidy zdeponowane w podłożu. Dotyczy to głównie grzybów, jagód, niektórych owoców, jak również mięsa z dziczyzny. Najistotniejszym radioizotopem, który ma bezpośredni wpływ, po awarii w urządzeniach jądrowych, na zdrowie człowieka jest ¹³¹I. Stosunkowo szybko jest on przenoszony z zanieczyszczonej paszy krów do mleka. Izotop¹³¹I ma krótki czas połowicznego rozpadu i ulega zanikowi w ciągu kilku tygodni, podczas gdy sztuczny radioizotop cezu ¹³⁷Cs, posiada znacznie dłuższy czas połowicznego rozpadu wynoszący około 30 lat. Dlatego obecność radiocezu ¹³⁷Cs w żywności jest problemem długoterminowym (nawet do kilkuset lat). Stront i pluton to pierwiastki, których radionuklidy mogą również długotrwale wpływać na skażenie radiologiczne żywności. ⁹⁰Sr ma czas połowicznego rozpadu wynoszący około 29 lat, natomiast radioizotopy plutonu mają znacznie dłuższe czasy połowicznego rozpadu (²³⁸Pu: 88 lat, ²³⁹Pu: 24100 lat, ²⁴⁰Pu: 6564 lata, ²⁴¹Pu: 14 lat). Jednakże, zarówno stront, jak i pluton, sa stosunkowo mało mobile w środowisku i problem skażenia żywności nimi jest ograniczony lokalnie.

Aparatura i materiały

- Sonda scyntylacyjna NaI(TI) z analizatorem wielokanałowym OSPREY
- Komputer
- Źródła promieniowania o znanej aktywności: wzorzec ¹³⁷Cs (woda dejonizowana) i ⁴⁰K (KCI)
- Próbka wody dejonizowanej BLANK do pomiaru tła spektrometru
- Próbki żywności (grzyby z Czarnobyla, mąka sojowa, mąka ziemniaczana, kakao) w naczyniach pomiarowych o geometrii Marinelli

Instrukcja

- Zmierz tło spektrometru w czasie 1000 s w obszarze fotopiku promieniowania gamma ⁴⁰K (1460 keV) oraz ¹³⁷Cs (662 keV), wykorzystując dostarczone naczynie z wodą dejonizowaną (próba ślepa) oraz wyznacz liczby zliczeń pod oboma fotopikami (N_{tCs} i N_{tK}). Wartości zapisz w tabeli 1. Obszary obu fotopików są na widmie zaznaczone kolorem czerwonym.
- Wykonaj pomiar ilości zliczeń w czasie 1000 sekund dla wzorca ¹³⁷Cs o znanej aktywności A_{Cs}. Zaznacz rejon fotopiku ¹³⁷Cs i wyznacz liczbę zliczeń pod fotopikiem N_{Cs}. Wartość zapisz w tabeli 2.
- Wykonaj pomiar ilości zliczeń dla wzorca ⁴⁰K(KCI) w ciągu 1000 s. Zaznacz rejon fotopiku ⁴⁰K i wyznacz liczbę zliczeń pod fotopikiem N_K. Wartość zapisz w tabeli 2.
- Zmierz aktywność analizowanych próbek żywności w czasie 1000 s. Wyznacz liczbę zliczeń ⁴⁰K i ¹³⁷Cs pod fotopikami (N_{gK} i N_{gCs}). Wartości zapisz w tabeli 3.

Opracowanie wyników

- 1. Oblicz ilość zliczeń tła na sekundę (I_{tK} i I_{tCs).} Wartości zapisz w tabeli 1
- Oblicz ilości zliczeń na sekundę netto (I_{nCs} i I_{nK}) poprzez odjęcie ilości zliczeń tła i wyniki zapisz w tabeli 2.
- Oblicz wydajności detekcji (ε_{Cs} i ε_K) radionuklidów ¹³⁷Cs i ⁴⁰K na podstawie pomiarów aktywności wzorców ¹³⁷Cs i ⁴⁰K oraz w odniesieniu do ich znanej aktywności i zapisz w tabeli 2:

$$\varepsilon_{Cs} = \frac{I_{Cs} - I_{tCs}}{A_{Cs}} \qquad \qquad \varepsilon_{K} = \frac{I_{K} - I_{tK}}{A_{K}}$$

Oblicz ilości zliczeń na sekundę netto (I_{ngCs} i I_{ngK}) oraz bezwzględne aktywności (A_{gCs} i Ag_K) w Bq/kg, na podstawie obliczonych wydajności detekcji i zmierzonych częstości zliczeń na sekundę ¹³⁷Cs i ⁴⁰K (I_{gCs} i I_{gK}) w próbkach żywności i wyniki zapisz w tabeli 3:

$$A_{gCs} = \frac{I_{gCs} - I_{tCs}}{m \cdot \varepsilon_{Cs}} \qquad \qquad A_{gK} = \frac{I_{gK} - I_{tK}}{m \cdot \varepsilon_{K}}$$

gdzie:

m – masa próbki żywności w kg

- Oceń czy analizowane próbki żywności nadają się do spożycia, wiedząc, że krajowy limit skażenia produktów spożywczych przez ¹³⁷Cs wynosi 2000 Bq/kg.
- 3. W sprawozdaniu opisz wszystkie wykonane czynności wraz z obliczeniami i wypełnionymi tabelami.

Tab. 1. Wartości liczby zliczeń oraz zliczeń na sekundę dla pomiaru tła ¹³⁷Cs i ⁴⁰K

	•		. .			
	N _{tCs}	N _{tK}	I _{tCs}	I _{tK}		
Próba ślepa						

Tab. 2. Wartości liczby zliczeń, częstości zliczeń na sekundę oraz wydajności detekcji pomiaru ¹³⁷Cs i ⁴⁰K z wykorzystaniem detektora scyntylacyjnego

	N _{Cs}	Nĸ	I _{Cs}	Ι _κ	I _{nCs}	I _{nK}	٤ _K	ε _{Cs}
Wzorzec ⁴⁰ K								
Wzorzec ¹³⁷ Cs								

Tab. 3. Wartości częstości zliczeń na sekundę oraz aktywności w Bq/kg w badanych próbkach żywności

	N _{gCs}	N _{gK}	I _{gCs}	I _{gK}	I _{ngCs}	I _{ngK}	A _{gCs}	A _{gK}
Grzyby z								
Czarnobyla								
Mąka sojowa								
Mąka								
ziemniaczana								
Kakao								

Pomiar zawartości wybranych radioizotopów w materiałach budowlanych za pomocą spektrometrii promieniowania γ

Cel

Pomiar aktywności naturalnych radioizotopów ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th (wariant A) lub radionuklidów ⁴⁰K i ¹³⁷Cs (wariant B) w próbkach materiałów budowlanych.

Wprowadzenie

Człowiek jest stale narażony na promieniowanie jonizujące pochodzące z rozpadu radionuklidów naturalnych występujących w przyrodzie (NORM). W sposób ciągły przenikają one do powietrza, wody, żywności, materiałów budowlanych i organizmu człowieka z otaczającego środowiska. Średnią roczną ogólnoświatową dawkę skuteczną dla promieniowania y z materiałów budowlanych szacuje się na około 0,4 mSv. Osoby, które spędzają w pomieszczeniach zamkniętych blisko 20 godzin dziennie są narażone na promieniowanie wewnętrzne i zewnętrzne emitowane z materiałów budowlanych. Większość tych materiałów zawiera małe aktywności naturalnych pierwiastków promieniotwórczych, głównie radionuklidów z szeregów promieniotwórczych ²³⁸U i ²³²Th oraz radioaktywny izotop potasu ⁴⁰K. Zewnetrzne narażenie na promieniowanie jonizujące jest spowodowane radionuklidami emitującymi promieniowanie y, pochodzącymi przede wszystkim z rozpadu radu ²²⁶Ra. Narażenie na promieniowanie wewnętrzne (inhalacja) jest związane z obecnością gazowego radonu (222 Rn i nieznaczne ilości220 Rn) i jego krótkożyciowych produktów rozpadu, emitowanych z materiałów budowlanych do wnętrza budynków. Zawartość radioizotopów w naturalnych materiałach budowlanych jest związana z ich obecnością w materiale geologicznym, z którego pochodzą. Średnie aktywności radionuklidów ²²⁶Ra, ²³²Th i ⁴⁰K w skorupie Ziemi wynoszą odpowiednio 35, 30 i 400 Bq/kg. Na Ziemi występują również rejony o podwyższonych zawartościach naturalnych radionuklidów, gdzie roczne dawki skuteczne dla okolicznych mieszkańców mogą być znacznie wyższe i przekraczać nawet 50 mSv (np. niektóre rejony Brazylii, Francji, Indii, Nigerii i Iranu). W budownictwie stosuje sie także technologicznie przetworzone naturalnie występujące materiały radioaktywne (TENORM), takie jak popiół węglowy, czyli odpad ze spalania wegla, stosowany jako dodatek do cementu i betonu. W niektórych krajach cegły są wykonywane z popiołu lotnego, a żużel węglowy jest stosowany w konstrukcjach podłogowych jako materiał wypełniająco-izolacyjny. Jako materiał budowlany stosuje się także fosfogips (produkt uboczny w produkcji nawozów fosforowych), z kolei czerwone błoto (odpad z pierwotnej produkcji aluminium) jest stosowane do produkcji cegieł, ceramiki i kafelków. Dawki promieniowania i stężenie radonu wewnątrz budynków są oceniane bezpośrednio poprzez pomiar aktywności ²²²Rn lub z wykorzystaniem obliczeń matematycznych. Aktualnie w przemyśle materiałów budowlanych istnieje tendencja do wykorzystania odpadów przemysłowych jako zamienników produktów naturalnych. Wpływa to na stosunkowo wysokie aktywności naturalnych radionuklidów w materiałach budowlanych oraz zwiększone narażenie ludności spowodowane ich obecnością, a to wymusza ciągłe opracowywanie nowych norm i wytycznych.

W celu porównania materiałów budowlanych zawierających różne aktywności ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th, wprowadzono tzw. równoważnik radu Ra_{eq}, który oblicza się w oparciu o przelicznik, że zawartości 370 Bq/kg ²²⁶Ra, 259 Bq/kg ²³²Th i 4810 Bq/kg ⁴⁰K są źródłem takiej samej dawki promieniowania γ. Wielkość równoważnika radu Ra_{eq} dla materiałów budowlanych jest opisana zależnością:

$$Ra_{ea} = C_{Ra} + 1,43C_{Th} + 0,077C_{K}$$

Od 1 stycznia 2003 r. warunki dopuszczenia surowców i minerałów dla różnych typów budownictwa w Polsce określa Rozporządzenie Rady Ministrów "w sprawie wymagań dotyczących zawartości naturalnych izotopów promieniotwórczych w surowcach i materiałach stosowanych w budynkach", które wprowadza dwa wskaźniki aktywności:

1. Wskaźnik f₁, który określa zawartość naturalnych izotopów w materiale:

$$f_1 = \frac{A_K}{3000} + \frac{A_{Ra}}{300} + \frac{A_{Th}}{200}$$

gdzie: A_K, A_{Ra} i A_{Th} oznaczają aktywności: ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²²⁸Th (Bq/kg).

2. Wskaźnik f₂, który określa zawartość ²²⁶Ra w materiale (Bq/kg).

Wskaźnik f₂ jest miarą narażenia mieszkańców na inhalację ²²²Rn wydostającym się ze ścian (ekshalacja) do wnętrza pomieszczenia wskutek rozpadu obecnego w materiale budowlanym radu ²²⁶Ra. Zgodnie z tym rozporządzeniem wskaźniki aktywności f₁ i f₂ nie mogą przekraczać nie więcej niż 20% wartości f₁=1 i f₂=200 Bq/kg w odniesieniu do surowców i materiałów budowlanych stosowanych w budynkach przeznaczonych dla ludzi.

Aktywności ²²⁶Ra, ²³²Th i ⁴⁰K w materiałach budowlanych różnią się w zależności od rodzaju i pochodzenia materiału budowlanego. Średnie aktywności ²²⁶Ra, ²³²Th i ⁴⁰K w najbardziej powszechnych materiałach budowlanych w Europie, np. cegłach betonowych i piaskowowapiennych, wynoszą odpowiednio 40, 30 i 400 dla cegieł betonowych oraz 10, 10, 330 Bq/kg dla cegieł piaskowo-wapiennych. Tabela 1 przedstawia typowe aktywności ²²⁶Ra, ²³²Th i ⁴⁰K w materiałach budowlanych.

Materiał budowlany	²²⁶ Ra (Bq/kg)	²³² Th (Bq/kg)	⁴⁰ K (Bq/kg)				
Beton	18 – 67	3 – 43	16 – 1100				
Beton lekki	10 - 60	6 – 66	51 – 870				
Cegły	7 –140	8 – 127	227 – 1140				
Gips	1 – 67	0,5 – 190	22 – 804				
Cement	13 – 107	7 – 62	48 – 564				
Ceramika	25 – 193	29 – 66	320 – 1049				
Granit	bd – 160	bd – 364	24 – 2355				
Kafelki	33 – 61	45 – 66	476 – 788				
Marmur	1 – 63	0,4 – 142	9 – 986				

Tabela 1. Typowe aktywności ²²⁶Ra, ²³²Th i ⁴⁰K w materiałach budowlanych

Wariant A – pomiar ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th

Aparatura i materiały

- Sonda scyntylacyjna NaI(TI) z analizatorem wielokanałowym OSPREY
- Komputer
- Naczynia pomiarowe
- Próbki materiałów budowlanych

Instrukcja

- 1. Odważ w pojemniku Marinelli wskazany materiał budowlany do linii oznaczającej objętość 500 ml i zamknij szczelnie pojemnik. Masę zapisz.
- 2. Rozpocznij pomiar aktywności tego materiału za pomocą sondy scyntylacyjnej Nal(TI) w czasie 6000 s (100 min).
- 3. Otwórz z pamięci komputera, uprzednio zarejestrowane w czasie 5000 s, widma wzorców: ⁴⁰K (1460 keV), ²²⁶Ra (186 keV) i ²³²Th (64 keV) o aktywności A_K, A_{Ra} i A_{Th}. Zapisz odczytane z widma liczby zliczeń N_s pod zaznaczonymi fotopikami tych wzorców: N_{sK}, N_{sRa} i N_{sTh}.
- Otwórz z pamięci komputera, uprzednio zarejestrowane w czasie 50000 s, widmo tła. Odczytaj liczby zliczeń N_t dla ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th pod fotopikami: N_{tK}, N_{tRa} i N_{tTh}.
- Po zakończeniu pomiaru aktywności badanego materiału budowlanego zarejestruj widmo i zaznacz na nim wybrane kanały pomiarowe dla: ⁴⁰K (1460 keV), ²²⁶Ra (186 keV) i ²³²Th (64 keV).

Opracowanie wyników

- 1. Oblicz ilości zliczeń na sekundę I_{sK}, I_{sRa} i I_{sTh} wzorców ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th i wpisz do tabeli 1.
- 2. Oblicz ilości zliczeń na sekundę tła I_{tK} , I_{tRa} i I_{tTh} i wpisz do tabeli 2.
- Oblicz ilości zliczeń netto I_{ns} standardów radionuklidów ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th (I_{nsK}, I_{nsRa} i I_{nsTh}) poprzez odjęcie ilości zliczeń tła i wpisz do tabeli 2.
- 4. Na podstawie pomiarów aktywności i aktywności wzorców oblicz wydajności oznaczania radionuklidów ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th i wpisz do tabeli 2.

$$\varepsilon_{Ra} = \frac{I_{SRa} - I_{tRa}}{A_{Ra}} \qquad \qquad \varepsilon_{K} = \frac{I_{SK} - I_{tK}}{A_{K}} \qquad \qquad \varepsilon_{Th} = \frac{I_{STh} - I_{tTh}}{A_{Th}}$$

Oblicz ilości zliczeń netto I_{np} standardów radionuklidów ⁴⁰K, ²²⁶Ra i ²³²Th (I_{npK}, I_{npRa} i I_{npTh}) poprzez odjęcie ilości zliczeń tła i wpisz do tabeli 3.

6. Oblicz aktywności: A_{pK} , A_{pRa} oraz A_{pTh} w Bq/kg i wpisz do tabeli 3.

$$A_{pRa} = \frac{I_{pRa} - I_{tRa}}{m_p \cdot \varepsilon_{Ra}} \qquad A_{pK} = \frac{I_{pK} - I_{tK}}{m_p \cdot \varepsilon_K} \qquad A_{pTh} = \frac{I_{pTh} - I_{tTh}}{m_p \cdot \varepsilon_{Th}}$$

7. Oblicz wartości współczynników f1 i f2 korzystając z zależności:

$$f_1 = \frac{A_{pK}}{3000} + \frac{A_{pRa}}{300} + \frac{A_{pTh}}{200}$$

oraz

$$f_2 = A_{pRa}$$

- 8. Oceń przydatność badanego materiału w budownictwie korzystając z informacji zawartych w wstępie teoretycznym.
- 9. W sprawozdaniu opisz wszystkie wykonane czynności wraz z obliczeniami i wypełnionymi tabelami.

Tab. T. Wartości liczby zliczeń oraz zliczeń na sekundę dla pomiaru tra – CS i	ści liczby zliczeń oraz zliczeń na sekundę dla pomiar	u tła ¹³⁷ Cs i ⁴	^{.0} K
--	---	--	-----------------

	N _{tTh}	N _{tRa}	N _{tK}	l _{tTh}	I _{tRa}	Ι _{tK}
Próba ślepa						

Tab. 2. Wartości liczby zliczeń, częstości zliczeń na sekundę oraz wydajności detekcji pomiaru ¹³⁷Cs i ⁴⁰K z wykorzystaniem detektora scyntylacyjnego

	N_{Th}	N_{Ra}	Nκ	I _{Th}	I _{Ra}	Ι _κ	I _{nTh}	I _{nRa}	I _{nK}	ε _{Th}	ε _{Ra}	٤ _K
Wzorzec ⁴⁰ K												
Wzorzec ²²⁶ Ra												
Wzorzec ²³² Th												

Tab. 3. Wartości częstości zliczeń na sekundę oraz aktywności w Bq/kg w badanej próbce materiału budowlanego

	N_{gTh}	N_{gRa}	N _{gK}	I _{gTh}	I _{gRa}	I _{gK}	I _{ngCs}	I _{ngK}	A_{gTh}	A_{gRa}	A _{gK}
Materiał											
budowlany											

Wariant B – pomiar ¹³⁷Cs i ⁴⁰K

Aparatura i materiały

- Sonda scyntylacyjna NaI(TI) z analizatorem wielokanałowym OSPREY
- Komputer
- Naczynia pomiarowe
- Źródła promieniowania: 2 standardy: ¹³⁷Cs i ⁴⁰K (KCI)
- Próbki materiałów budowlanych

Instrukcja

- Zmierz tło spektrometru w czasie 1000 s w obszarze fotopiku promieniowania gamma ⁴⁰K (1460 keV) oraz ¹³⁷Cs (662 keV), wykorzystując dostarczone naczynie z wodą dejonizowaną (próba ślepa) oraz wyznacz liczby zliczeń po oboma fotopikami (N_{tCs} i N_{tK}). Wartości zapisz w tabeli 1. Obszary obu fotopików zaznaczono na widmie kolorem czerwonym.
- Wykonaj pomiar ilości zliczeń w czasie 1000 sekund dla wzorca ¹³⁷Cs o znanej aktywności A_{Cs}. Zaznacz rejon fotopiku ¹³⁷Cs i wyznacz liczbę zliczeń pod fotopikiem N_{Cs}. Wartość zapisz w tabeli 2.
- Wykonaj pomiar ilości zliczeń w czasie 1000 sekund dla wzorca ⁴⁰K(KCI) w ciągu 1000 s. Zaznacz rejon fotopiku ⁴⁰K i wyznacz liczbę zliczeń pod fotopikiem N_K. Wartość zapisz w tabeli 2.
- Zmierz aktywność analizowanych próbek materiałów budowlanych w czasie 1000 s. Wyznacz liczbę zliczeń ⁴⁰K i ¹³⁷Cs pod fotopikami (N_{gK} i N_{gCs}). Wartości zapisz w tabeli 3.

Opracowanie wyników

- 4. Oblicz ilość zliczeń tła na sekundę (I_{tK} i I_{tCs).} Wartości zapisz w tabeli 1
- Oblicz ilości zliczeń na sekundę netto (I_{nCs} i I_{nK}) poprzez odjęcie ilości zliczeń tła i wyniki zapisz w tabeli 2.
- Oblicz wydajności detekcji (ε_{Cs} i ε_K) radionuklidów ¹³⁷Cs i ⁴⁰K na podstawie pomiarów aktywności wzorców ¹³⁷Cs i ⁴⁰K oraz w odniesieniu do ich znanej aktywności i zapisz w tabeli 2:

$$\varepsilon_{Cs} = \frac{I_{Cs} - I_{tCs}}{A_{Cs}} \qquad \qquad \varepsilon_{K} = \frac{I_{K} - I_{tK}}{A_{K}}$$

Oblicz ilości zliczeń na sekundę netto (I_{ngCs} i I_{ngK}) oraz bezwzględne aktywności (A_{gCs} i Ag_K) w Bq/kg, na podstawie obliczonych wydajności detekcji i zmierzonych częstości zliczeń na sekundę ¹³⁷Cs i ⁴⁰K (I_{gCs} i I_{gK}) w próbkach żywności i wyniki zapisz w tabeli 3:

$$A_{gCs} = \frac{I_{gCs} - I_{tCs}}{m \cdot \varepsilon_{Cs}} \qquad \qquad A_{gK} = \frac{I_{gK} - I_{tK}}{m \cdot \varepsilon_{K}}$$

gdzie:

m – masa próbki materiału budowlanego w kg

8. W sprawozdaniu opisz wszystkie wykonane czynności wraz z obliczeniami i wypełnionymi tabelami.

Tab. 1. Wartości liczby zliczeń oraz zliczeń na sekundę dla pomiaru tła ¹³⁷Cs i ⁴⁰K

	N _{tCs}	N _{tK}	I _{tCs}	I _{tK}
Próba ślepa				

Tab. 2. Wartości liczby zliczeń, częstości zliczeń na sekundę oraz wydajności detekcji pomiaru ¹³⁷Cs i ⁴⁰K z wykorzystaniem detektora scyntylacyjnego

	N _{Cs}	Nĸ	I _{Cs}	Ι _κ	I _{nCs}	I _{nK}	٤ _K	ε _{Cs}
Wzorzec ⁴⁰ K								
Wzorzec ¹³⁷ Cs								

Tab. 3. Wartości częstości zliczeń na sekundę oraz aktywności w Bq/kg w badanych próbkach materiałów budowlanych

	N _{gCs}	N _{gK}	I _{gCs}	I _{gK}	I _{ngCs}	I _{ngK}	A_{gCs}	A _{gK}
Materiał 1								
Materiał 2								
Materiał 3								
Materiał 4								

Współstrącanie radionuklidów na matrycy nieorganicznej jako metoda zatężania próbek i separacji radionuklidów

Cel

Poznanie procedury współstrącania radionuklidów na matrycy nieorganicznej (MnO_2 , $Fe(OH)_3$, $BaSO_4$ oraz CaC_2O_4) jako metody zatężania próbek i separacji radionuklidów.

Wprowadzenie

Współstrącanie jest procesem chemicznym wydzielania analitu na matrycy nieorganicznej (np. strąconym osadzie) badanych substancji czy pierwiastków chemicznych. Współstrącanie może zachodzić w wyniku adsorpcji, okluzji, tworzenia kryształów mieszanych lub złożonych połączeń z innymi jonami obecnymi w roztworze oraz wytrącania następczego.

Powstały osad składa się między innymi z kryształów mieszanych, w których atomy radionuklidów są rozmieszczone równomiernie w siatce krystalicznej, zastępując izomorficznie atomy nośnika, nie powodując jednak defektów w sieci krystalicznej. Aby to nastąpiło, nośnik i radionuklid muszą być podobne chemicznie. Na przykład, ²²⁶Ra może być współstracany z trudno rozpuszczalnym BaSO₄, ponieważ zarówno Ra, jak i Ba, są metalami alkalicznymi o ładunku +2 i ich promienie jonowe nie są znacząco różne. Jeśli składnik śladowy (radionuklid) tworzy mniej rozpuszczalny związek niż nośnik z przeciwnie naładowanym jonem wytrącającym (w tym przypadku siarczanem), wówczas wzbogaci on wytrącony związek i stosunek ilości radionuklidu do nośnika będzie wyższy w wytrąconym osadzie niż w roztworze. Wymiana izomorficzna niekoniecznie oznacza, że stężenie radionuklidu będzie równomierne w obrębie całego kryształu osadu. Warunki wytrącania (wysoka temperatura, powolna szybkość opadania, stężenia, czas starzenia osadu) wpływają pozytywnie na jednorodność. Silne wzbogacenie kryształu radionuklidem sprzyja niejednorodności i jego stężenie jest większe w rdzeniu struktury. Proces wytrącania osadów prowadzi do anomalnych mieszanych kryształów, w których radionuklid może być równomiernie rozmieszczony poprzez tworzenie w związku z utworzonym nośnikiem, ale wówczas wymiana nie jest izomorficzna. Ładunki atomów nośnika i współstrącanego radionuklidu są niekoniecznie identyczne w mieszanych kryształach anomalnych. Na przykład fluorek lantanowca (CeF3, NdF3 itd.) współstrąca zarówno trój-, jak i czterowartościowe aktynowce (np. Pu³⁺ i Pu⁴⁺). Choć współstrącanie jest procesem bardzo wydainym, Pu⁴⁺ nie zastępuje atomów Ce czy Nd w kryształach w sposób izomorficzny.

Podczas strącania nośnika, radionuklid może adsorbować się na powierzchni strącanego osadu w procesie wymiany jonów (adsorpcja jonowymienna). Wodorotlenki metali wielowalencyjnych np. Fe(OH)₃ lub uwodnione tlenki np. MnO₂·H₂O bardzo efektywnie współstrącają metale, szczególnie te obdarzone wysokim ładunkiem. Wodorotlenki i tlenki mają na swojej powierzchni grupy –OH, które dysocjując w środowisku obojętnym i zasadowym, pozostawiają naładowany ujemnie jon –O⁻ mogący wiązać kationy z roztworu. Ponieważ jest to reakcja powierzchniowa, wielkość pola powierzchni zwiększa wydajność

23

procesu adsorpcji. Najczęściej adsorbujący osad tworzy się przez dodanie odpowiednich odczynników do roztworu zawierającego radionuklidy. Wiele metali przejściowych adsorbuje się na osadzie $Fe(OH)_3$, który powstaje poprzez dodanie Fe^{3+} do kwaśnego roztworu (pH=1-2), a następnie strącenie $Fe(OH)_3$ przez dodanie do roztworu NaOH lub NH₄OH. Innym, mniej powszechnym sposobem, może być dodanie do roztworu zawierającego radionuklidy, wcześniej przygotowanego osadu, na którym może dokonać się ich adsorpcja.

Selektywne współstrącanie radionuklidu z nierozpuszczalnym związkiem chemicznym jest możliwe przez wybór takiej molekuły, która tworzy odpowiedni osad. Właściwe i umiejętne wykorzystanie techniki strącania może minimalizować adsorpcję na osadzie zbędnych zanieczyszczeń. W związku z tym wybrany do współstrącania związek chemiczny powinien maksymalnie współstrącać analizowany radionuklid na stabilnym osadzie, a ten jednocześnie będzie w minimalnym stopniu przyciągał inne jony mogące stanowić zanieczyszczenie.

Zatężanie polega na oddzieleniu docelowego radionuklidu od matrycy przy użyciu osadu rozpuszczającego się w niewielkiej objętości roztworu. Przykładowo, do zatężania aktynowców i innych hydrolizujących metali stosuje się współstrącanie wspomnianymi wcześniej Fe(OH)₃ lub MnO₂ w bardzo dużych objętościach próbki, nawet 100–200 litrów, a otrzymany osad rozpuszcza się w znacznie mniejszej ilości kwasu.

Większość metod separacji radionuklidów poprzez współstrącanie jest opartych na strącaniu wodorotlenków, weglanów, fosforanów i szczawianów. Stracenie $Fe(OH)_3$ przy pH = 8–9, powoduje pozostanie w roztworze wszystkich metali ziem alkalicznych, gdyż metale alkaliczne, takie jak bar oraz stront, nie tworzą nierozpuszczalnych wodorotlenków, a z kolej inne metale ziem alkalicznych nie strącają się w postaci wodorotlenków przy tak niskim pH. Co więcej, radionuklidy w formie anionowej mogą również pozostawać w roztworze. Lantanowce, aktynowce i inne metale występujące w formie kationów są strącane jako wodorotlenki. Z punktu widzenia analizy radiochemicznej bardzo ważne jest usunięcie z próbki żelaza, które utrudnia analizę np. aktynowców. Można tego dokonać np. przez współstrącanie na szczawianie wapnia CaC_2O_4 przy pH = 2. W tym przypadku, jon Fe³⁺ nie strąca się z jonami szczawianowymi i żelazo pozostaje w roztworze. Współstrącanie na węglanach i siarczanach jest stosowane podczas rozdzielania metali alkalicznych i ziem alkalicznych. Metale ziem alkalicznych tworzą słabo rozpuszczalne weglany w przeciwieństwie do metali alkalicznych. Jeśli analizowany radionuklid jest metalem ziem alkalicznych, współstracanie z użyciem weglanów i wodorotlenków może następować po sobie. Wytrącanie wodorotlenku prowadzi się najpierw w celu usunięcia metali, które tworzą wodorotlenki, podczas gdy metale alkaliczne i ziem alkalicznych oraz anionowe radionuklidy pozostają w roztworze. Metale alkaliczne i anionowe składniki usuwa się następnie przez wytrącanie węglanów lub fosforanów.

Najważniejsze procedury współstrącania radionuklidów stosowane w metodach radioanlitycznych są następujące:

- wytrącanie węglanów oraz fosforanów w celu zatężania oznaczanych radionuklidów oraz usunięcia metali alkalicznych i radionuklidów w formie anionowej, które pozostają w roztworze;
- wytrącanie wodorotlenku żelaza Fe(OH)₃ w celu wstępnego zatężania oznaczanych radionuklidów oraz do usuwania metali alkalicznych, metali ziem alkalicznych i anionowych radionuklidów z próbek, wówczas zanieczyszczenia pozostają w roztworze;
- wytrącanie ditlenku manganu MnO₂ w celu wstępnego zatężania oznaczanych radionuklidów oraz do usuwania metali alkalicznych, niektórych metali przejściowych i anionowych radionuklidów z próbek; wówczas zanieczyszczenia pozostają w roztworze;
- wytrącanie szczawianów w celu wstępnego zatężania oznaczanych radionuklidów oraz do usuwania metali alkalicznych, metali ziem alkalicznych, żelaza i anionowych radionuklidów z próbek; wówczas zanieczyszczenia pozostają w roztworze;
- wytrącanie fluorków lantanowców do wytrącania trój- i czterowartościowych aktynowców;
- specyficzne wytrącanie dimetyloglioksymu DMG do oddzielania niklu (np. ⁶³Ni);
- wytrącanie siarczanem do separacji rad ²²⁶Ra i ołowiu ²¹⁰Po;
- wytrącanie halogenku srebra do separacji chlorku i jodku;
- używanie fosfomolibdenianu amonu i heksacyjanożelazianów metali przejściowych do wstępnego zatężania cezu z wód naturalnych.

Aparatura i materiały

- 2 zlewki o pojemności 1 litra
- 1 zlewka o pojemności 400 ml
- 1 zlewka o pojemności 150 ml
- Bagietki szklane
- Papierki wskaźnikowe pH

Odczynniki chemiczne

- Roztwór chlorku żelaza (50 mg Fe³⁺/ml)
- Stężona woda amoniakalna
- Stężony 65% HNO₃
- Stężony 98%H₂SO₄

- Roztwór 0,2 M KMnO₄
- Roztwór 0,3 M MnCl₂
- Roztwór 1% H₂O₂ w 1,2M HCl
- Roztwór 0,24 M Pb(NO₃)₂
- Roztwór 0,1 M K₂SO₄/0,2 M H₂SO₄
- Roztwór 0,1 M EDTA o pH=10
- Sól Ca(NO₃)₂·6H₂O
- Sól K₂SO₄
- Kwas szczawiowy H₂C₂O₄·2H₂O

Instrukcja

Strącanie MnO₂

- 1. Zlewkę o pojemności 1 litra napełnić wodą kranową i zakwasić stężonym HNO $_3$ do pH=1
- 2. Dodać 5 ml roztworu 0,2 M KMnO₄
- 3. Dodać wody amoniakalnej do uzyskania pH=9
- 4. Dodać 10 ml roztworu 0,3 M MnCl₂
- 5. Strącony osad ${\rm MnO}_2$ mieszać okresowo przez 30 minut po czym pozostawić do opadnięcia
- 6. Roztwór znad osadu zdekantować
- 7. Dodać 10 ml 1% H₂O₂ w 1,2M HCl w celu rozpuszczenia osadu MnO₂

Strącanie Fe(OH)₃

- 1. Zlewki o pojemności 1 litra napełnić wodą kranową i zakwasić stężonym $\rm HNO_3$ do pH=1
- 2. Dodać 3 ml roztworu Fe^{3+} (150 mg Fe^{3+})
- 3. Dodać wody amoniakalnej do pH=8
- 4. Strącony osad Fe $(OH)_3$ mieszając okresowo przez 30 minut, po czym pozostawić do opadnięcia
- 5. Roztwór znad osadu zdekantować
- 6. Osad Fe(OH)₃ rozpuścić przy pH=1, używając stężonego HNO₃

Strącanie PbSO₄

1. Zlewkę o objętości 150 ml napełnić 100 ml wody kranowej i zakwasić stężonym HNO $_3$ do pH=1

- 2. Dodać 1 ml 98% H₂SO₄, a następnie 2 g K₂SO₄ (w celu współstrącenia Th)
- 3. Mieszając próbkę dodać kroplami 1 ml roztwór 0,24 M PbNO3
- 4. Ogrzewać próbkę pod przykryciem, okresowo mieszając, nie gotować
- 5. Pozostawić roztwór do ostygnięcia
- 6. Po opadnięciu osadu PbSO₄, roztwór zdekantować
- 7. Osad przemyć 0,1 M roztworu K₂SO₄/0,2 M H₂SO₄ i pozostawić do opadnięcia
- 8. Po opadnięciu osadu, roztwór zdekantować
- 9. Osad PbSO₄ rozpuścić przy użyciu 5 ml roztworu 0,1 M EDTA o pH=10

Strącanie CaC₂O₄

- 1. Zlewkę o objętości 400 ml napełnić 300 ml wody kranowej i zakwasić stężonym HNO_3 do pH=1
- 2. Ogrzewać próbkę, dodać 28 g H₂C₂O₄·2H₂O i rozpuścić na ciepło
- 3. Dodać 1,36 g Ca(NO₃)₂·6H₂O a następnie wody amoniakalnej do pH=4
- 4. Ogrzewać próbkę pod przykryciem, okresowo mieszając, nie gotować
- 5. Pozostawić roztwór do ostygnięcia, a następnie zdekantować roztwór
- 6. Osad CaC₂O₄ rozpuścić przy użyciu 65% HNO₃

W sprawozdaniu zwięźle opisać wykonane czynności, obserwacje i wskazać, jakie radionuklidy mogą być rozdzielane od jakich pierwiastków w wykonanych współstrącaniach.

Analizy radioizotopów uranu ²³⁴U, ²³⁵U i ²³⁸U w próbkach środowiskowych z wykorzystaniem chromatografii jonowymiennej

Cel

Wykorzystanie chromatografii jonowymiennej do rozdziału radioizotopów uranu ²³⁴U, ²³⁵U i ²³⁸U od pierwiastków utrudniających pomiar cząstek alfa w spektrometrze alfa.

Wprowadzenie

Chromatografia jonowa jest odmianą chromatografii cieczowej stosowanej do separacji i analizy anionów i kationów oraz innych związków chemicznych w formie zdysocjowanej. Chromatografię jonową stosuje się między innymi do oznaczania anionów i kationów w wodach i ściekach. Do zalet chromatografii jonowej należy:

- możliwość jednoczesnego oznaczania kilkunastu jonów,
- możliwość oznaczania jednocześnie kationów i anionów,
- możliwość oznaczania jonów pierwiastka na różnych stopniach utlenienia (analiza specjacyjna),
- wykrywalność jonów na niskim poziomie stężenia, µmol/l lub mniejszym,
- wysoka selektywność oznaczania jonów w próbkach o złożonym składzie,
- niewielka ilość próbki potrzebna do analizy,
- prosty sposób przygotowania próbek do analizy,
- krótki czas analizy.

Wyróżniamy 3 typy wymieniaczy jonowych:

1. Kationity – obdarzone ładunkiem ujemnym (ujemne naładowane grupy funkcyjne) zdolne do adsorbowania kationów z roztworu

$$R - SO_{3}^{-} \qquad \longleftrightarrow \qquad H^{\dagger}, Na^{\dagger}, K^{\dagger}, Ca^{\dagger 2}, RNH_{3}^{\dagger}$$

2. Anionity - obdarzone ładunkiem dodatnim (dodatnio naładowane grupy funkcyjne), zdolne do adsorbowania anionów z roztworu

$$\begin{array}{c} & R - NR_{3}^{+} \\ & R - NH_{3}^{+} \end{array} \xrightarrow{} R-COO^{T}, OH^{T}, CI^{T}, SO_{4}^{-2} \end{array}$$

3. Wymieniacze jonów z dodatkowymi oddziaływaniami sorpcyjnymi, np. posiadające jednocześnie grupy typu C₁₈ oraz -SO₃H, albo/i NR₄ + OH.

Ogólne zasady wymywanie jonów (elucji) w chromatografii jonowej są następujące:

- ze wzrostem wartościowości analizowanego jonu zwiększa się jego powinowactwo do grupy funkcyjnej jonitu,
- jeżeli analizowane jony mają tę samą wartościowość, to im większy jest ich promień jonowy i stopień polaryzacji, tym silniej jon jest zatrzymywany na jonicie,
- jony charakteryzujące się silnymi oddziaływaniami hydrofobowymi lub van der Waalsa z fazą stacjonarną, będą wymywane później niż jony o słabszych oddziaływaniach.

Dla zobrazowania procesu podziału przyjmuje się, że kolumna chromatograficzna składa się z wielkiej ilości połączonych ze sobą sekcji, czyli tzw. półek teoretycznych, pod pojęciem których rozumiemy taką objętość kolumny, w której zostaje osiągnięty stan dynamicznej równowagi pomiędzy stężeniem związku w fazie stacjonarnej a jego stężeniem w fazie ruchomej.

Sprawność kolumny chromatograficznej opisana jest przez wysokość równoważną półki teoretycznej (ang. HETP). Liczba półek teoretycznych zależy od długości kolumny L oraz od HETP. Im więcej półek teoretycznych, tym kolumna jest sprawniejsza, a tym samym uzyskane z wymycia piki analitu są wąskie. Kolumna jest mniej sprawna, gdy HETP jest duże, co oznacza, że mniej półek teoretycznych znajduje się w kolumnie.

Zgodnie z teorią kinetyczną, sprawność kolumny chromatograficznej można określić, używając równania van Deemtera (Rys. 1) dla chromatografii gazowej lub równania Knoxa dla chromatografii cieczowej:

$$HETP = Au^{1/3} + \frac{B}{u} + Cu$$

gdzie:

A – dyfuzja wirowa,

B – dyfuzja podłużna w fazie ruchomej,

C – opór przenoszenia masy,

u – prędkość liniowa fazy ruchomej.



Mobile Phase Velocity (µ)

Rys. 1. Krzywa van Deemtera - zależność wysokości półki teoretycznej od prędkości przepływu fazy ruchomej w chromatografii gazowej

Istnieje wiele modyfikacji klasycznego równania van Deemtera, uwzględniających wpływ takich parametrów jak prędkość przepływu, średnica uziarnienia złoża i stała podziału między fazą stacjonarną i ruchomą.

Aparatura i materiały

- kolumna chromatograficzna z lejkiem
- stojak na kolumnę
- zlewki
- próbka (mieszanina radioizotopów U i Th z dodatkiem Fe)
- żywica jonowymienna: anionit Dowex 1x8 100-200 mesh w 1M (NH₄)₂SO₄

Instrukcja

Tabela 1. Procedura separacji uranu

KROK	Odczynniki	Czynności					
	5 ml 1 M (NH ₄) ₂ SO ₄	Próbkę odparować i rozpuścić na ciepło, następnie nanieść na kolumnę					
Anionit typu Dowex 1x8 w 1 M (NH₄)₂ SO₄ , pow. czynna 100-200 mesh, wysokość żywicy 7cm							
1.	-	wyciek główny					
2.	60 ml 1 M (NH ₄) ₂ SO ₄	przepłukać kolumnę na obecność Fe, Co i Cu, popłuczyny połączyć z wyciekiem głównym , całość odrzucić					
3.	50 ml 10 M HCl	przepłukać kolumnę na obecność Th, całość odrzucić					
4.	50 ml 0,5 M HCI	przepłukać kolumnę na obecność uranu , <u>całość</u> <u>odparować</u> , próbkę zachować do elektrolizy uranu (ćwiczenie 8)					



Schemat kolumny chromatograficznej i analizy uranu:

Procesy chemiczne

Uran (VI) w kwasie siarkowym występuje głównie w postaci kationu uranylowego $[UO_2]^{+2}$ oraz częściowo w postaci kompleksów siarczanowych: $[UO_2SO_4]^-$, $[UO_2(SO_4)_2]^{-2}$, $[UO_2(SO_4)_3]^{-4}$, które w tej formie sorbują się na anionicie Dowex 1x8. Inne pierwiastki, głównie Fe, w środowisku kwasu siarkowego H₂SO₄ nie tworzą kompleksów siarczanowych i nie sorbują się na żywicy. Związki kompleksowe Th w kwasie siarkowym bardzo słabo sorbują się na anionitach. W środowisku HCI Th występuje w formie kationu Th⁴⁺.

W sprawozdaniu zwięźle opisać wykonane czynności, obserwacje i wskazać, na podstawie znalezionej literatury, jakie pierwiastki radioaktywne mogą być rozdzielane od jakich zanieczyszczeń z wykorzystaniem chromatografii jonowymiennej.

Przygotowywanie źródeł promieniotwórczych do pomiaru w spektrometrze alfa za pomocą elektrolizy

Cel

Zapoznanie z procedurą przygotowywania źródeł promieniotwórczych z wykorzystaniem procesu elektrolizy do pomiaru aktywności radioizotopów uranu za pomocą spektrometrii alfa.

Wprowadzenie

Elektroliza jest procesem wymuszonym, który przebiega w przewodniku elektrolitycznym, gdzie nośnikami ładunków elektrycznych są zarówno jony dodatnie (kationy), jak i ujemne (aniony). Ruch ładunków elektrycznych jest wymuszony poprzez podłączenie zewnętrznego źródła prądu stałego do elektrod zanurzonych w ciekłym przewodniku jonowym (Rys.1).



Rys. 1. Schemat elektrolizera i ogniwa galwanicznego

Podczas elektrolizy zachodzą procesy odwrotne w stosunku do przemian zachodzących w czasie pracy ogniwa galwanicznego. Katodą jest elektroda, na której zachodzi proces redukcji, natomiast anodą jest elektroda, na której zachodzi proces utleniania. Znak elektrod jest przeciwny do znaku elektrod w ogniwie galwanicznym.

Napięcie rozkładowe U_r to najmniejsze napięcie, jakie jest potrzebne do zapoczątkowania procesu elektrolizy. Jest to suma siły elektromotorycznej (SEM), nadnapięcia elektrodowego (η) oraz spadku omowego przyłożonego napięcia w elektrolizerze (iR).

$$U_r = SEM + \eta + iR$$

Siłę elektromotoryczną obliczamy jako różnicę potencjałów katody i anody:

$$SEM = E_k - E_a$$

<u>1 prawo elektrolizy Faradaya</u> - masa substancji wydzielonych na elektrodzie podczas elektrolizy jest proporcjonalna do wielkości ładunku elektrycznego, który przepłynął przez elektrolit:

$$m = k \cdot Q = k \cdot I \cdot t$$

m – masa wydzielonej substancji (g)

k – równoważnik elektrochemiczny

$$k = \frac{M}{z \cdot F}$$

Q – ładunek elektryczny (C)

i – natężenie prądu (A)

t – czas (s)

M – masa molowa wydzielonego jonu

z – liczba elektronów przeniesionych w reakcji elektrodowej

 $F - stała Faradaya (F = 96500 C \cdot mol^{-1})$

<u>2 prawo elektrolizy Faradaya</u> - masy różnych substancji wydzielone na elektrodach podczas przepływu jednakowego ładunku elektrycznego są proporcjonalne do ich równoważników elektrochemicznych:

$$\frac{m_1}{m_2} = \frac{k_1}{k_2} = \frac{Eq_1}{Eq_2}$$

lub

$$\frac{Eq_2}{k_2} = \frac{Eq_1}{k_1} = const = F$$

natomiast

$$Eq = \frac{M}{z}$$

Wpływ stężenia elektrolitu na potencjał półogniwa opisuje równanie Nernsta:

$$E = E_0 \cdot \frac{2,303 \cdot RT}{zF} \log \frac{[oks]}{[red]}$$

gdzie:

R – stała gazowa 8,31 $J \cdot (mol \cdot K)^{-1}$

T – temperatura

Preparaty zawierające radioizotopy uranu ²³⁴U, ²³⁵U i ²³⁸U do pomiarów w spektrometrze alfa muszą być cienkie, jednolite i mieć jednorodny rozkład aktywności. Tylko tak przygotowane źródła gwarantują otrzymania widma o wysokiej rozdzielczości energetycznej i uniknięcia tzw. ogonowania pików w obszarze niższych energii. Aby sprostać tym wymaganiom, elektroliza uranu na płytkach ze stali nierdzewnej jest jednym z najczęściej stosowanych sposobów wytwarzania wysokiej rozdzielczości źródeł promieniotwórczych dla spektroskopii alfa. Aby otrzymać wysokiej jakości źródła alfa należy zoptymalizować wiele parametrów, takich jak: rodzaj elektrolitu, typ elektrody, jakość powierzchni podłoża, osadzona masa, obrót i kształt anody, gęstość prądu, czas osadzania oraz doświadczenie analityka.

<u>Elektrolit</u> – w celu przygotowania źródeł do pomiarów alfa spektrometrycznych stosuje się takie nieorganiczne elektrolity jak: NH₄-cytrynian/HCl, Na₂SO₄, H₂SO₄/(NH₄)₂SO₄/ Na₂SO₄, nasycony NH₄NO₃ lub NO₃⁻/NaF. Z wymienionych najczęściej stosowane są roztwory, które zawierają mieszaninę H₂SO₄/(NH₄)₂SO₄ /Na₂SO₄ w środowisku kwaśnym o pH = 2,1–2,4.

<u>Zanieczyszczenia</u> – powstają wówczas, jeśli materiał mający kontakt z elektrolitem (elektrody) nie jest odporny chemicznie, może się rozpuścić i osadzić na powierzchni źródła podczas procesu elektrolizy. Zanieczyszczenia zawarte w odczynnikach chemicznych (np. Mn, Fe itp.) mogą utrudniać osadzanie się radioizotopów uranu. Na przykład, opiłki metalu powstałe w trakcie nieumiejętnego podłączania elektrody do zasilacza, mogą przedostać się do elektrolitu i być osadzane na stali nierdzewnej. Aby tego uniknąć, należy stosować elektrody wykonane z odpowiednich materiałów i używać przykrywek do elektrolizerów.

<u>Jakość katody (stal nierdzewna)</u> – morfologia powierzchni katody ma wpływ na jakość osadzania uranu, ponieważ to od niej zależy grubość i jednorodność warstwy osadzanego metalu. Wypolerowana powierzchnia powoduje bardziej jednorodną warstwę depozycji uranu, a podłoża nierówne lub zadrapane dają źródła mniej jednorodne o słabszej rozdzielczości.

<u>Materiał anody (platyna)</u> – ponieważ Pt jest stosowana jako anoda do osadzania uranu z roztworu elektrolitu zawierającego H₂SO₄/(NH₄)₂SO₄, może wystąpić rozpuszczanie jej śladów i osadzanie na katodzie ze stali nierdzewnej. Proces ten prowadzi do pogorszenia jakości spektralnej otrzymanego źródła uranowego. Alternatywą dla anody platynowej może być stop złożony z Pt-Rh (90% Pt, 10% Rh), który jest bardziej odporny na rozpuszczanie.

<u>Geometria anody</u> – kształt elektrody Pt jest bardzo ważny i wpływa na rozkładu gęstości prądu w elektrolicie podczas elektrolizy i tym samym na jednorodność źródła alfa. Lepszą jednorodność można uzyskać przy użyciu spiralnych elektrod w kształcie tarczy lub siatki w porównaniu do elektrody w kształcie igły lub krzyża.

<u>Wartość pH elektrolitu</u> – proces elektrolizy uranu jest bardzo wrażliwy na pH elektrolitu i kwasowość roztworu ma istotny wpływ na wydajność osadzania uranu. Przy niskim pH (<2) osadzona warstwa uranu może być ponownie rozpuszczona w elektrolicie. Przy wyższym pH (> 4), uran może tworzyć kompleksy wodorotlenkowe o różnej stechiometrii, które hamują jego osadzanie.

<u>Natężenie prądu i czas elektrolizy</u> – natężenie prądu musi być na tyle duże, by przekroczyć napięcie rozkładowe. Zbyt wysokie natężenie prądu będzie powodować gwałtowny wzrost temperatury elektrolitu i jego odparowywanie. Minutę przed wyłączeniem elektrolizy, pH elektrolitu musi być alkaliczne, zatem dodaje się 1 ml stężonego NH₄OH, aby nie dopuścić do rozpuszczania osadzonego uranu na stali nierdzewnej. Typowy czas osadzania uranu wynosi od 60 do 120 minut, co przekłada się na wydajność jego elektrolizy w zakresie od 60 do 100%.

Aparatura i materiały

- teflonowe naczynko elektrolityczne z pokrywką
- elektroda platynowa
- płytka ze stali nierdzewnej
- stojak na naczynko elektrolityczne
- zasilacz prądu

Odczynniki chemiczne

- roztwór elektrolitu (0,75M (NH₄)₂SO₄ o pH = 2)
- stężona woda amoniakalna
- 1% roztwór woda amoniakalna

Instrukcja

- 1. Pozostałość po odparowaniu z ćwiczenia 7 zalać 1 ml stężonego kwasu HCl i HNO₃, a następnie odparować
- 2. Do suchej pozostałości dodać 5 ml roztworu 0.75M $(NH_4)_2SO_4$ o pH = 2
- 3. Płytkę ze stali nierdzewnej przemyć acetonem i wysuszyć
- 4. Przygotować elektrolizer i umieścić go na stojaku zgodnie ze schematem na rysunku



Rys. 1. Schemat zestawu do elektrolizy uranu, gdzie: 1. anoda - drut platynowy; 2. pokrywka; 3. naczynie teflonowe; 4. katoda - płytka ze stali nierdzewnej; 5. elektrolit - $0.75M (NH_4)_2SO_4$ o pH=2; 6. Metalowa podstawa.

- 5. Włączyć zasilacz i ustawić natężenie prądu na 1A
- 6. Elektrolizę prowadzić przez 90 minut
- 7. Na 1 minutę przed końcem elektrolizy dodać do elektrolizera 0,5 ml stężonej wody amoniakalnej
- 8. Wyłączyć zasilacz, wyjąć płytkę i przemyć ją 1% roztworem NH4OH oraz acetonem

Przygotowywanie źródeł promieniotwórczych polonu ²¹⁰Po do pomiaru w spektrometrze alfa za pomocą autodepozycji

Cel

Zapoznanie z procedurą przygotowywania źródeł promieniotwórczych polonu z wykorzystaniem autodepozycji na płytkach srebrnych do pomiaru aktywności ²¹⁰Po w spektrometrze alfa.

Wprowadzenie

Źródło promieniotwórcze polonu ²¹⁰Po do pomiaru aktywności za pomocą spektrometrii alfa jest zwykle przygotowywane poprzez spontaniczną, bezprądową depozycję polonu na srebrnym, niklowym lub miedzianym dysku. Wykorzystuje się możliwość redukcji metalicznego polonu na powierzchni mniej szlachetnego metalu. Proces autodepozycji jest bardzo podobny do elektrolizy, jednakże nie ma potrzeby przykładania zewnętrznego źródła napięcia. Dodatkowo, aby zwiększyć wydajność procesu, roztwór jest podgrzewany i mieszany. Najlepszą wydajność termicznej depozycji polonu stwierdzono na srebrze w kwaśnym środowisku 0,5M HCI w temperaturze 90°C .

W środowisku kwaśnym 0,5 M HCl w roztworze wodnym, w którym występują jony Cl⁻, potencjał srebra obniża się dzięki tworzeniu kompleksowego anionu AgCl₂⁻:

 $Ag+e^{-} \rightarrow Ag^{0}$ (elektrodowy potencjał reakcji wynosi 0,78 V) $AgCl_{(s)} + e^{-} \rightarrow Ag^{0} + Cl^{-}$ (elektrodowy potencjał reakcji wynosi 0,22 V)

i na metalicznym srebrze wydziela się polon zgodnie z reakcją:

 $Po^{+4} + 4e^{-} \rightarrow Po$ (elektrodowy potencjał reakcji wynosi 0,78 V) $Po^{+2} + 2e^{-} \rightarrow Po$ (elektrodowy potencjał reakcji wynosi 0,65 V)

Przed autodepozycją polonu, do roztworu próbki w 0,5M HCI należy dodać ok 0,15 g kwasu askorbinowego $C_6H_8O_6$ (witamina C) w celu zredukowania Fe⁺³ do Fe⁺², który w środowisku 0,5M HCI nie osadza się na srebrze. Fe⁺³ w tych warunkach tworzy grubą matową warstwę na płytce srebrnej, gdyż żelazo Fe⁺³ osadza się podobnie jak Po⁰ w postaci atomowej. Otrzymany preparat jest niezdatny do pomiaru energii cząstek alfa emitowanych przez atomy ²¹⁰Po.

Wydajność depozycji polonu na srebrze w rozcieńczonym roztworze kwasu solnego (0,5M HCl) zależy od czasu (Rys.1), rodzaju próbki, siły jonowej roztworu (suma ładunków kationów i anionów) i obecności reduktorów lub utleniaczy.



Rys. 1. Wydajność depozycji polonu na płytce srebrnej względem czasu

Aparatura i materiały

- naczynko teflonowe z pokrywką
- łaźnia wodna
- srebrna płytka
- stojak na naczynko
- zasilacz
- mieszadełko

Odczynniki chemiczne

- roztwór 0,5 M HCI
- kwas askorbinowy
- woda dejonizowana
- aceton

Instrukcja

- 1. Włączyć łaźnię wodna i ustawić temperaturę na 90°C
- 2. Analizowaną próbkę rozpuścić w ok. 15 ml 0,5 M HCI (jeśli próbka się nie rozpuszcza, podgrzać pod przykryciem)
- 3. Do ostudzonej próbki dodać około 0,15 mg kwasu askorbinowego i mieszać do rozpuszczenia
- 4. Płytkę srebrna przemyć acetonem i wysuszyć
- 5. Wlać próbkę do naczynia teflonowego
- 6. Naczynie z próbką wstawić na stojak i zamontować mieszadełko i opuścić do zaznaczonej na stojaku głębokości (Rys. 2)
- 7. Włączyć zasilacz i wyregulować szybkość pracy mieszadełka
- 8. Depozycję polonu prowadzić przez ok. 2 h

- 9. Po wyłączeniu, roztwór schłodzić i przenieść do zlewki
- 10. Płytkę ze zdeponowanym polonem przemyć wodą dejonizowana i acetonem



Rys. 2. Schemat zestawu do autodepozycji polonu, gdzie: 1. mieszadło; 2. pokrywka górna; 3. naczynie teflonowe; 4. srebrna płytka; 5. roztwór≈0,5M HCl; 6. przykręcana teflonowa stopa.

Pomiar dawki ekspozycyjnej

Cel

Celem ćwiczenia jest określenie mocy dawki ekspozycyjnej pochodzącej z różnych źródeł promieniowania beta i gamma.

Wprowadzenie

W wyniku obecności w biosferze naturalnych i antropogenicznych radionuklidów, jak również wskutek docierania do powierzchni naszej planety wysokoenergetycznego promieniowania elektromagnetycznego i korpuskularnego z kosmosu (promieniowania kosmicznego), wszystkie jej elementy mogą być w różnym stopniu narażone na działanie promieniowania jonizującego. Oddziaływanie promieniowania jonizującego na biosferę związane jest z absorpcją jego energii przez poszczególne jej składniki. Skutki działania promieniowania jonizującego na organizmy żywe zależą od wielu czynników, spośród których najważniejsze to:

- pochłonięta energia (dawka) promieniowania przez cały organizm lub jego część (tkankę lub narząd);
- czas, w którym dawka została pochłonięta (moc dawki);
- rodzaj promieniowania jonizującego;
- wiek i ogólna kondycja napromieniowanego organizmu.

Do oceny narażenia organizmu promieniowaniem jonizującym służą dawki:

 Dawka ekspozycyjna: jest miarą jonizacji (ilości powstających par jonów) powietrza, którym oddychamy. Jednostką dawki ekspozycyjnej jest C/kg, dawniej stosowany był rentgen (R) zdefiniowany jako:

$$1R = 2,58 \cdot 10^4 \frac{C}{kg}$$

2. Dawka pochłonięta (D): jest miarą ilości energii pochłoniętej przez daną masę tkanki. Jest to energia, jaką traci promieniowanie jonizujące, a pochłania ośrodek, przez który przechodzi to promieniowanie, przypadające na jednostkę masy tego ośrodka. Jednostką dawki pochłoniętej w układzie SI jest 1 grej (Gy), definiowany jako 1 J energii pochłoniętej w masie 1 kg. Dawniej stosowany był rad (1 Gy = 100 rad):

$$1 Gy = \frac{1 J}{kg}$$

3. Dawka równoważna (H_T): posługujemy się nią przy napromieniowaniu pojedynczego narządu lub tkanki. Jest sumą iloczynów dawki pochłoniętej w danym organie (D_{T,R}) i współczynnika wagowego promieniowania (W_R), zależnego od rodzaju promieniowania. Jednostką dawki równoważnej w układzie SI jest 1 siwert (Sv). Dawniej stosowany był

rem (1 Sv = 100 rem). W przypadku działania na organ człowieka różnego rodzaju promieniowania wartość dawki równoważnej w danej tkance H_T można obliczyć za pomocą wzoru:

$$H_T = \sum W_R \cdot D_{T,R}$$

Wartości współczynników wagowych W_R promieniowania wynoszą 20 dla cząstek α oraz 1 dla kwantów X i γ wszystkich energii i elektronów wszystkich energii.

4. Dawka efektywna (skuteczna) (E): w przypadku napromieniowania całego organizmu człowieka, oprócz rodzaju promieniowania, istotny wpływ na ewentualne skutki zdrowotne ma także rodzaj napromienionej tkanki oraz jej znaczenie dla procesów życiowych. Dlatego dla wypadkowej oceny tych skutków wprowadzono pojęcie dawki efektywnej (skutecznej) E, którą definiujemy jako sumę iloczynów dawki równoważnej H_T i współczynnika wagowego tkanki W_T. Wartość dawki efektywnej E oblicza się za pomocą wzoru:

$$E = \sum W_T \cdot H_T$$

Wartości współczynnika wagowego promieniowania jonizującego W_T wynoszą od 0,25 dla gonad do 0,01 dla skóry.

 Obciążająca dawka równoważna H_T(τ): jest miarą narażenia tkanki lub narządu przy napromieniowaniu wewnętrznym spowodowanym wchłanianiem do organizmu człowieka izotopu długożyciowego. Można ja obliczyć ze wzoru:

$$H_T(\tau) = \int_{t_0}^{t_0+\tau} \dot{H_T} dt$$

gdzie:

 $\dot{H_T}$ – moc dawki równoważnej w organizmie lub tkance T w czasie t₀

 τ – czas wchłonięcia radionuklidu (dorośli – 50 lat; dzieci – 70 lat)

6. Obciążająca dawka równoważna E(τ): jest to miara narażenia ciała człowieka na wchłonięcie do organizmu wielu radionuklidów, głównie długożyciowych. Oblicz się ją ze wzoru:

$$E(\tau) = \sum_{T} W_T H_T(\tau)$$

7. Moc dawki: Moc dawki określona jest jako dawka pochłonięta w jednostce czasu.

Moc dawki pochłoniętej

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt} \qquad \left[\frac{Gy}{s}\right]$$

Moc dawki ekspozycyjnej

$$\dot{X} = \frac{dX}{dt} \qquad \left[\frac{R}{s}\right]$$

Moc równoważnika dawki

$$\dot{H} = \frac{dH}{dt} \qquad \left[\frac{Sv}{s}\right]$$

8. Wzajemne relacje i zależnosci miedzy jednostkami

- Dawka ekspozycyjna 1 R \rightarrow Dawka pochłonięta w powietrzu 0,87 rad (0,87 · 10⁻² Gy)
- Dawka pochłonięta w tkance 1 rad (0,01 Gy) \rightarrow równoważnik dawki 1 rem (10 mSv)
- Dawce pochłoniętej w powietrzu równej 0,087 · 10⁻² Gy (0,87 mGy) czyli 1 R odpowiada równoważnik dawki 12 mSv

Aparatura i materiały

- Radiometr kieszonkowy typ RKSW-104
- Radiometr kieszonkowy typ RK-10-1
- Źródła promieniowania beta i gamma: ¹⁴C, ⁶⁰Co, ⁶³Ni, ⁹⁰Sr, ¹³⁷Cs.

Instrukcja

Radiometr RKSW-104

- Włączyć radiometr (czerwonym suwakiem z pozycji "ВЫКЛ" na "ВКЛ"), odsłonić detektor promieniowania (usuwając klapkę z tylnej części radiometru) i ustawić w pozycji pomiarowej (szary suwak z pozycji "ДЕЖ" na "РАБ").
- Źródło promieniowania ustawić w odległości 1-2 cm od detektora i dokonać pomiaru mocy dawki ekspozycyjnej (wynik jako równoważnik dawki promieniowania µSv/h ("мкЗв/ч") dla każdego źródła promieniowania beta i gamma. Otrzymane wartości pomnożyć przez ustawiony na radiometrze przelicznik (x0,01).

Radiometr RK-10-1

1. Włączyć radiometr (przesuwając czarne pokrętło w dół), wyjąć detektor promieniowania i ustawić właściwą/żądana skalę pomiaru dawki ekspozycyjnej.

 Źródło promieniowania ustawić w odległości 1-2 cm od detektora i dokonać pomiaru mocy dawki ekspozycyjnej (wynik mR/h) oraz według zależności jednostek obliczyć zmierzoną dawkę i podać w µSv/h

Tabela pomiarów

Źródło promieniowania	Średnia wartość mocy dawki ekspozycyjnej [µSv/h]					
	RKSW-104	RK-10-1				
¹⁴ C						
⁶⁰ Co						
⁶³ Ni						
⁹⁰ Sr						
¹³⁷ Cs						

Osłabienie promieniowania jonizującego

Cel

Celem ćwiczenia jest określenie osłabienia promieniowania jonizującego przez różne materiały (przesłony), jak również wyznaczenie współczynnika osłabienia promieniowania (k - krotność osłabienia) oraz zapoznanie z techniką przeprowadzania pomiarów przy pomocy monitora skażeń radioaktywnych EKO-C/s.

Wprowadzenie

Pochłanianie promieniowania α

Cząstki α obdarzone podwójnym dodatnim ładunkiem elektrycznym (jadra atomu helu) poruszają się z prędkościami v kilkadziesiąt razy mniejszymi od prędkości światła c. Dla nich tzw. współczynnik beta (β = v/c, zgodnie ze szczególną teorią względności oznaczający prędkość obiektu w odniesieniu do prędkości światła; którego nie należy mylić z cząstkami β) jest niższy od wartości 0,05 i wówczas liniowe straty energii dE/dx są szczególnie duże. Zmiany liniowej straty energii cząstek α w powietrzu, a tym samym tzw. jonizacji właściwej wzdłuż jej drogi przedstawia krzywa Bragga (Rys. 1).



Rys. 1. Jonizacja powietrza wzdłuż drogi cząstki α



Rys. 2. Absorpcja promieniowania w materii

Ze względu na względnie dużą masę cząstki α, która jest około 7500 razy większa od masy elektronu, w ciągu prawie całej swojej drogi w danym ośrodku porusza się ona ruchem prostoliniowym. Dopiero pod koniec zasięgu, gdy straci ~80% swojej energii początkowej, cząstka α zmienia kierunek po każdym zderzeniu, co powoduje rozrzut ich zasięgu. Zasięg cząstek α w wodzie (podobnie jak tkance ludzkiej) wynosi ~ 50 µm. Z tego powodu narażenie radiologiczne człowieka od zewnętrznych źródeł promieniowania α jest znikome, ponieważ 5cio cm warstwa powietrza lub naskórek pochłaniają całkowicie to promieniowanie. Zupełnie inna sytuacja występuje wtedy, gdy radionuklidy α-promieniotwórcze dostaną się do wnetrza organizmu ludzkiego. Cząstka α w pojedynczym zderzeniu z elektronem może przekazać mu pewną część swojej początkowej energii (średnio ~250 eV). Na drodze równej jej zasięgowi, czyli zaledwie ~ 50 μ m, może zaistnieć około 2·10⁴ aktów przekazania energii elektronom ośrodka. Energia przekazana elektronowi w pojedynczym zderzeniu wystarcza do jonizacji na jego drodze od kilku do kilkunastu cząsteczek i wzbudzenia kilku dalszych. Dlatego też na drodze przebiegu cząstki α powstaje zbiór tzw. wezłów jonizacji, tj. grupy cząsteczek, odległych od siebie średnio zaledwie o 2,5 nm, w których skumulowana jest dodatkowa energia, umożliwiająca zachodzenie w nich dalszych procesów chemicznych, głównie rodnikowo-jonowych, prowadzących do zerwania wiązania chemicznego. Ma to istotne znaczenie powstawaniu w organizmie uszkodzeń przy ludzkim radiacyjnych, spowodowanych wchłonięciem cząstek α.

Pochłanianie promieniowania β

W przypadku oddziaływania promieniowania β, pojedynczy ujemnie naładowany elektron i jego duża prędkość (zbliżona do prędkości światła) sprawiają, że linowe straty energii (LET – linear energy transfer) tego promieniowania są dużo mniejsze niż dla cząstek α.

W przeciwieństwie do cząstek α, poruszający się elektron (promieniowanie β) ma taką samą masę spoczynkową jak elektrony ośrodka i w pojedynczym zderzeniu może im przekazywać znaczną część swojej energii, równocześnie zmieniając kierunek ruchu. Strata energii następuje także skokowo, ale na znacznie większych odległościach (Rys. 3).



Rys. 3. Absorpcja cząstek β w materii.

Wartość LET zależy od energii elektronów i waha się od 1 keV/µm dla małych energii do 0,2 keV/µm dla dużych jej wartości rzędu 1MeV. Cząstki β charakteryzują się ciągłym rozkładem energetycznym: od bardzo małych energii do energii maksymalnej E_{max}, charakterystycznej dla danego radionuklidu. Proces pochłaniania tego promieniowania może być w początkowym przedziale grubości absorbenta dobrze opisany równaniem wykładniczym. Ekstrapolacja końcowej, zakrzywionej krzywej pochłaniania do zerowego natężenia promieniowania daje wartość R_{ex} odpowiadającą maksymalnemu zasięgowi promieniowania β oznaczanemu jako R_{max}.

Pochłanianie promieniowania y

Fotony promieniowania γ lub promieniowania rentgenowskiego X oddziaływując z materią przekazują jej całkowitą swoją energię lub jej część w wyniku następujących procesów:

- zderzenia z elektronami z wewnętrznych powłok elektronowych, silnie związanymi z jądrem (zjawisko fotoelektryczne) τ
- zderzenia z elektronami słabo związanymi z jądrem (rozpraszanie comptonowskie) σ
- oddziaływania z polem jądra atomowego (tworzenie par elektron-pozyton) κ

W wyniku tych procesów całkowity liniowy współczynnik pochłaniania μ promieniowania γ jest równy:

$$\mu = \tau + \sigma + \kappa$$

Całkowity liniowy współczynnik pochłaniania μ zależy silnie od średniej liczby atomowej Z ośrodka pochłaniającego i od energii E kwantów promieniowania γ (Rys.4).



Rys. 4. Zależność współczynników pochłaniania promieniowania γ w ołowiu.

Dla skolimowanej (tzn. wąskiej i równoległej) wiązki promieniowania γ przebieg zmian natężenia promieniowania w zależności od grubości absorbenta (przesłony) x ma charakter wykładniczy (Rys. 5).

$$I = I_0 \cdot e^{-\left(\frac{\mu}{p}\right)d}$$

gdzie:

I₀ – jest natężeniem początkowym wiązki promieniowania (kwantów/s) lub (imp/s)

μ – całkowitym liniowym współczynnikiem absorpcji (cm⁻¹)

I – natężeniem wiązki promieniowania po przejściu przez absorbent o grubości x

- ρ gęstość absorbenta (g/cm³)
- d gęstość powierzchniowa (g/cm²)



Rys. 5. Pochłanianie skolimowanej wiązki promieniowania y

Aparatura i materiały

- monitor skażeń radioaktywnych EKO-C/s
- ława optyczna do pomiaru osłabiania promieniowania
- przesłony
- źródło promieniowania beta ⁹⁰Sr

Instrukcja

- 1. Dokonać pomiaru aktywności źródła promieniowania beta bez materiału osłaniającego (przesłony) przy różnych odległościach od źródła (0, 30, 50).
- 2. Dokonać pomiaru aktywności źródła po przejściu promieniowania przez materiał osłabiający (przesłona) umieszczonego w różnej odległości od źródła (0, 30, 50).
- 3. Obliczyć krotność osłabienia promieniowania k dla różnych materiałów osłabiających (przesłon) oddalonych na różną odległość z zależności k = I_{0sr}/I_{sr}

Materiał osłaniający (przesłona)	l₀śr (cps)	lśr (cps)	Krotność osłabienia k
1. Bez osłony		-	
2. Materiał osłaniający			
Papier	-		
Bawełna	-		
Skóra	-		
Folia PET	-		
Folia aluminiowa	-		
Pleksi 3,5 mm	-		
Pleksi 7,7 mm	-		
Szkło 3,0 mm	-		
Szkło 4,8 mm	-		

Pomiary dla I=0 cm

Pomiary dla I=30 cm

Materiał osłaniający (przesłona)	l₀śr (cps)	lśr (cps)	krotność osłabienia k
1. Bez osłony		-	
2. Materiał osłaniający			
Papier	-		
Bawełna	-		
Skóra	-		
Folia PET	-		
Folia aluminiowa	-		
Pleksi 3,5 mm	-		
Pleksi 7,7 mm	-		
Szkło 3,0 mm	-		
Szkło 4,8 mm	-		

Pomiary dla I=50 cm

Materiał osłaniający (przesłona)	l₀śr (cps)	lśr (cps)	krotność osłabienia k
1. Bez osłony		-	
2. Materiał osłaniający			
Papier	-		
Bawełna	-		
Skóra	-		
Folia PET	-		
Folia aluminiowa	-		
Pleksi 3,5 mm	-		
Pleksi 7,7 mm	-		
Szkło 3,0 mm	-		
Szkło 4,8 mm	-		

Widma promieniowania alfa

Cel

Celem ćwiczenia jest wykreślenie krzywej kalibracji energetycznej, interpretacja widma i odczytanie oznaczonych w spektrometrze alfa radioizotopów.

Wprowadzenie

Spektrometria alfa jest techniką radiometryczną służącą do pomiaru promieniowania alfa przez nuklidy promieniotwórcze. Spektrometr alfa emitowanego składa się z półprzewodnikowych detektorów krzemowych, z barierą powierzchniową o powierzchni czynnej od 150 do 600 mm², umieszczonych w komorach próżniowych układów przedwzmacniaczy i zasilaczy oraz wielokanałowych (od 1024 do 4096) analizatorów amplitudy impulsów. Stosowane detektory są diodami krzemowymi z cienką warstwą kontaktową złota napylonego na warstwę "n" w ilości ok. 40 ug cm⁻². Stosunkowo wysoka wydajność detektorów (od 0,24 do 0,40) oraz ich wysoka rozdzielczość (od 18 do 35 keV) umożliwiają pomiar aktywności większości radionuklidów alfa zarówno naturalnych, jak i sztucznych.

Kalibracja energetyczna i wydajnościowa spektrometru alfa polega na pomiarze źródła promieniotwórczego α o znanej aktywności, w którym znajdują się różne izotopy o jak najmniejszej licznie wartości energii cząstek alfa w całym zakresie energetycznym widma. Jednym ze źródeł promieniotwórczych używanych w spektrometrii alfa do kalibracji jest preparat zawierający 3 radioizotopy: ²⁴¹Am, ²⁴⁴Cm i ²³⁷Np. Istotne jest, aby źródło kalibracyjne posiadało taką samą geometrię jak preparaty mierzonych próbek.

Kalibracja wydajnościowa polega na porównaniu zmierzonych aktywności radionuklidów α w preparacie kalibracyjnym w stosunku do ich certyfikowanej aktywności w danym źródle. Dla detektorów krzemowych o powierzchni 300 mm² wydajność wynosi około 30%. Krzywa kalibracji wydajnościowej w spektrometrii alfa powinna być opisana równaniem prostej.

Kalibracja energetyczna polega na przypisaniu badanej energii cząstki alfa określonemu kanałowi wielokanałowego analizatora amplitudy. Prowadząc pomiar źródła kalibracyjnego zawierającego radionuklidy ²⁴¹Am (5,48 MeV), ²⁴⁴Cm (5,80 MeV) i ²³⁷Np (4,79 MeV) przy użyciu spektrometru alfa z 1024 wielokanałowym analizatorem amplitudy, krzywą kalibracyjną (Rys. 1) rysujemy, przypisując badanym energiom cząstek alfa ²⁴¹Am, ²⁴⁴Cm i ²³⁷Np odpowiedni numer kanału odczytany z widma. Stosując metodę regresji liniowej, otrzymujemy równanie krzywej kalibracyjnej. W przedstawionym przykładzie jest to równanie prostej y = ax + b (Rys. 1):

$$y = 0,0056x + 2,1268$$

Stała nachylenia a (0,0056 MeV = 5,6 keV)) to energia przypadająca na jeden kanał, natomiast wartość b wynosi 2,1268 MeV, która jest początkiem zakresu energetycznego naszego widma kalibracyjnego. Posiadając równanie krzywej kalibracyjnej jesteśmy w stanie

przypisywać energie badanych cząstkom α nieznanych radionuklidów poprzez znajomość numeru kanału, w którym energia ta występuje.



Rys. 1. Przykładowa krzywa kalibracji energetycznej spektrometru alfa

Energię przypadającą na jeden kanał możemy też obliczyć znając zakres energetyczny widma (np. od 2 do 9 MeV). W ten sposób możemy przypisać 1 kanałowi energię 2 MeV, natomiast kanałowi 1024 energię 9 MeV. W tym przypadku energia przypadającą na 1 kanał wynosi:

$$E_k = \frac{9-3 \text{ MeV}}{1024 \text{ kanały}} = 0,00585 \frac{\text{MeV}}{\text{kanał}} = 5,85 \frac{\text{keV}}{\text{kanał}}$$

Aparatura i materiały

- Spektrometr alfa
- Widmo A: ²³⁷Np, ²⁴¹Am i ²⁴⁴Cm
- Widmo B: nieznane radioizotopy

Instrukcja

1. Widmo A to spektrum pomiaru w spektrometrze alfa wzorca składającego się z 3 radioizotopów: ²³⁷Np, ²⁴¹Am i ²⁴⁴Cm. Większość radionuklidów w procesie rozpadu ma różne udziały energii tegoż rozpadu (MeV), ale zazwyczaj jedna z nich jest dominująca. Wśród danych impulsów w kanałach Widma A (Spectral Data Report), dla każdego z pików (zbiór rozpadów izotopu) należy wyszukać najwyższą liczbę impulsów (ilość rozpadów) i określić kanał, w którym została ona zarejestrowana. Prawdopodobieństwo pomiaru energii o maksymalnym udziale jest największe dla kanału, w którym jest zarejestrowana największą liczba rozpadów. Odszukany kanał,

w którym występuje największa liczba impulsów (rozpadów) jest charakterystyczny dla danego izotopu, w związku z tym należy przypisać mu wartość o maksymalnym udziale energii rozpadu cząstek alfa emitowanych przez ten izotop. Na podstawie tych wartości (kanał i przypisana mu energia) należy wykreślić krzywą kalibracji energetycznej, czyli zależność rejestrowanej wartości energetycznej od kanału analizatora.

2. Dla otrzymanych widm B należy wyznaczyć równania krzywej kalibracyjnej stosując otrzymane dane a następnie przeanalizować widma. Poprzez odnalezienie kanału, w którym zarejestrowana jest największa liczba impulsów (rozpadów) dla danego piku, należy wyznaczyć energię cząstek alfa dla danego piku wykorzystując równanie krzywej kalibracyjnej. Wartość tej energia odpowiada (jest zbliżona) wartości energii o maksymalnym udziale dla zmierzonego radionuklidu. Po określeniu wartości energetycznych, korzystając z tabeli wykazu radionuklidów, należy odszukać i określić zarejestrowane na widmie B izotopy alfa promieniotwórcze.