

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ОБЪЕМНОЙ АКТИВНОСТИ
ИЗОТОПОВ ПЛУТОНИЯ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ
АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

М.А. Дзик, С.П. Журавков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: mad15@tpu.ru

В современном мире радиоактивные изотопы невозможно определить какими-либо качественными химическими реакциями именно из-за этого возникает необходимость создания методики, которая бы позволяла решить данную проблему. В данной работе описан метод, который характеризуется предварительной радиохимической подготовкой проб для проведения процесса. Подготовка заключается в концентрировании изотопов Pu из водного образца на гидроксиде железа методом ионообменной хроматографии и приготовлением электролитическим способом счетного образца с последующим отделением от носителя и мешающих радионуклидов. Спектрометрический анализ α -частиц проводится с помощью α -спектрометра при помощи ионизационной импульсной камеры и специального полупроводникового поверхностно-барьерного детектора, которые позволяют преобразовывать энергию излучения в импульс электрической энергии с определенной амплитудой соответствующей данной энергии.

Измерения, проводимые в данной работе, выполнялись согласно инструкции по техническому использованию спектрометрической аппаратуры и при нормальных условиях (ГОСТ 15150-69). При температуре внешней среды $+25\pm 10$ °С, относительной влажности воздуха от 40 до 80 % и атмосферном давлении от 630 до 800 мм. рт. ст.

Выполнение работы.

Исследуемую водную пробу объемом 1 дм³ подкисляли концентрированной соляной кислотой до pH равного 1, затем, добавляли 1 дм³ перекиси водорода и 1 дм³ раствора изотопного индикатора – ²³⁹Pu. Раствор подвергался тщательному перемешиванию и кипячению под часовым стеклом в течении 20 минут до полного разрушения карбонатов.

После чего в стакан, который снимался с плитки, вносили объёмом 1 см³ раствор FeCl₃ (10 мг в расчёте на Fe) и осаждали гидроксиды, при этом параллельно добавлялся раствор аммиака для стабилизации pH среды в диапазоне от 8 до 9. Пробу нагревали до образования осадка, который после отстаивания в течении часа подвергался фильтрации на фильтре “белая лента” диаметром в 9 см. После фильтрации фильтрат утилизировался.

Осадок на фильтре растворялся в минимальном объеме (не более 15 см³) кипящей 7М HNO₃, которая приливалась небольшими порциями для того, чтобы захватить весь осадок. В полученный азотнокислый раствор вносили около 50 мг сухой соли азотнокислого натрия для перевода плутония в 4-х валентное состояние и перемешивали до прекращения выделения бурых паров окислов азота.

Подготовленный таким образом азотнокислый раствор переносили на хроматографическую колонку с анионообменной смолой - высота слоя смолы 10 см. Раствор пропускали через колонку со скоростью 1 капля в 4 секунды. Стакан обмывали 5 см³ 7М HNO₃ и промывной раствор также пропускали через колонку.

Затем смолу промывали последовательно растворами с объёмом по 50 см³ 7М HNO₃ и 10М HCl. Все фильтраты образовавшиеся в ходе промывки проходили дальнейшую утилизацию. Изотопы Pu вымывали раствором с объёмом в 20 см³ 10М HCl, которая была насыщена йодидом калия. После чего в образовавшийся раствор добавляли 1 см³ концентрированной HNO₃ и подвергали выпариванию досуха. Образовавшийся сухой остаток соли смачивали азотной кислотой и снова выпаривали досуха.

Остаток в стакане растворяли в объёме 10 см³ 1-% раствора трилона Б и добавляли по 1 см³ насыщенного раствора щавелевокислого аммония и 25-% раствора хлористого аммония. Кислотность среды в образовавшемся растворе доводили до диапазона от 3 до 4 добавлением 7М HNO₃, после чего полученный раствор переводился в электролитическую ячейку. Стакан из-под раствора подвергался промыванию дистиллированной воды объёмом 8 см³, после чего промывные воды направлялись к основному раствору в ячейке.

Процесс электроосаждения изотопов Pu проводился в течении 30 минут на подложку-диск сделанный из нержавеющей стали диаметром 34 мм при постоянном токе мощностью в 2,0 А.

В ходе протекания процесса кислотность раствора контролировалась с помощью универсальной индикаторной бумаги и поддерживалась на уровне в диапазоне от 3 до 4 путём добавления растворов NH₄OH или 7М HNO₃. В процессе выкипания раствора прибавляли дистиллированную воду для доведения раствора до исходного объёма. Перед окончанием процесса осаждения устанавливалась кислотность среды больше 7 путём добавления аммиака, после чего отключали ток, извлекали диск промывая его дистиллированной водой и сушили на воздухе.

Полученный препарат (счётный образец) передавали на измерения на α -спектрометре.

Таб. 1 Интервалы значений объемной активности, полученные на α -спектрометре.

Наименование изотопа	Объемная активность, Бк/дм ³
Pu ²³⁸	0,046; 0,065
Pu ²³⁹⁺²⁴⁰	0,130; 0,173

В данной работе была представлена методика определения изотопов плутония 238, 239+240 в природных водах и получены результаты исследований счетного образца на альфа-спектрометре. В результате минимальная объемная активность Pu²³⁸ составила 0,046 Бк/дм³, а максимальная – 0,065 Бк/дм³, тогда как для Pu²³⁹⁺²⁴⁰ минимальное значение начинается с 0,130 Бк/дм³, а максимальное значение активности равняется 0,173 Бк/дм³.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Изотопы: свойства, получение, применение. В 2 т. Т. 1 / под ред. В. Ю. Баранова – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. – 728 с.
2. Изотопы: свойства, получение, применение. В 2 т. Т. 2 / под ред. В. Ю. Баранова – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. – 728 с.
3. Полинг Л. Общая химия: учебник для вузов – 3-е изд., под ред. М. Х. Карапетьянца – М.: Мир, 1974. – 850 с.