**Всесоюзное производственно-научное объединение
по агрохимическому обслуживанию
сельского хозяйства "Союзсельхозхимия"**

**Центральный институт агрохимического обслуживания
сельского хозяйства (ЦИНАО)**

УТВЕРЖДАЮ:
Председатель объединения
"Союзсельхозхимия"
А.Т.Гуленко
"27" июля 1990 г.
Вводится в действие
с 1 января 1992 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИЗОТОПОВ ПЛУТОНИЯ В ПОЧВАХ И РАСТЕНИЯХ

Москва — 1991

gost.e-ecolog.ru

В методических указаниях изложены методы отбора и подготовки проб почвы и растений для проведения радиохимического анализа. В основу метода анализа заложено использование комбинации ионного обмена и соосаждения изотопов плутония с гидроксидом или фторидом церия и применения альфа-спектрометрии для их количественного определения.

Методические указания подготовили: кандидат химических наук Орлов П.М., кандидат химических наук Кузнецов А.В., кандидат технических наук Андриевский Е.И., Муллануров Г.Р. (ЦИНАО), доктор химических наук Павлоцкая Ф.И., Горяченкова Т.А. (ГЕОХИ АН СССР).

Методические указания утверждены Межведомственной комиссией АПК по ликвидации последствий аварии на ЧАЭС 12 февраля 1991 г.

Редакционная коллегия: Л.М.Державин (главный редактор), М.А.Флоринский (зам.главного редактора), Н.И.Акулова, Е.Н.Ефремов, Ю.М.Логинов, М.И.Лунев, В.Г.Сычев, Н.И.Стороженко.

© Центральный институт агрохимического обслуживания сельского хозяйства (ЦИНАО), 1991 г.

Содержание

1. Общие положения 141
2. Оборудоване, посуда, реактивы 141
3. Отбор проб почвы и растений 143
4. Подготовка проб для проведения радиохимического анализа 147
5. Ход анализа 149
6. Подготовка альфа-спектрометра к изиерениям и измерение альфа-спектров 151
7. Обработка результатов 154
8. Требования по технике безопасности 155
9. Литература 156

1. Общие положения.

В число задач проектно-изыскательских станций химизации входит обследование почв и продукции растениеводства на содержание в них долгоживущих радионуклидов. Особую актуальность эта работа приобрела после аварии на Чернобыльской АЭС, в результате которой в окружающую среду было выброшено значительное количество продуктов деления, активации и трансурановых элементов.

Еще ранее перед ЦИНАО была поставлена задача — внедрить в систему комплексного мониторинга унифицированные методы контроля содержания тяжелых металлов и радионуклидов, включая трансурановые, оценки их накопления в почвах и растениях сельхозугодий и разработать рекомендации по их снижению. Решение этой задачи в части радиологического контроля сводилось к определению цезия 137 и стронция-90 в почвах и растениях. Контроль за содержанием трансурановых элементов не производился. Между тем большинство трансурановых элементов относится к группе наиболее токсичных радионуклидов, из которых экологически значимым является плутоний.

В основу методических указаний заложен метод определения плутония в почве, разработанный Ф.И.Павлоцкой с сотрудниками [1] и модифицированный в ЦИНАО для массового анализа объектов сельскохозяйственного производства.

2. Оборудовании, посуда, реактивы.

2.1. Оборудование:

- устройство спектрометрическое СЭА-01. ТУ 95.1107-83;
- анализатор импульсов АИ-1024-95. ТУ 95.1019-82;
- ротационный вакуумный насос;
- насос водоструйный;
- комплект образцовых спектрометрических альфа-источников ОСАИ 2 разряда. ТУ 95.704-80;
- колонки хроматографические стеклянные — внутренний диаметр 10 мм, рабочая длина 160 мм;
- мельница для размола проб типа «Рига»;
- печь муфельная типа «СНОЛ»;
- сита почвенные (комплект);
- дозиметр ДРГ-01Т ГБ2.805.001 ТУ;
- воронка разборная.

2.2. Материалы:

- палочки стеклянные;
- палочки тефлоновые;

– фильтры бумажные беззольные диаметром 110, 150, 180 мм «белая лента». ТУ 6-09-1678-77;
– фильтры ядерные, диаметр пор 0,10-0,15 мкм.

2.3. Посуда:

– воронки стеклянные по ГОСТ 8613-75 диаметром 60 и 100 мм;
– колбы конические термостойкие вместимостью 500 $см^3$;
– колбы мерные вместимостью 50 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74;
– стаканы химические термостойкие вместимостью 50, 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 10394-72;
– стекла часовые (фторопласт по ТУ 95-173-7В) диаметром 12,5-15 см;
– тигли из никеля или корунда вместимостью 100 $см^3$;
– цилиндры мерные вместимостью 25, 100, 500 мл по ГОСТ 1770-64.

2.4. Реактивы:

– аммония гидроксид 25%-ный раствор, не содержащий CO_2 — готовится отгонкой или растворением газообразного аммиака или другими методами, принятыми в практике радиологических подразделений ОПИСХ;
– вода дистиллированная по ТУ б-09-2502-77;
– кислота азотная плотностью 1,38 г/$см^3$ (13,8 моль/$дм^3$) по ГОСТ 4461-77, хч;
– кислота азотная 7,5 моль/$дм^3$ готовится из 13,8 моль/$дм^3$ азотной кислоты путем добавления 543,5 $см^3$ 13,8 моль/$дм^3$ азотной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доведением объема до 1000 $см^3$ дистиллированной водой;
– кислота азотная 0,3 моль/$дм^3$ готовится из 13,8 моль/$дм^3$ азотной кислоты путем добавления 21,8 мл 13,8 моль/$дм^3$ азотной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доведением объема до 1000 $см^3$ дистиллированной водой;
– кислота соляная плотностью 1,19 г/$см^3$ по ГОСТ 3118-77, 12,4 моль/$см^3$, хч;
– кислота соляная 10 моль/$дм^3$ готовится из 12,4 моль/$дм^3$ соляной кислоты путем добавления 813 $см^3$ 12,4 моль/$дм^3$ соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доведением объема до 1000 $см^3$ дистиллированной водой;
– смола ионообменная, анионит ВП-1АП по ГОСТ 20301-

74;

- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-72;
- натрий азотистокислый по ГОСТ 4197-74, хч;
- кислота фтористоводородная концентрированная по ГОСТ 10484-78, чда;
- водорода перекись по ГОСТ 10929-76, хч;
- церий (Ш) азотнокислый, 6-водный, ТУ 6-09—4081-75, чда;
- раствор церия азотнокислого с концентрацией 50 мкг/мл по церию;
- в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносится 15,5 мг $Ce(NO_3)3 \times 6\ H_2O$ и доводится до метки 0,3 моль/$дм^3$ азотной кислотой.

3. Отбор проб почв и растений.

Метод отбора проб почвы и растений для определения плутония основан на «Инструкции по наземному обследованию радиационной обстановки на загрязненной территории» [2].

3.1. Отбор проб почвы на сельскохозяйственных угольях.

3.1.1. Пахотные сельскохозяйственные угодья.

Почвенные и растительные пробы на пахотных сельхозугодьях рекомендуется отбирать до начала весенне-полевых работ и непосредственно перед уборкой урожая.

Отбор почвенных и растительных образцов следует проводить таким образом, чтобы максимально охватить территории с различными плотностями загрязнения, основные виды угодий, типы и подтипы почв, элементы рельефа.

Рекомендуются следующие нормативы при отборе одного смешанного образца:

Плотность загрязнения ^{137}Cs, Ки/$км^2$	Максимальная площадь территории для получения одного смешанного образца
До 1	5 элементарных участков на район
1-7	1 элементарный участок на хозяйство
7-15	1 элементарный участок на 400 га
15-40	1 элементарный участок на 100 га
Более 40	1 элементарный участок на 50 га

Элементарным участком является поле (отдельный обрабатываемый участок,занятый одной культурой). Элементарные участки (поля выбирают так, чтобы они был наиболее типичными по основным агроэкологическим признакам для данного района: типы почв, элементы рельефа, сельскохозяйственное использова-

ние.

Перед отбором проб на элементарном участке производятся 2 измерения гамма-фона с помощью приборов ДП-5В и ДРГ-01Т на высоте 1 м и 3-4 см над поверхностью почвы в 5-6 равномерно распределенных точках. В случае обнаружения аномалий рельефа (западины, лощины и др.) необходимо охарактеризовать участок дополнительными измерениями гамма-фона. Результаты измерений записываются в журнале и на этикетке, прилагаемой к пробе.

Каждая проба, отобранная на элементарном участке, составляется из 10 или большего числа индивидуальных проб, отобранных равномерно по всей площади элементарного участка. В случае отбора проб буром, число уколов зависит от диаметра его рабочей части. В случае отбора проб лопатой, проба отбирается на глубину пахотного горизонта. Все пробы, отобранные на элементарном участке, объединяются и методом квартования из всей массы индивидуальных проб отбирается смешанная проба массой не менее 2 кг.

Отобранная в пределах элементарного участка проба помещается в полиэтиленовый мешок, который помещают во второй полиэтиленовый мешок и заворачивают в плотную бумагу. Между полиэтиленовым мешком и бумагой кладется паспорт установленного образца.

При отборе почвенных проб в плодовых и ягодных насаждениях элементарные участки выделяют после деления всего сада или плантации на 4 части. При этом каждая часть представляет собой элементарный участок. Индивидуальные пробы отбирают на глубину основной обработки почвы.

Смешанный образец готовится из индивидуальных проб методом квартования. Смешанный образец должен иметь массу не менее 2 кг.

3.1.2. Непахотные сельскохозяйственные угодья.

Для определения уровней загрязнения плутонием непахотных сельхозугодий (луга, пастбища, сенокосы) методика отбора проб почвы состоит в следующем:

- перед отбором проб на участке размером приблизительно 100 х 100 м производится радиометрический контроль. Измерение мощности гамма-дозы проводится по периметру обследуемого участка и по двум ортогональным диагоналям. Проводят 2 измерения на высоте 1 м и 3-4 см от поверхности почвы приборами ДП-5В и ДРГ-01Т. Продолжительность каждого измерения на ДП-5В на поддиапазоне 0,1 должна составлять не менее 1 мин, на

поддиалазоне 1 составляет 45 сек;

- места отбора проб почвы следует выбирать, руководствуясь следующими требованиями:
  - ✓ отбор проб проводится в местах с ненарушенной после формирования радиоактивного загрязнения поверхностью почвы при отсутствии признаков смыва или намыва поверхностного слоя почвы за то же время;
  - ✓ предпочтение следует отдавать задернованным местам, протяженность которых не менее 5 м. Следует избегать отбора почвы на песчаных участках, лишенных травяной растительности;
  - ✓ место для отбора проб должно быть ровным, однородным, открытым. Расстояние от окружающих строений и деревьев должно составлять не менее 2-х их высот. Место отбора пробы должно располагаться на расстоянии не менее 20 м от грунтовых дорог;
- на участке выбирается 5 мест с наиболее часто наблюдаемыми значениями мощности дозы (при мощности дозы во всех точках обследуемого участка менее 0,025 мР/ч по ДП-5В или менее 100 мкР/ч по ДРГ-01Т допускается отбор 1-2 проб в местах наибольшего значения мощности дозы). Места отбора проб выбирают так, чтобы одно из мест было ближе к центру участка, а остальные 4 к его периферии. Если на обследуемом участке попадаются отдельные места, для которых мощность дозы превышала наиболее часто наблюдаемое значение больше чем в 2 раза, то в этих местах отбирают дополнительные пробы;
- перед отбором пробы проводят измерение мощности дозы на высоте 3-4 см над поверхностью почвы в месте предполагаемого отбора. Проба может быть отобрана только в том случае, если при таком измерении мощность дозы будет отличаться от результатов измерений на высоте 1 м не более чем в 1,5 раза;
- отбор проб производится следующим образом: а) в первый и второй год после загрязнения местности стандартным металлическим кольцом диаметром 140 мм и высотой 50 мм; б) в третий и последующие годы используются стандартные кольца, размещенные в специальном кондукторе (кондуктор должен иметь заостренную нижнюю кромку, высоту, достаточную для размещения внутри него всего комплекта колец, и внутренний диаметр, превышающий внешний диаметр используемых колец не более чем на 3 мм). Трава продевается в пробоотборник

(кольцо или кондуктор с кольцами), который забивается в почву молотком до верхней кромки. Кольцо с почвой подкапывается лопаткой, аккуратно подрезается по нижней кромке пробоотборника (желательно закрывать с обеих сторон крышками), помещается в полиэтиленовый мешок или заворачивается в полиэтиленовую пленку. Проба в мешке долина быть плотно завернута в бумагу и перевязана шпагатом. При отборе проб кондуктором кольца с почвой извлекаются из кондуктора и упаковываются стандартным образом;

- между полиэтиленовым мешком и бумагой вкладывается «Паспорт...», на бумаге, в которую завернута проба вместе с «Паспортом...», наносится номер пробы и указывается административный район, в котором она отобрана. Затем проба помещается в контейнер, препятствующий перемещению пробы во время транспортировки.

При радиационном обследовании местности на содержание плутония в почвах для аварийных ситуаций все 5 проб измеряются на гамма-спектрометре.

Если имеется 6-я проба, отобранная в точке с максимальной мощностью дозы, то она измеряется и анализируется отдельно.

Для радиохимического анализа из 5 проб выбирается проба наиболее близкая по содержанию ^{144}Ce к среднему значению.

Отбор растительных проб.

Растительные пробы отбирают одновременно с почвенными. Отбор трав, зерновых и зернобобовых культур производят следующим образом. На месте отбора индивидуальной почвенной пробы выделяют участок 1 $м^2$. На этом участке срезается растительность. Высота среза растений не должна быть меньше 3 см от поверхности почвы. В случае низкой урожайности трав следует увеличить площадь отбора до величины, гарантирующей отбор смешанного образца не менее 1 кг.

Смешанный растительный образец упаковывают в плотную бумагу и снабжают этикеткой. Номер растительного образца должен соответствовать номеру почвенного образца.

В полевом журнале указывается культура, фаза вегетации, площадь, с которой произведен отбор (для трав и зерновых) или количество отобранных растений.

Формы полевых журналов и сопроводительного талона устанавливаются республиканскими агропромышленными комитетами.

4. Подготовка проб для проведения радиохимического анализа.

В основу пробоподготовки почв для проведения радиохимического анализа по определению изотопов плутония взята методика пробоподготовки [3]. Этот выбор обусловлен тем, что предлагаемый метод пробоподготовки обязателен для всех организаций, выполняющих радиохимические анализы объектов окружающей среды, подвергшихся радиоактивному загрязнению от аварии на ЧАЭС.

4.1. Пробы почв, отобранные на непахотных сельскохозяйственных угодьях (кольца).

Проба из выбранного для радиохимического анализа кольца может быть подготовлена одним из следующих способов:

1. Пробу вынимают из кольца, взвешивают целиком с растительным покровом, высушивают до воздушно-сухого состояния и снова взвешивают. Пробу прокаливают целиком при температуре 550-650°С в течение 6-8 ч до полного удаления органического вещества. Периодически пробу вынимают из печи и перемешивает. Прокаленную почву взвешивают.

   Методом квартования отбирают 3 аликвоты массой до 100 г каждая и измеряют их гамма- или суммарную бета-радиоактивность.

   Проба считается хорошо гомогенизированной, если результаты измерений не различаются более чем в 1,5 раза от среднего значения. Если различия превышают указанную величину, то повторяют перемешивание, квартование и отбор 3 аликвот.

   Для радиохимического анализа отбирают среднюю пробу (10-20 г) в пересчете на воздушно-сухую пробу. Масса образца для анализа оценивается по данным гамма-спектрометрического анализа или суммарной бета-радиоактивности.

   При использовании гамма-спектрометрии целесообразно руководствоваться содержанием ^{144}Ce в пробе.

2. Пробу вынимают аккуратно из кольца, взвешивают, условно делят на 4 сегмента, из каждого сегмента на всю глубину отбирают равное количество кернов одинакового диаметра, из которых составляют навеску 10-20 г. Навеска проверяется на гамма-радиоактивность или суммарную бета-радиоактивность. Если результаты измерений между отобранной навеской и оставшейся пробой не различаются более чем в 1,5 раза, то она берется для анализа.

Если различия превышают указанную величину, то навеску составляют из других кернов, пока не достигнут требуемого минимума различия радиоактивности навески с исходной почвой. Важно, чтобы проба была составлена из кернов, отобранных на всю глубину пробы. Далее пробу озоляют.

3. Для изучения вертикальной миграции почву постепенно выдавливают из кольца и режут на сантиметровые слои почвенным ножом, слои взвешивают и полностью озоляют. Перед озолением каждый слой измеряют на гамма-спектрометре. Озоление проводят согласно изложенному выше.

Минерализованную почву из каждого слоя тщательно перемешивают и отбирают навеску 10-20 г для радиохимического анализа.

4.2. Пробы почв, отобранные на пахотных сельскохозяйственных угодьях.

Объединенную пробу массой 2 кг высушивают до воздушно-сухого состояния, взвешивают, измельчают на мельнице и просеивают через сито с диаметром отверстий 2 мм. Методом квартования отбирают 3 аликвоты массой 10-20 г и измеряют их гамма- или суммарную бета-радиоактивность. Если результаты измерений различаются более чем в 1,5 раза от среднего значения, то повторяют перемешивание и квартование до получения хорошо гомогенизированной пробы. Далее проводят озоление при температуре 550-650°С и озоленные аликвоты поступают на радиохимический анализ.

4.3. Пробы растений.

Объединенную пробу растений массой 1 кг высушивают до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу растения измельчают, взвешивают и озоляют в лотке из нержавеющей стали, сначала примерно при температуре 200°С в течение 1 ч, а затем при температуре 550-650°С до получения постоянной массы золы. Второе озоление до так называемой «белой золы» проводят в фарфоровой чашке или тигле в муфельной печи. Вся операция озоления может длиться несколько суток. Коэффициент озоления (отношение массы «белой золы» к массе воздушно-сухой пробы растения) записывают в рабочий журнал.

Из всей массы золы методом квартования отбирают 3 аликвоты массой 5 г и измеряют их гамма- или суммарную бета-радиоактивность. Если результаты измерений различаются более чем в 1,5 раза от среднего значения, то повторяют перемешивание и квартование до получения хорошо гомогенизированной

пробы. Навески,удовлетворяющие поставленному условию, поступают на радиохимический анализ.

5. Ход анализа.

1. Навеску озоленной почвы (10-20 г) помещают в тефлоновый или стеклоуглеродный стакан вместимостью 50-100 $см^3$, смачивают водой, добавляют 5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 20 $см^3$ концентрированной плавиковой кислоты,и упаривают досуха на плитке с закрытой спиралью или песчаной бане, далее проводят отдымление твердого остатка до прекращения выделения белых паров четырехфтористого кремния на той же плитке или песчаной бане.

2. К сухому остатку приливают 20-50 мл 7,5 моль/$дм^3$ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и кипятят на асбесте или на плитке с закрытой спиралью в течение 30 мин. Далее фазы разделяют центрифугированием или фильтрованием через фильтр «белая» или «синяя» лента. Остаток снова заливают 7,5 моль/$дм^3$ азотной кислоты и повторяют операцию, извлечения плутония.

3. Промывают остататок 20-50 $см^3$ 7,5 моль/$дм^3$ азотной кислоты, центрифугируют или фильтруют. Промывной и основной растворы объединяют.

4. В анализируемый раствор вносят нитрит натрия из расчета 250 мг на 100 $см^3$ раствора. Далее раствор доводят до кипения на электроплитке с закрытой спиралью и выдерживают при температуре 90°С на водяной бане в течение 1 ч при периодическом перемешивании до прекращения выделения пузырьков или паров окислов азота.

5. Раствор пропускают через колонку с анионитом ВП-1АП (масса анионита 4 г в воздушно-сухом состоянии, размеры зерен 0,25-0,5 мм, размеры колонки 160х10 мм) со скоростью 2-3 мл/мин. Анионит подготавливают следующим образом:

- анионит предварительно заливают дистиллированной водой (5-кратный объем воды по отношению к смоле) и оставляют его на 2-3-е суток при периодической смене воды;
- обрабатывают 3-кратным количеством 7,5 моль/$дм^3$ азотной кислоты, выдерживают при температуре 80°С в течение 1 ч до полного удаления железа (реакция с роданидом аммония), декантируют и заливают дистиллированной водой. Хранится анионит в таком состоянии;
- непосредственно перед пропусканием анализируемого раствора смолу загружают в колонку и пропускают через нее

150 см^3 7,5 моль/дм^3 азотной кислоты.

6. После пропускания анализируемого раствора через колонку последнюю промывают 150 см^3 7,5 моль/дм^3 азотной кислоты и 100 см^3 10 моль/дм^3 соляной кислоты (при анализе больших навесок почвы -50 г и более или почв с повышенным содержанием железа количество соляной кислоты следует увеличить до 200 см^3). Снова промывают колонку 100 см^3 7,5 моль^3/дм^3 азотной кислоты.

7. Затем элюируют Pu раствором 25 см^3 0,01 моль/см^3 плавиковой кислоты в 0,35 моль/дм^3 HNO_3 со скоростью 1-1,5 см^3/мин. Отбрасывают первые 2-3 см и собирают следующие 25 см^3 в колбу. Полученный элюат готов для приготовления альфа-спектрометрической мишени.

8. В полученный раствор вносят 1 см^3 раствора азотнокислого церия концентрацией 50 мкг/см^3 в пересчете на металл, добавляют 1 см^3 перекиси водорода и доводят до кипения на асбесте.

9. В горячий раствор добавляют по каплям безугольный аммиак до pH = 7-8 по универсальной индикаторной бумаге до появления бледно-желтой окраски раствора и выделения пузырьков кислорода.

10. Полученный раствор фильтруют через лавсановый ядерный фильтр с диаметром пор 0,12-0,17 мкм при помощи водоструйного насоса и разборной воронки. Скорость фильтрации 1 капля в секунду.

11. Осадок на фильтре промывают дистиллированной водой,фильтр извлекают из разборной воронки, высушивают на воздухе на фильтровальной бумаге, наклеивают на металлическую подложку и измеряют на альфа-спектрометре.

12. В процессе фильтрации возможно появление белых хлопьев или помутнение раствора, при этом резко падает скорость фильтрации. В этом случае следует провести фильтрацию до конца, полученный осадок на фильтре растворить в 20 мл 0,3 моль/дм^3 азотной кислоты, полученный раствор перенести в тефлоновый стакан вместимостью 50 мл и добавить 2 мл концентрированной плавиковой кислоты.

13. Через 30 мин провести фильтрование через лавсановый ядерный фильтр (фторид церия имеет белую окраску и поэтому на фильтре практически незаметен).

14. Промыть осадок дистиллированной водой, извлечь фильтр из разборной воронки, высушить на воздухе на фильтровальной бумаге, наклеить на металлическую подложку и измерить на альфа-спектрометре.

6. Подготовка альфа-спектрометра к измерениям и измерение альфа-спектров.

Спектрометрическое определение изотопов плутония основано на получении энергетических спектров альфа-излучения исследуемых мишеней (образцов) с последующей их идентификацией относительно спектрометрических альфа-источников (комплект ОСАИ).

Измерение альфа-спектров следует проводить на отечественном альфа-спектрометре СЭА-01 в сочетании с анализатором импульсов АИ-1024 любой модификации.

6.1. Подготовка альфа-спектрометра к работе.

Подготовка альфа-спектрометра к работе включает следующие этапы:

- сочленение блоков альфа-спектрометра;
- опробывание установки;
- оценку спектрометрических параметров и градуировку в соответствии с инструкцией по эксплуатации составных частей спектрометра по ГОСТ 26874-86 (СТ СЭВ 5053-85) «Спектрометры энергий ионизирующих излучений. Методы измерения основных параметров» [4].

Опробывание производится после прогрева установки (30 мин) и подачи рабочего напряжения на детектор (оптимальная величина напряжения указывается в паспорте детектора).

С генератора импульсов (например, Г5-53) на разъем предусилителя «вход генератора» подаются импульсы требуемой полярности, экспоненциальной формы и с амплитудой 100 мв. Импульсы должны проходить через весь усилительный тракт спектрометра и регистрироваться амплитудным анализатором. На этом этапе оценивается возможность усиления и экспандирования сигнала соответствующими органами управления. Набирается спектр не менее 1000 импульсов в максимуме амплитудного распределения, которое должно иметь форму, близкую к симметоичной.

6.2. Градуировка альфа-спектрометра и оценка его метрологических характеристик.

Градуировка спектрометра включает в себя: проверку линейности спектрометрического тракта в исследуемом диапазоне энергий; определение энергетической цены канала, энергетического разрешения, эффективности счета, интегральной нелинейности, которые проводятся согласно методике проверки альфа-спектрометров [4].

6.2.1. Определение линейной характеристики.

Данная характеристика определяется, в частности, для уста-

новления количественной связи между энергией альфа-частиц эталонных источников излучения (набор ОСАИ, собственное энергетическое разрешение не более 20 кэв по паспорту) и номером канала многоканального анализатора, в котором регистрируются сигналы от этих частиц. Для этой цели в течение 5-10 мин производится набор спектра от альфа-частиц ^{233}U (Ea = 4,77, 4,82 мэв) (N_1), ^{239}Pu (Ea = 5,15 мэв) (N_2), ^{233}Pu. (Ea =5,55 мзв) (N_3).

Строят график зависимости N = (Ea). Графически или аналитически соответствующая связь представляется обычно в виде прямой линии.

$$N = A + BE,$$

где N — номер канала;

E — энергия альфа-частиц, мэв;

A и B — коэффициенты, которые, в частности, могут быть определены методом наименьших квадратов.

6.2.2. Определение энергетической цены канала.

Определение энергетической цены канала (5) установления количественного соответствия между спектрометра и энергией альфа-частиц, сигналы от которых регистрируются в этих каналах.

Для этой цели регистрируется излучение ^{233}U (N_1) и ^{238}Pu (N_3) и величина S определяется по формуле:

$$S = \frac{E_{03} - E_{01}}{N_3 - N_1}$$

где N_1 и N_3 — номера каналов, на которые приходятся максимумы в спектрах альфа-излучения ^{233}U и ^{238}Pu соответственно;

E_{01} и E_{03} — табличные данные энергии альфа-частиц ^{233}U и ^{238}Pu. Из изложенного следует, что величина S равна коэффициенту B в линейной характеристике альфа-спектра (по п.6.2.1).

6.2.3. Определение энергетического разрешения.

Одной из важнейших характеристик альфа-спектрометра является его энергетическое разрешение. В частности, оно характеризует возможность и точность определения радионуклидов при наличии на мишени нескольких альфа-излучающих радионуклидов с близкими энергиями альфа-частиц.

Для определения энергетического разрешения производися набор спектра от источников ^{239}Pu из комплекта ОСАИ (число импульсов в максимуме спектра должно быть при этом не менее 2000), измеряется ширина пика ($A_П$ — число каналов) на половине высоты максимума пика ^{239}Pu и рассчитывается энергетиче-

ское разрешение по фпрмуле:

$$\eta = \Delta\pi \cdot S$$

где η — энергетическое разрешение;

$\Delta\pi$ — ширина пика на полувысоте, число каналов;

S — энергетическая цена канала.

6.2.4. Определение эффективности счета.

Эффективность счета (эффективность регистрации) альфа-спектрометра определяется по результатам набора спектра от источника ^{239}Pu из комплекта ОСАИ следующим образом:

- производится набор спектра от источника ^{239}Pu из комплекта ОСАИ (число импульсов в максимуме спектра должно быть не менее 1000);
- производится суммирование набранных импульсов в интервале энергий 5100-5200 кэв;
- расчитывается эффективность по формуле:

$$F = \frac{N \cdot 100}{A_0 \cdot t},$$

где F — эффективность счета, %;

t — время измерения, сек;

A_0 — активность (паспортная) эталонного источника ^{239}Pu, Бк;

N — количество импульсов, зарегистрированных в интервале энергий 5100-5200 кэв.

6.2.5. Определение интегральной нелинейности.

Интегральная нелинейность ($\sigma_{и.н.}$, кэв) определяется по разности энергий между табличными значениями (E_{oi}) источников излучения из набора ОСАИ с их расчетными значениями (E_{oi}), получаемыми на основании линейной зависимости (п.6.2.1.): $N = A + BE$.

Для этой цели в течении 10 минут производится набор спектра от альфа-частиц ^{233}U, ^{239}Pu, ^{238}Pu, определяются каналы, в которых находятся максимумы спектра. Для каждого из этих трех каналов (N_1, N_2, N_3) расчитываются энергии (E_1, E_2, E_3) по формуле N = A + BE. Определяются разности $E = \left(E_{233_{U}} - E\right)$, $E = \left(E_{239_{Pu}} - E_2\right)$, $E = \left(E_{238_{Pu}} - E_3\right)$, а затем выбирается максимальное значение $\Delta E_{макс}$.

Интегральная нелинейность определяется по формуле:

$$\sigma_{и.н.} = (\Delta E_{макс} + 0{,}5S),$$

где $\sigma_{и.н}$ — интегральная нелинейность, кэв;

S — энергетическая цена канала (П.6.2.2);

0,5 — коэффициент, учитывающий неопределенность положения максимума амплитудного распределения при ручной обработке спектра, обусловленную дискретностью шкалы многоканального анализатора.

Определение линейной характеристики, энергетической цены канала и эффективности счета производится непосредственно перед каждой серией измерений или при каждом включении спектрометра.

Определение энергетического разрешения, интегральной нелинейности производится при изменении условий измерения (изменения коэффициента усиления, напряжения на детекторе и т.д.), но не реже 1 раза в квартал.

6.3. Количественное определение изотопов плутония

После определения метрологических характеристик спектрометр используется для выполнения серийных анализов. Измерения проводятся без изменения положения органов управления спектрометром и расстояния детектора от препарата (в блоке детектирования).

В блок детектирования, помещается мишень, приготовленная в соответствии с разделом 5; блок вакуумируется и производится набор спектра. Время набора определяется активностью препарата и может варьировать от нескольких часов до нескольких суток.

Набранный спектр выводится на графопостроитель или цифропечать и обрабатывается согласно разделу 7.

7. Обработка результатов.

7.1. Обработка альфа-спектров.

Предметом обработки могут быть спектры, полученные с использованием графопостроителя или же поканальные распечатки результатов.

Обработка альфа-спектра заключается в определении границ и площадей пиков, соответствующих изотопам Pu-239, 240 и Pu-238.

Для этой цели по уравнению (п.6.2.1.) определяют каналы, которые соответствуют энергии E_1 = 5100 кэв (N_1) и энергии E_2=5200 кэв (N_2), энергии E_3=5400 кэв (N_3) и энергии E_4=5600 кэв (N_4).

Для определения количества импульсов (площадь пика), зарегистрированных от изотопов Pu-239, 240, произвести суммирование импульсов в интервале каналов (N_1-N_2), а от Pu-238 в интервале (N_3-N_4).

7.2. Расчет содержания плутония в анализируемой пробе.

Расчет содержания плутония в анализируемой пробе производится по формуле:

$$A = \frac{N \cdot K_1}{M \cdot W \cdot F \cdot t \cdot K_2},$$

где N — количество импульсов, зарегистрированных в интервале (N_1-N_2) — для изотопов плутония-239,240 или в интервале (N_3-N_4) для плутония — 238;

K_1 — коэффициент озоления;

M — масса озоленной пробы, взятой на анализ, кг;

W — химический выход плутония;

F — эффективность счета (определяется по п.6.2.4);

t — время набора (измерения) спектра, сек;

K_2 — степень извлечения плутония из анализируемой пробы.

В приведенной формуле остаются неопределенными коэффициенты:

W — химический выход плутония и K_2 — степень извлечения плутония из почвы.

Многократный анализ проб почвы и растений с введением радиоактивной метки Pu -236 в интервале концентраций 0,1-50 Бк/кг показал, что химический выход изотопа ^{239}Pu несущественно зависит от типа почвы, вида растений и концентрации Pu и в среднем составляет 67±7% с доверительной вероятностью 0,95. Поэтому при отсутствии контроля по радиоактивной метке за выходом плутония мы рекомендуем принимать численное значение химического выхода 0,67. Коэффициент извлечения плутония из почвы зависит от способа ее обработки. В предлагаемом нами кислотном извлечении плутония из почвы степень извлечения составляет по данным, опубликованным в литературе, не менее 0,95 [5]. По нашим данным, при анализе почв, подвергшихся радиоактивному загрязнению от аварии на ЧАЭС, степень извлечения плутония из почвы предлагаемым способом составляла 0,65.

8.Требования по технике безопасности.

8.1. При выполнении анализов следует соблюдать требования «Основных правил безопасной работы в химических лабораториях», утвержденных Госкомитетом химической промышленности при Госплане СССР, «Основных санитарных правил работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизи-

рующих излучений ОСП-72/80» и «Норм радиационной безопасности НРБ-76» (М., Энергоиздат, 1981). Помещения лаборатории должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021-75.

8.2. Требования к квалификации операторов. К работе допускаются агрохимики, имеющие среднее или высшее специальное химическое образование, не моложе 18 лет.

Литература

1. Павлоцкая Ф.И., Горяченкова Т.А., Федорова З.М., Емельянов В.В., Мясоедов Б.Ф. Методика определения плутония в почве/Радиохимия. — 1986. — № 4. — С. 460-467.
2. Инструкция по наземному обследованию радиационной обстановки на загрязненной территории/Инструкция и методические указания по оценке радиационной обстановки на загрязненной территории. М.:Госкомгидромет, 1989. — С. 3-20.
3. Подготовка проб почв для проведения радиохимического анализа/Инструкция и методические указания по оценке радиационной обстановки на загрязненной территории. М.:Госкомгидромет,1989. — С. 39-40.
4. ГОСТ 26874-86 (СТ СЭВ 5053-85). Спектрометры энергий ионизирующих излучений. Методы измерения основных параметров. М.: Изд-во стандартов, 1989.
5. Астауров В.И., Землянухина Н.А. Определение плутония в объектах окружающей среды и биологических материалах/Радиохимия. — 1984. — XXVI, № 1. — С. 119-133.

gost.e-ecolog.ru