



**Аспекты применения  
жидкосцинтилляционной спектрометрии.  
Результаты профессионального теста  
МАГАТЭ-2010-3**

**Каширин И.А., Малиновский С.В., Маслов Ю.А.,  
Куракина Е.В., Доскинеску Е.Б.,  
Тихомиров В.А.**

***ГУП Мос НПО «Радон», Москва***

**Профессиональный тест МАГАТЭ-2010-3**  
**«Определение природных радионуклидов  
в воде и Ra-226 в почве»**

<b>Наименование пробы</b>	<b>Определяемые радионуклиды</b>	<b>Характеристика пробы</b>
<b>IAEA-01</b>	$^{226}\text{Ra}$	<b>Водный раствор</b>
<b>IAEA-02</b>	$^{234}\text{U}$	
<b>IAEA-03</b>	$^{238}\text{U}$	
<b>IAEA-04</b>	$\sum\alpha$	<b>Водный раствор</b>
<b>IAEA-05</b>	$\sum\beta$	
<b>IAEA-06</b>	$^{226}\text{Ra}$	<b>Почва</b>

**Декабрь 2010 - апрель 2011 г.**

**IAEA-  
2010-3**

## Оборудование

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

Жидкостинтилляционный  $\alpha$ -спектрометр “PERALS”  
(Ordela, USA)

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

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

### ЖС-коктейли:

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

### Экстрактивные коктейли и экстрагенты:

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

### Образцовые радионуклидные растворы трассеров:

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

# А. Схема экспресс-метода определения природных радионуклидов U и $^{226}\text{Ra}$ в воде с использованием ЖСС

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

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

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

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

Радиохимия  
Уточняющий  
анализ

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

Органич. фракция (Th)

$^{226}\text{Ra}$

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

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

Органич. фракция (Po)

$\alpha$ -спектрометрия  
(PIPS)

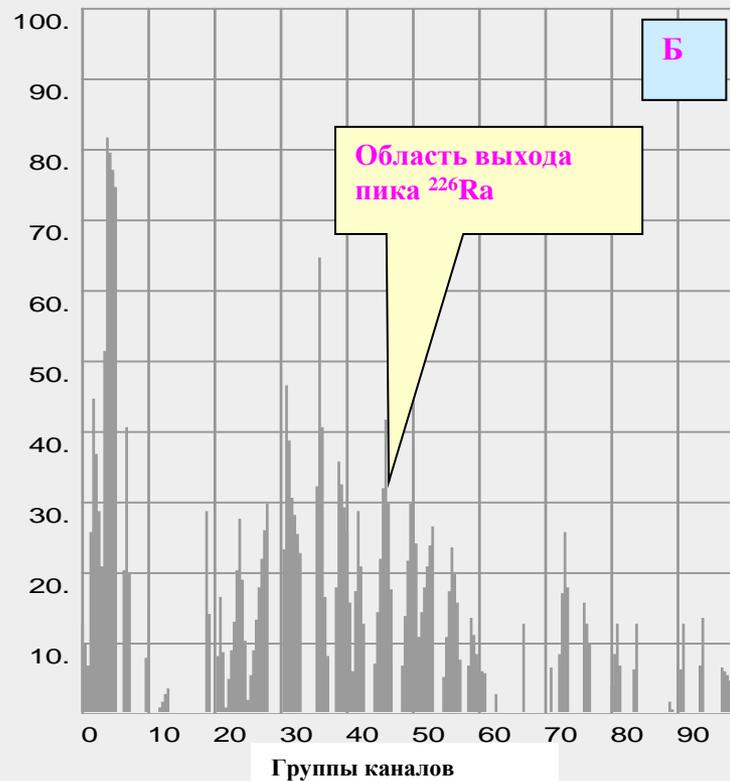
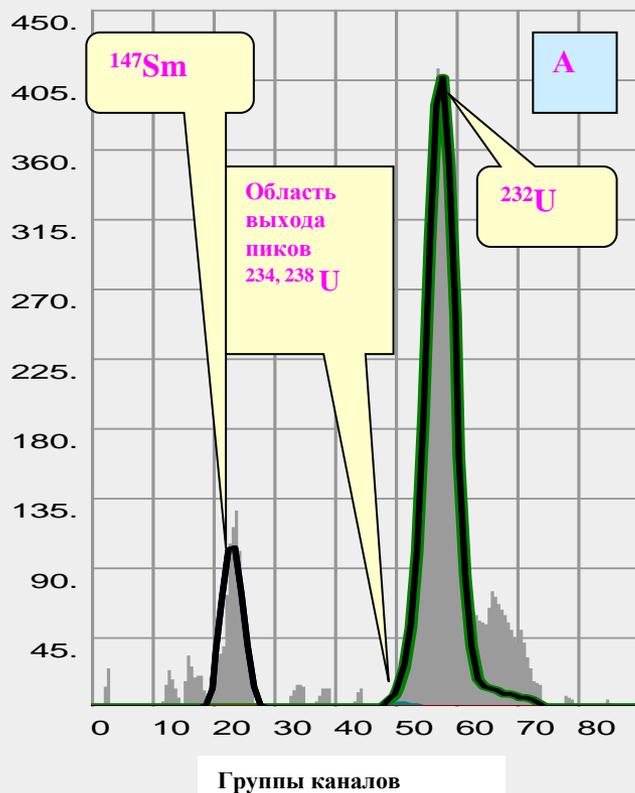
Водный остаток после всех  
экстракций ( $^{133}\text{Ba}$ ,  $^{210}\text{Pb}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ )

Измерение на ЖС спектрометре

Обработка программой "RadSpectraDec"

IAEA-  
2010-3

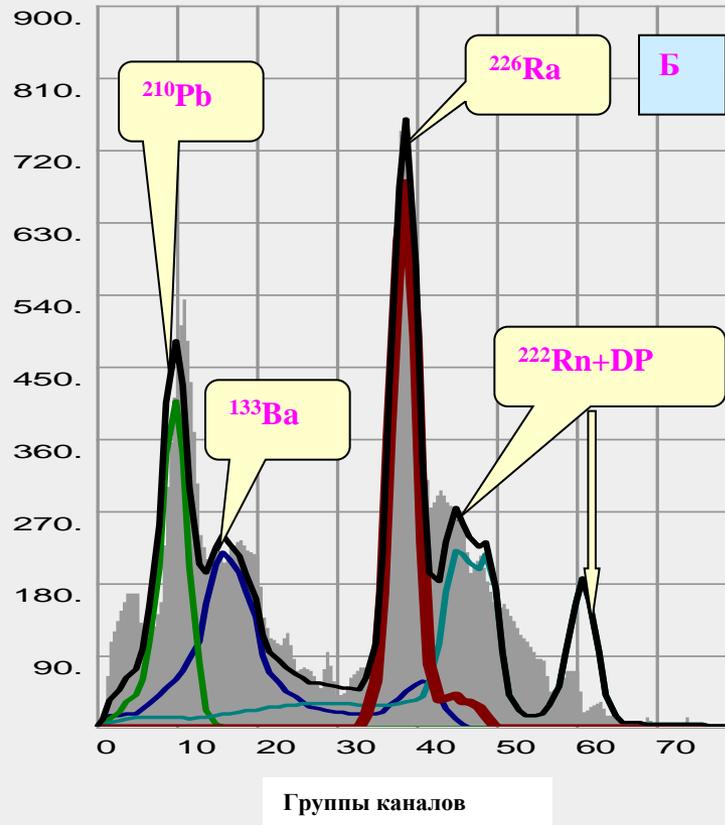
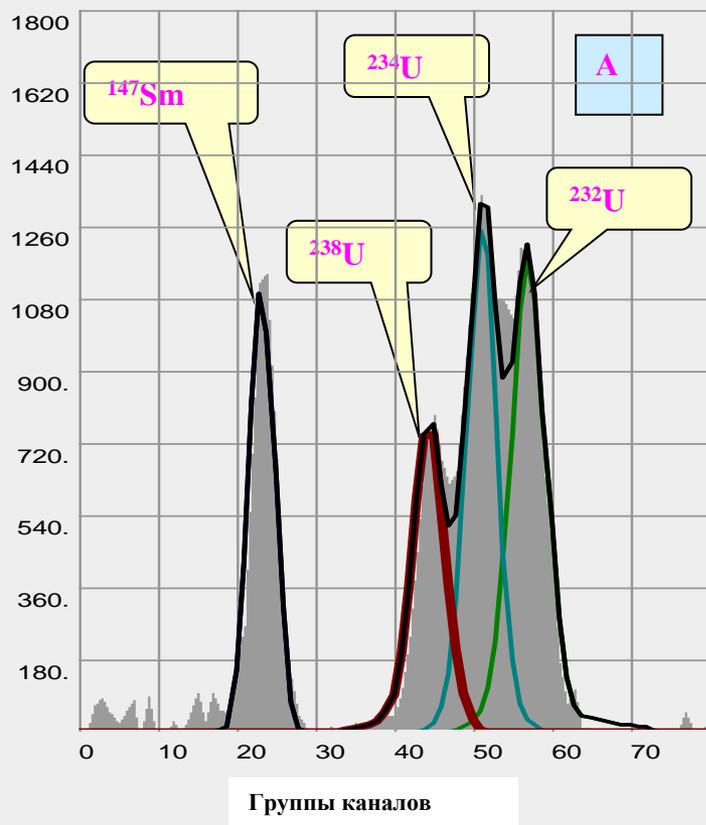
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Проба воды IAEA-01.  
Определение изотопов U и  $^{226}\text{Ra}$ .



Расшифровка ЖС спектров фракций изотопов U (А) и  $^{226}\text{Ra}$  (Б) выделенных из пробы IAEA-01 (208.2 г).  $^{232}\text{U}$  -трассер радиохимического выхода (КХВ>75%).  $^{147}\text{Sm}$  добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков. Время измерения~ 2 суток

IAEA-  
2010-3

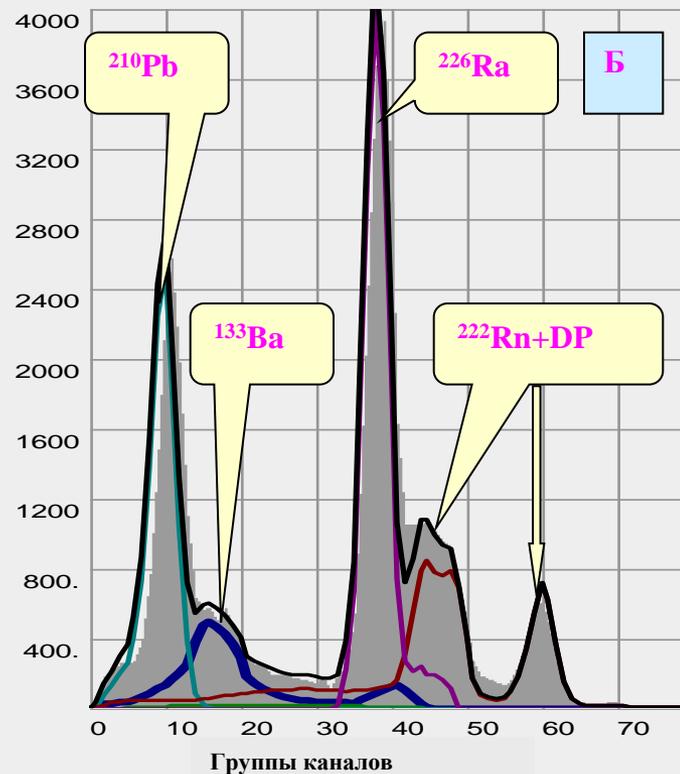
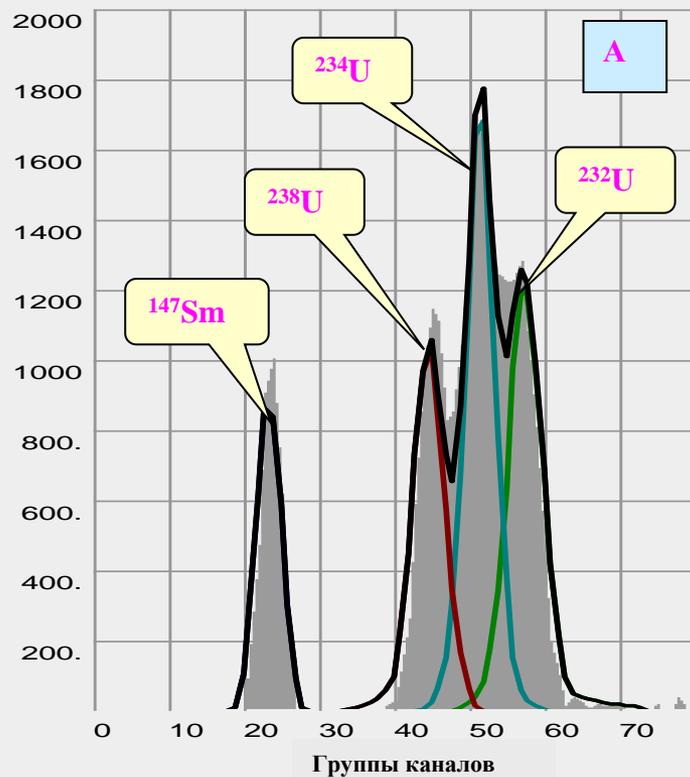
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Проба воды IAEA-02.  
Определение изотопов U и  $^{226}\text{Ra}$ .



Расшифровка ЖС спектров фракций изотопов U (А) и  $^{226}\text{Ra}$  (Б) выделенных из пробы IAEA-02 (62.75 г).  $^{232}\text{U}$  и  $^{133}\text{Ba}$ -трассеры радиохимического выхода.  $^{147}\text{Sm}$  добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пиков.

IAEA-  
2010-3

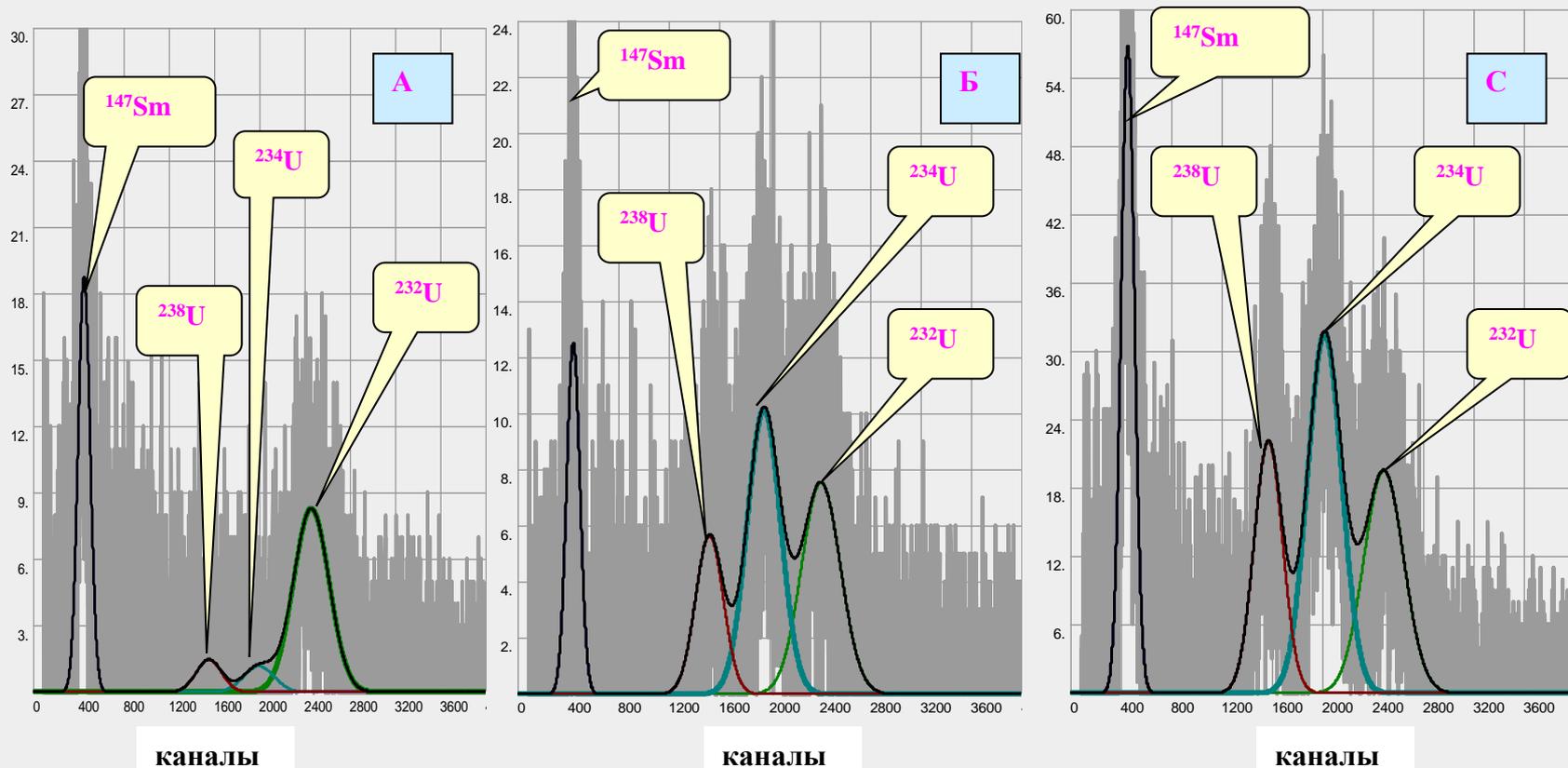
Экспресс-анализ: экстракция+ЖСС. Проба воды IAEA-03.  
Определение изотопов U и  $^{226}\text{Ra}$ .



Расшифровка ЖС спектров фракций изотопов U (А) и  $^{226}\text{Ra}$  (Б) выделенных из пробы IAEA-03 (178.36 г).  $^{232}\text{U}$  и  $^{133}\text{Ba}$ -трассеры радиохимического выхода.  $^{147}\text{Sm}$  добавлен для корректировки спектрального сдвига сцинтилляционных альфа-пикув.

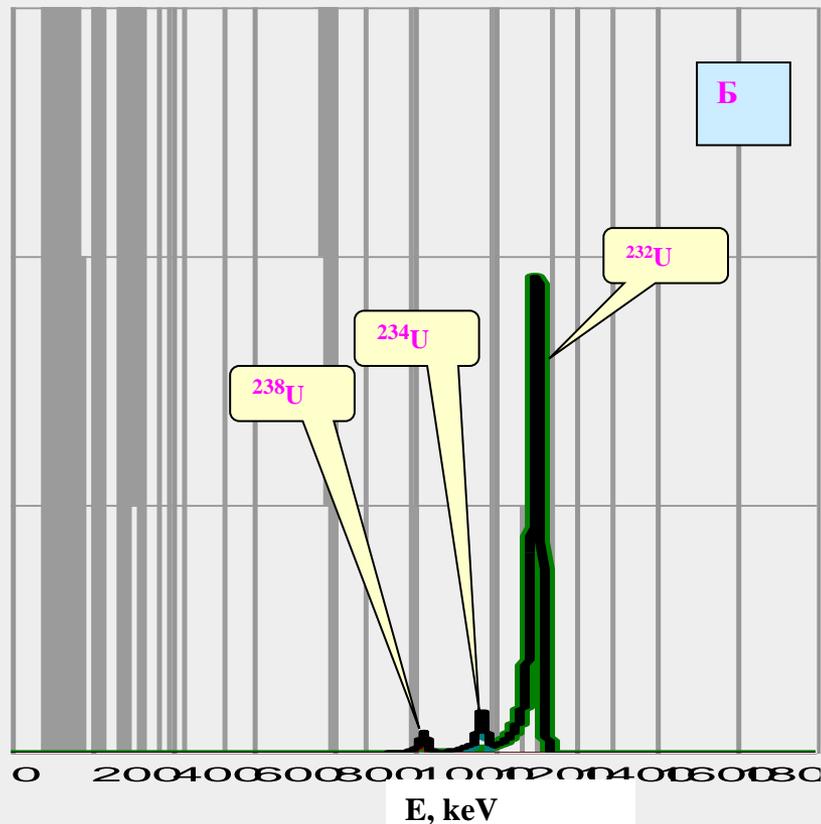
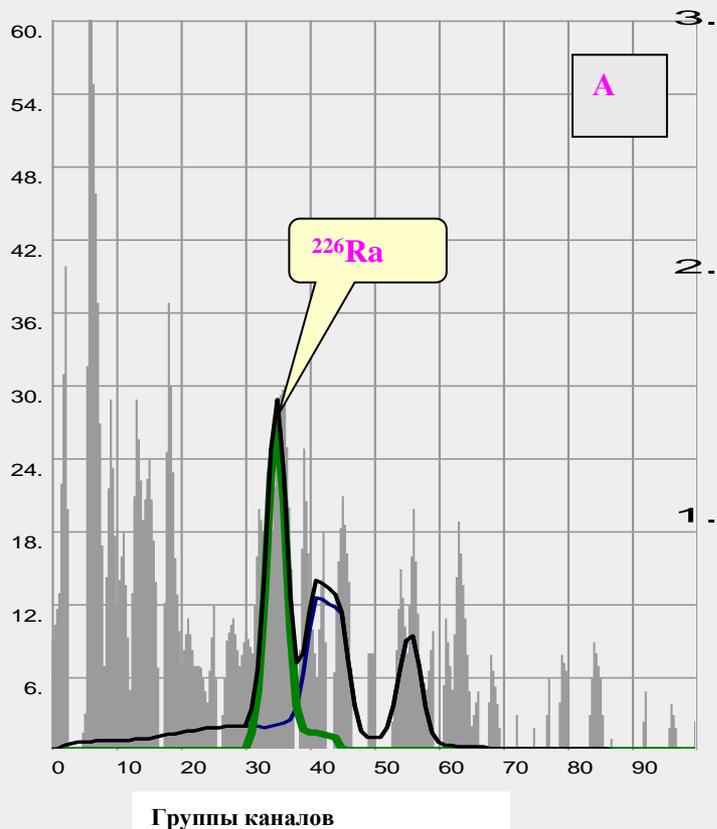
IAEA-  
2010-3

Пробы воды IAEA-01-03. Экстракция+ЖСС. Определение изотопов U. Измерение на ЖС  $\alpha$ - спектрометре PERALS.



Измерение на ЖС  $\alpha$ - спектрометре PERALS. Расшифровка ЖС спектров фракций изотопов U проб IAEA-01 (А), IAEA-02 (Б) и IAEA-03.

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



А- ЖС спектр  $^{226}\text{Ra}$ , выделенного из пробы IAEA-01 (175.5 г) радиохимией (КХВ= 73%).  $A \sim 0.014$  Бк/кг,  $2\delta > 65\%$

Б- альфа-спектр фракции U, выделенной радиохимией из пробы IAEA-01 (151 г). КХВ=15%.  $A_{\text{U-234}} < 0.035$  Бк/кг,  $A_{\text{U-238}} < 0.03$  Бк/кг

## Критерии экспертов МАГАТЭ по оценке результатов теста

Критерий верности:

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

Критерий точности:

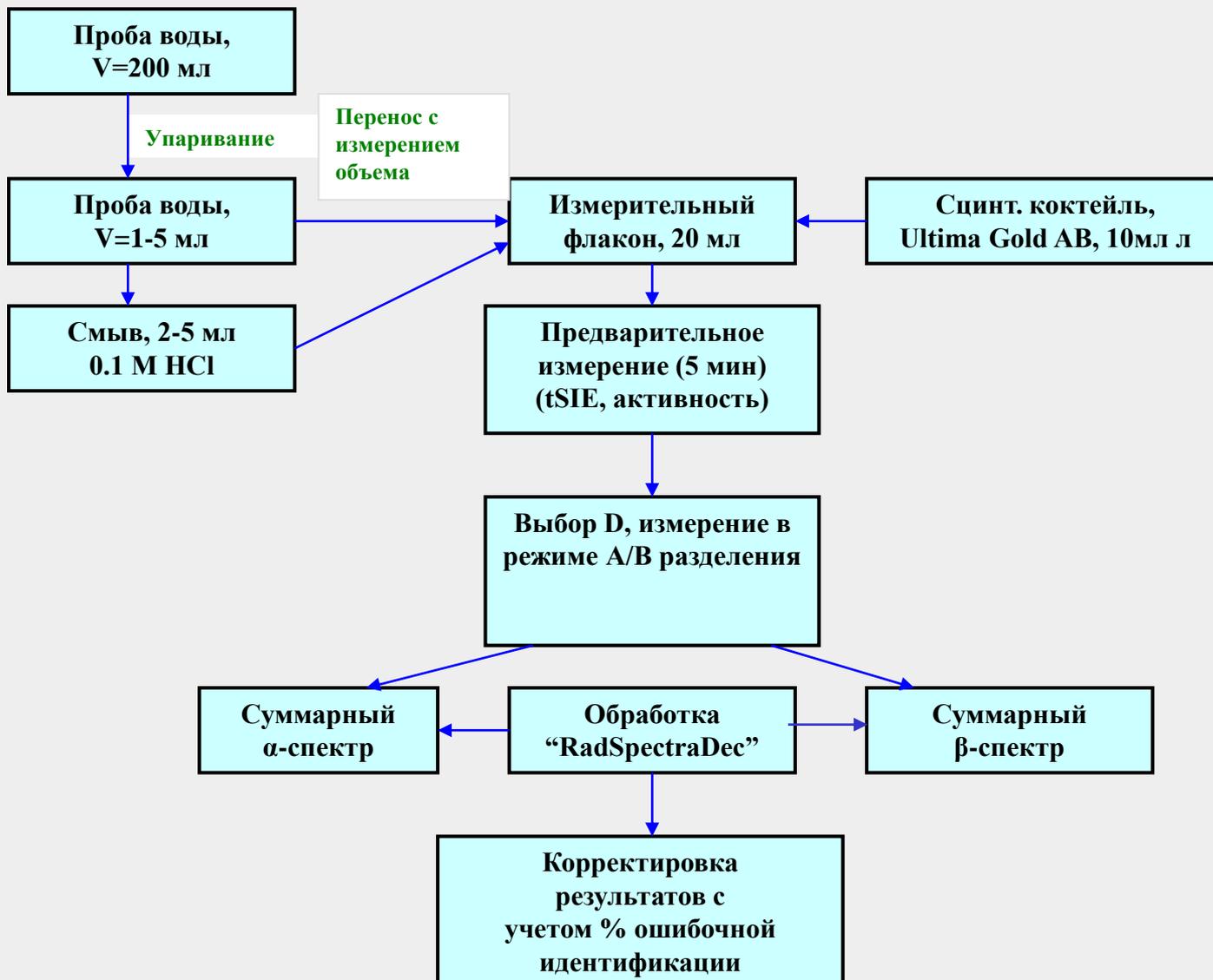
$$\sqrt{\left( \frac{Unc_{IAEA}}{Value_{IAEA}} \right)^2 + \left( \frac{Unc_{Analyst}}{Value_{Analyst}} \right)^2} \times 100\%$$

**IAEA-  
2010-3**

## Результаты определения природных радионуклидов в водных пробах IAEA-01, IAEA-02 и IAEA-03 .

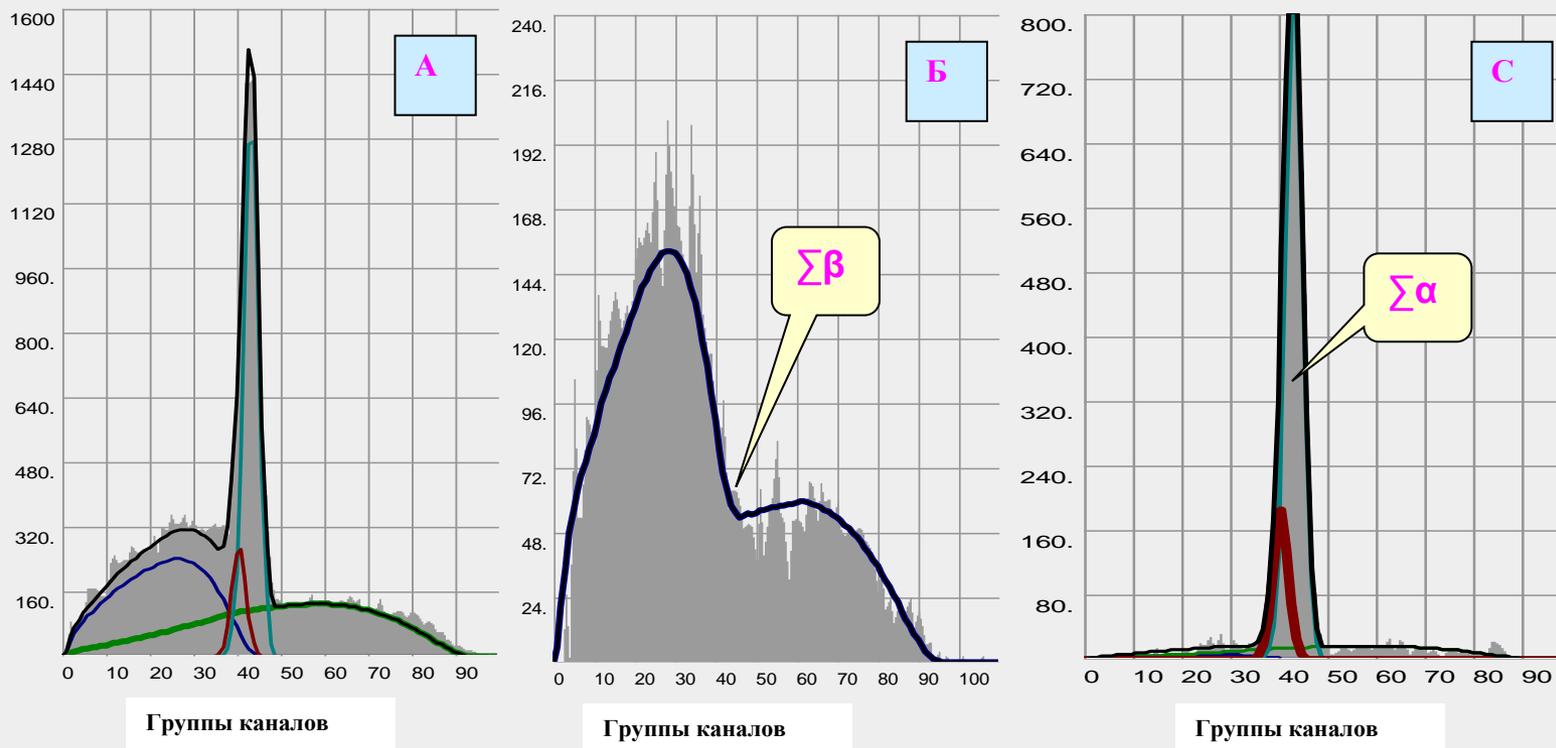
№ пробы	Р/н состав	Данные IAEA, Бк/кг	Неопред-сть IAEA, Бк/кг	Данные РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Неопред-сть РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Итоговая оценка теста
IAEA-01	$^{226}\text{Ra}$	<b>0.04</b>	0	<b>&lt;0.02(МДА)</b>	-	
	$^{234}\text{U}$	<b>0.04</b>	0	<b>&lt;0.02(МДА)</b>	-	
	$^{238}\text{U}$	<b>0.04</b>	0	<b>&lt;0.02(МДА)</b>	-	
IAEA-02	$^{226}\text{Ra}$	<b>0.86</b>	0.02	<b>0.70</b>	0.06	+
	$^{234}\text{U}$	<b>1.3</b>	0.03	<b>1.30</b>	0.12	+
	$^{238}\text{U}$	<b>0.7</b>	0.02	<b>0.65</b>	0.06	+
IAEA-03	$^{226}\text{Ra}$	<b>1.57</b>	0.04	<b>1.38</b>	0.12	+
	$^{234}\text{U}$	<b>0.47</b>	0.01	<b>0.39</b>	0.04	+
	$^{238}\text{U}$	<b>0.31</b>	0.01	<b>0.27</b>	0.03	+

## Б. Схема определения интегральной альфа/бета активности в пробах окружающей среды



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

Проба IAEA-04



Проба IAEA-04 (25.3 г)

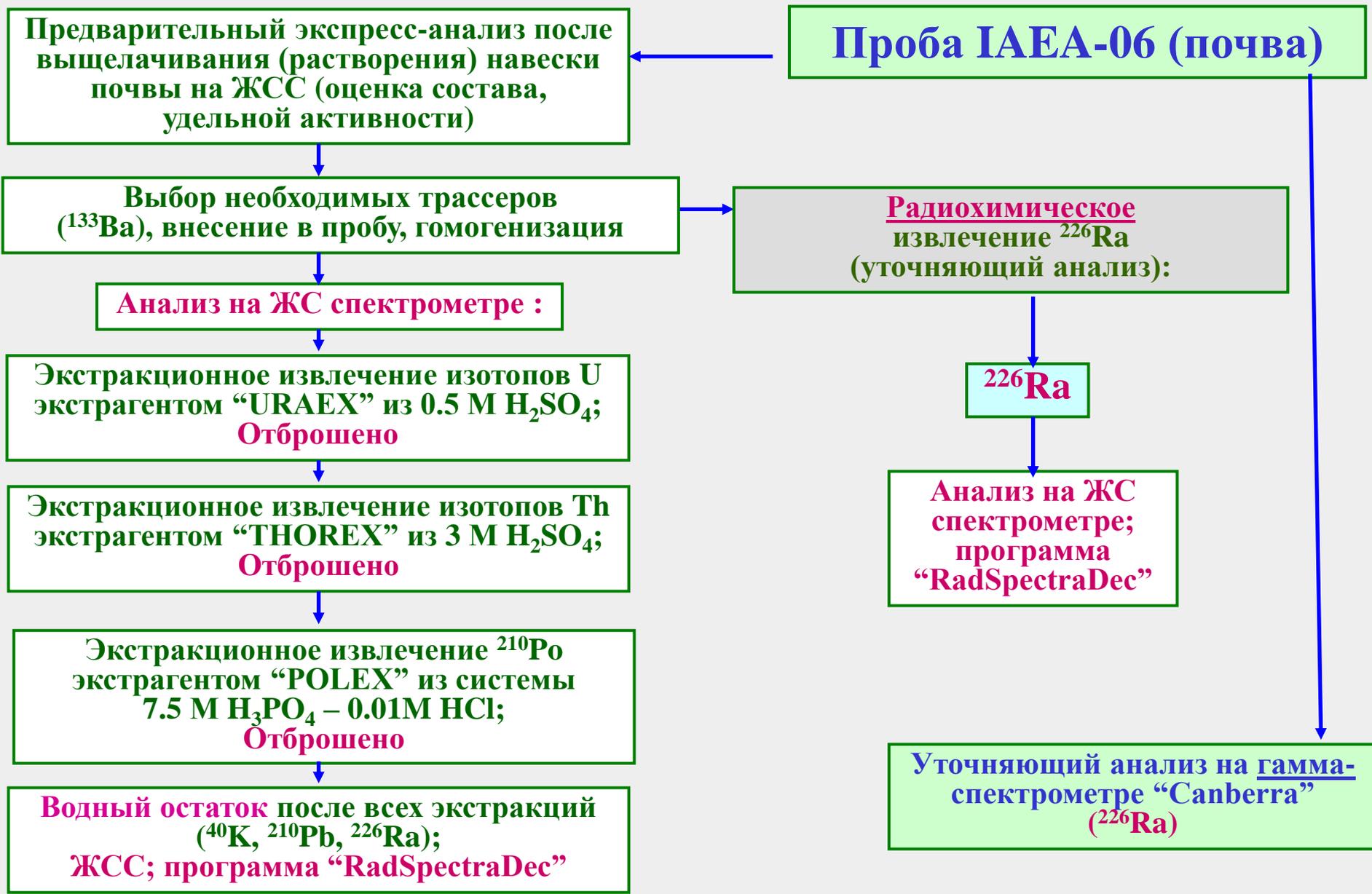
А-суммарный спектр пробы, измеренный на ЖСС "Tri-Carb 3170 TR/SL" после концентрирования упариванием; Б- разделенный бета-спектр, С- альфа-спектр, измеренные в режиме альфа/бета дискриминирования (D=120).  
Время измерения-600 мин. Обработка программой "RadSpectraDec".

**IAEA-  
2010-3**

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

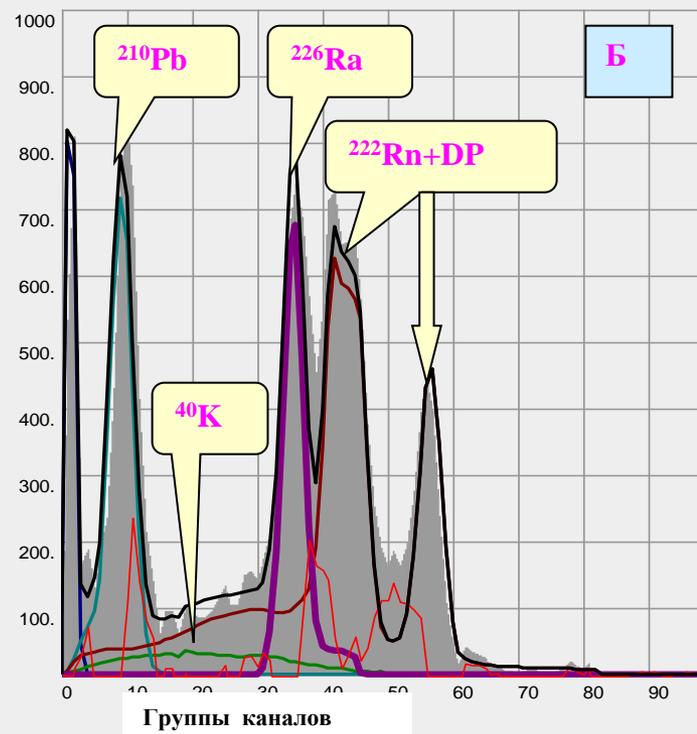
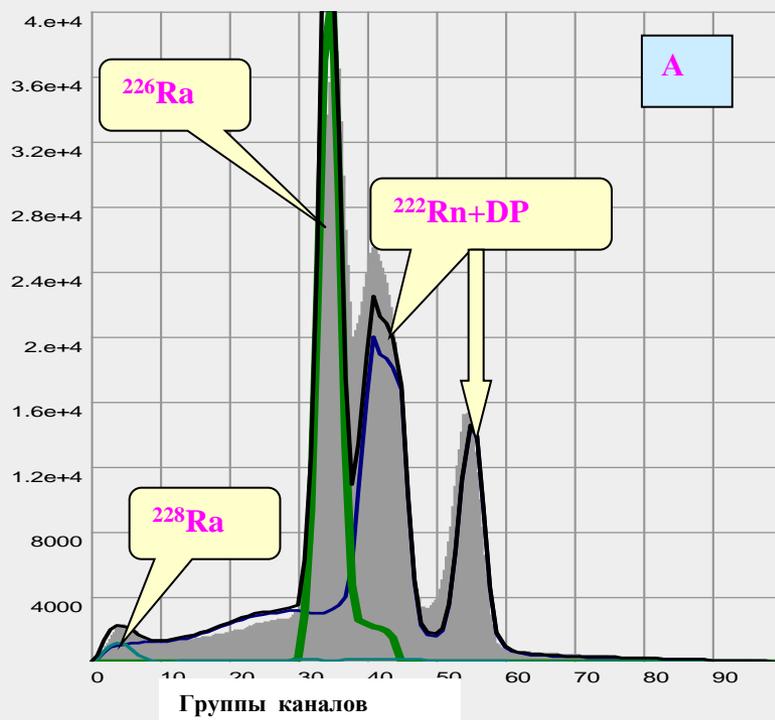
№ пробы	Измеряемый параметр	Данные IAEA, Бк/кг	Неопред-сть IAEA, Бк/кг	Данные РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Неопред-сть РАЭЦ «Радон», Бк/кг	Итоговая оценка теста
IAEA-04	$\Sigma\alpha$	<b>4.8</b>	0.1	<b>4.4</b>	0.2	+
	$\Sigma\beta$	<b>9.1</b>	0.2	<b>9.5</b>	0.5	+
IAEA-05	$\Sigma\alpha$	<b>8.5</b>	0.2	<b>8.0</b>	0.4	+
	$\Sigma\beta$	<b>11.1</b>	0.3	<b>11.8</b>	0.6	+

### 3. Схема определения $^{226}\text{Ra}$ в пробе почвы IAEA-06



IAEA-  
2010-3

# Определение $^{226}\text{Ra}$ в пробе почвы IAEA-06 Радиохимическое извлечение+ЖСС Экстракционная технология + ЖСС.



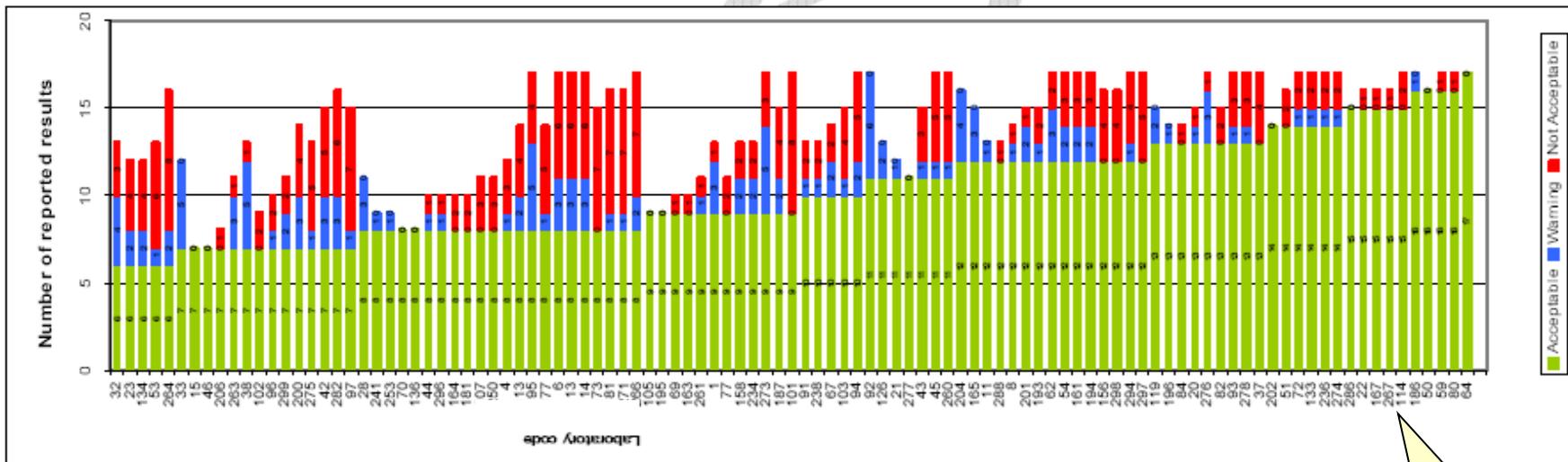
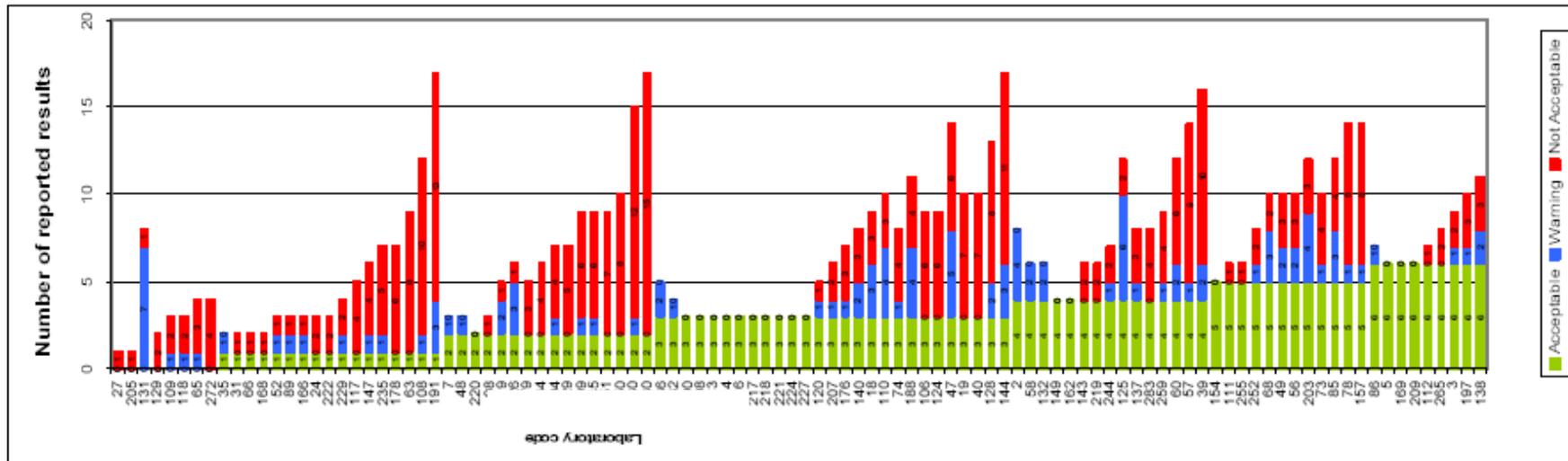
А-расшифровка спектра  $^{226}\text{Ra}$ , выделенного из 1 г почвы с помощью радиохимических методов (сульфатное осаждение, хроматная очистка);  
Б- применение экстракционной технологии. Расшифровка спектра фракции водного остатка ( $^{40}\text{K}$ ,  $^{210}\text{Pb}$ ,  $^{226}\text{Ra}$ ,  $^{228}\text{Ra}$ ) после выделения изотопов U и Th, а также  $^{210}\text{Po}$ .

**IAEA-  
2010-3**

**Результаты определения  $^{226}\text{Ra}$  в пробе почвы  
IAEA-06.**

<b>№ пробы</b>	<b>Р/н состав</b>	<b>Данные IAEA, Бк/кг</b>	<b>Неопред-сть IAEA, Бк/кг</b>	<b>Данные РАЭЦ «Радон», Бк/кг</b>	<b>Неопред-сть РАЭЦ «Радон», Бк/кг</b>	<b>Итоговая оценка теста</b>
<b>IAEA-06</b>	$^{226}\text{Ra}$	<b>19050</b>	260	<b>17200</b>	1200	+

# Результаты Теста IAEA-2008-3 «Определение природных радионуклидов в воде и фосфогипсе»



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

РАОЦ  
(114)

## Результаты Теста IAEA-2010-3

**Суммарное количество определений-14;**  
**Положительных результатов -11;**  
**Отрицательных-???**

**2009 г.- в десятке лучших аналитических лабораторий мира**

**2011 г.-???????**

**СПАСИБО ЗА ВНИМАНИЕ!**