

# Vizualizace rozložení alfa-aktivních radionuklidů na ploše preparátu vzorku

Josef Holeček, Iva Vošahlíková, Petr Otáhal, Ivo Burian

SÚJCHBO, v.v.i., Kamenná 71, 262 31, Milín

e-mail: [holecek@sujchbo.cz](mailto:holecek@sujchbo.cz)

# Úvod

Rozmístění radionuklidů a tloušťka měřené vrstvy může mít výrazný vliv na nejistotu spektrometrického stanovení. Bylo provedeno posouzení vlivu přípravy preparátu vzorku na sílu vzniklé vrstvy a homogenitu rozmístění sledovaného radionuklidu.

Byly sledovány přípravy vzorku:

- odpařením z misky s hladkým dnem (dále označeno P)
- odpařením z koncentrické misky (dále označeno R)
- elektrodepozicí (dále označeno D)
- rozpuštěním acetocelulozových filtrů v acetonu (dále označeno A)

Sledovaným radionuklidem byl přírodní uran.

Rozsah měřené aktivity byl od 1 do 60 Bq.

# Příprava preparátů vzorků

## Elektrodepozice uranu

Modifikace metody:

- AMOLI, S. H., BARKER, J., FLOWERS, A. Electrodeposition and determination of nano-scale uranium and plutonium using alpha-spectroscopy. *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, 2006, vol. 268, no. 3, p. 497–501.

Postup:

- uran deponován z prostředí 0,5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 0,1M HCl a 0,36M NaHSO<sub>4</sub>
- pH roztoku upraveno konc. NH<sub>3</sub> (aq) do rozmezí 2,0 - 2,4 (barevný přechod thymolové modři z růžové do světle oranžové)
- podmínky elektrodepozice:
  - platinová elektroda ( $S = 0,5 \text{ cm}^2$ ) zapojena jako anoda
  - nerezový disk ( $S = 4,9 \text{ cm}^2$ ) zapojen jako katoda
  - $t_{\text{min}} = 100 \text{ min}$  při  $A = 0,75 \text{ A}$
- preparát vzorku vysušen infralampou

# Příprava preparátů vzorků

## Odpaření

- Přesný objem etalonu  $U_{\text{nat}}$  o  $a_m=25,06$  Bq/g (ČMI), popř.  $a_m= 2,523$  Bq/g (ČMI), byl pipetován na nerezovou měřicí misku tak, aby došlo k co nejrovnoměrnějšímu pokrytí celé plochy misky.
- Odpaření vzorku v parní lázni do sucha.
- Takto připraveny vzorky na obou typech odpařovacích misek.

# Příprava preparátů vzorků

## Rozpuštění acetocelulózových filtrů v acetonu

- Filtry z acetátu celulózy kontaminovány etalonem uranu  $U_{\text{nat}}$  o  $a_m=25,06$  Bq/g (ČMI), popř.  $a_m= 2,523$  Bq/g (ČMI), vysušeny a rozpuštěny na Petriho misce pomocí 2–4 ml acetonu.
- Zkapalněná fáze odpařena do sucha pod infralampou.

# Nosiče vzorků

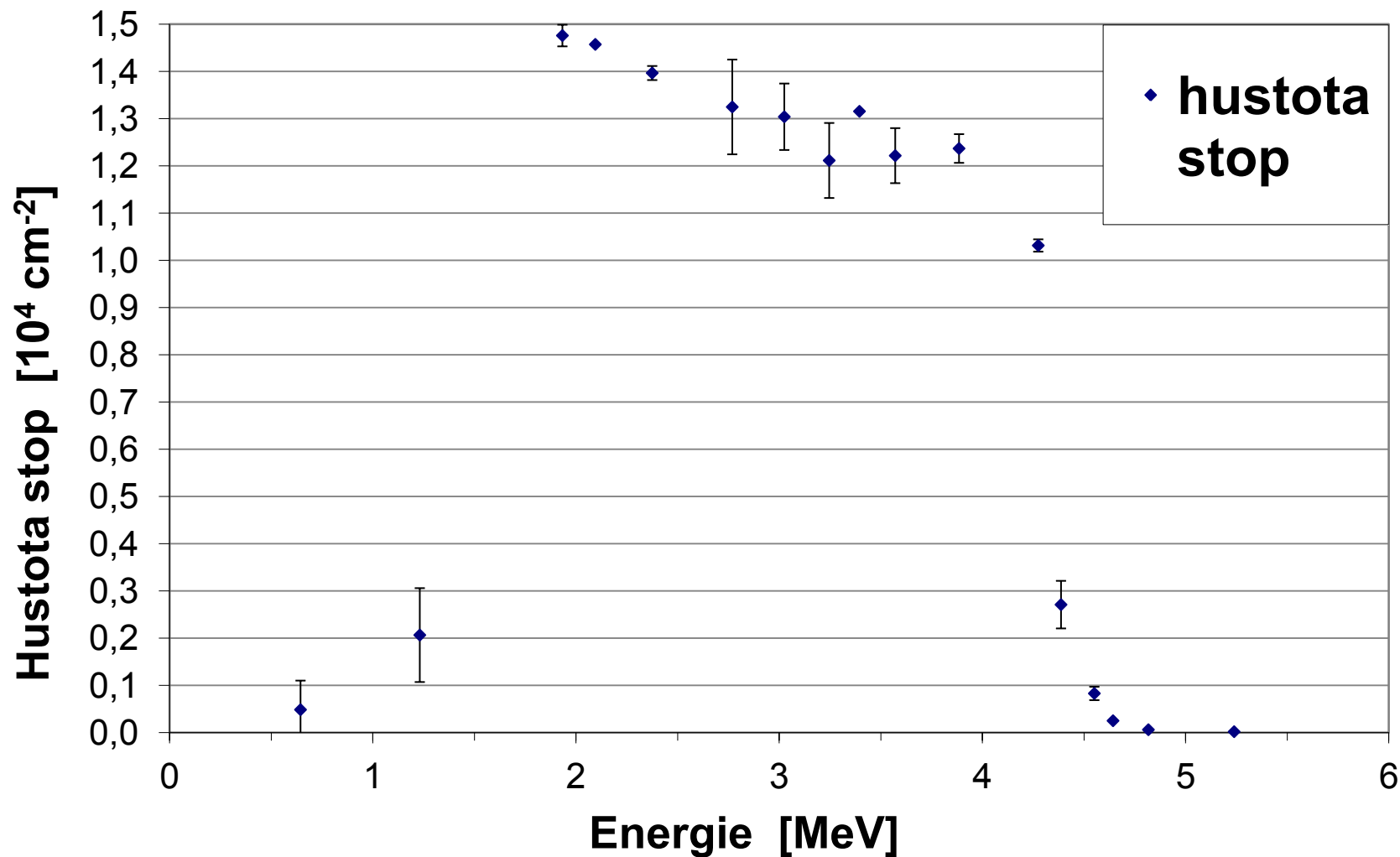


- Odpařené vzorky
  - koncentrická miska ( $S = 4,4 \text{ cm}^2$ )
  - odpařovací miska ( $S = 4,4 \text{ cm}^2$ )
- Preparát připravený elektrodepozicí
  - depoziční disk ( $S = 4,9 \text{ cm}^2$ )
- Preparát připravený rozpuštěním acetocelulozového filtru v acetonu
  - Petriho miska ( $S = 12,25 \text{ cm}^2$ )

# Hodnocení

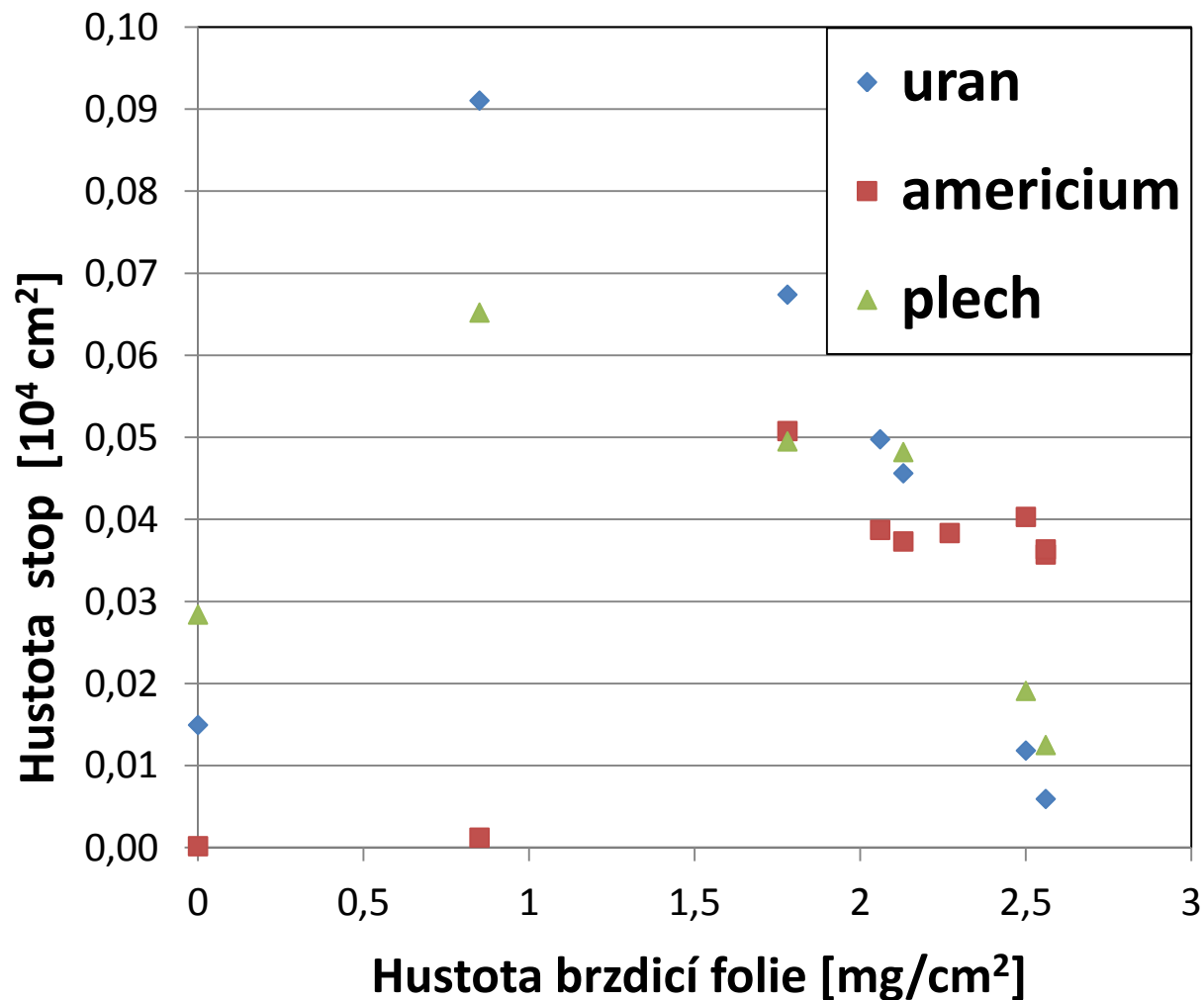
- K detekci záření emitovaného přírodním uranem byla vybrána folie KODAK LR 115.
- Homogenita rozptýlení je popsána variačním koeficientem charakterizujícím hodnotu rozptylu odezvy citlivé vrstvy.
- Pro posouzení vzniklé tloušťky preparátu je využito zjištěných hodnot účinnosti folie KODAK LR 115 Type II aplikované na připravený preparát vzorku.

# Energetické spektrum folie KODAK LR 115 Type II





# Vliv brzdící folie na detekci energie emitovaných částic



Etalon uranu  $U_{\text{nat}}$ , částice o energii 4,27 – 4,86 MeV

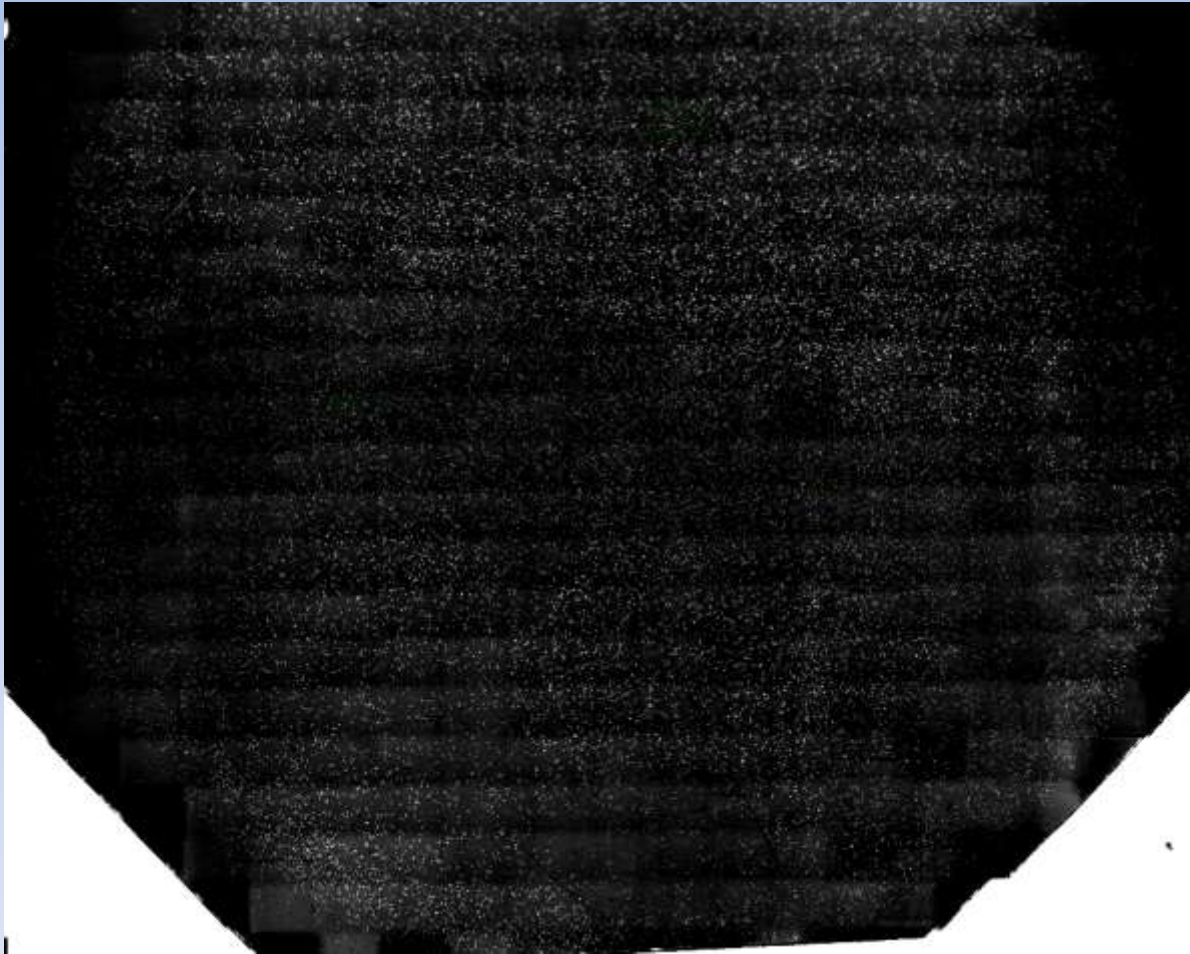
Etalon americia (typ EA 15), částice o energii 5,49 MeV

Plech (kontaminovaný dlouhodobou depozicí v radon-aerosolové komoře), částice o energii 4,27-5,4 MeV

# Zpracování exponovaných folií

- Doba expozice 3-5 hodin
- Leptání
  - teplota leptací lázně 60°C
  - doba leptání 110 minut
  - leptacím roztokem 8% NaOH
- Vyhodnocení pomocí analyzátoru obrazu NIS 3AR na mikroskopu Labophot-2

# Odezva folie, celý vzorek



# Vyhodnocení exponované folie

## Počítání stop

- Velikost hodnocené plochy byla volena tak, aby činila
  - 44 % z velikosti plochy odparku
  - 36 % z velikosti plochy depozitu
  - 33 % z velikosti plochy Petriho misky
- Stanoven průměrný počet stop ze všech polí vzorku a nejistota jako směrodatná odchylka

## Vizualizace aktivity

- Počty stop v polích znázorněny v grafu

# Výpočet účinnosti

$$\eta = \frac{N - N_p}{S \cdot a_s \cdot t}$$

- $\eta$  účinnost detekce
- $N$  odezva na citlivé vrstvě
- $N_p$  počet poruch na neexponované citlivé vrstvě
- $a_s$  plošná aktivita měřeného preparátu v  $\text{Bq} \cdot \text{cm}^{-2}$
- $t$  doba expozice citlivé vrstvy na preparátu v sekundách
- $S$  plocha jednoho hodnoceného pole v  $\text{cm}^2$

Hodnota  $a_s$  byla vypočtena z aktivity stanovené alfaspektrometrem vztažené na plochu preparátu.

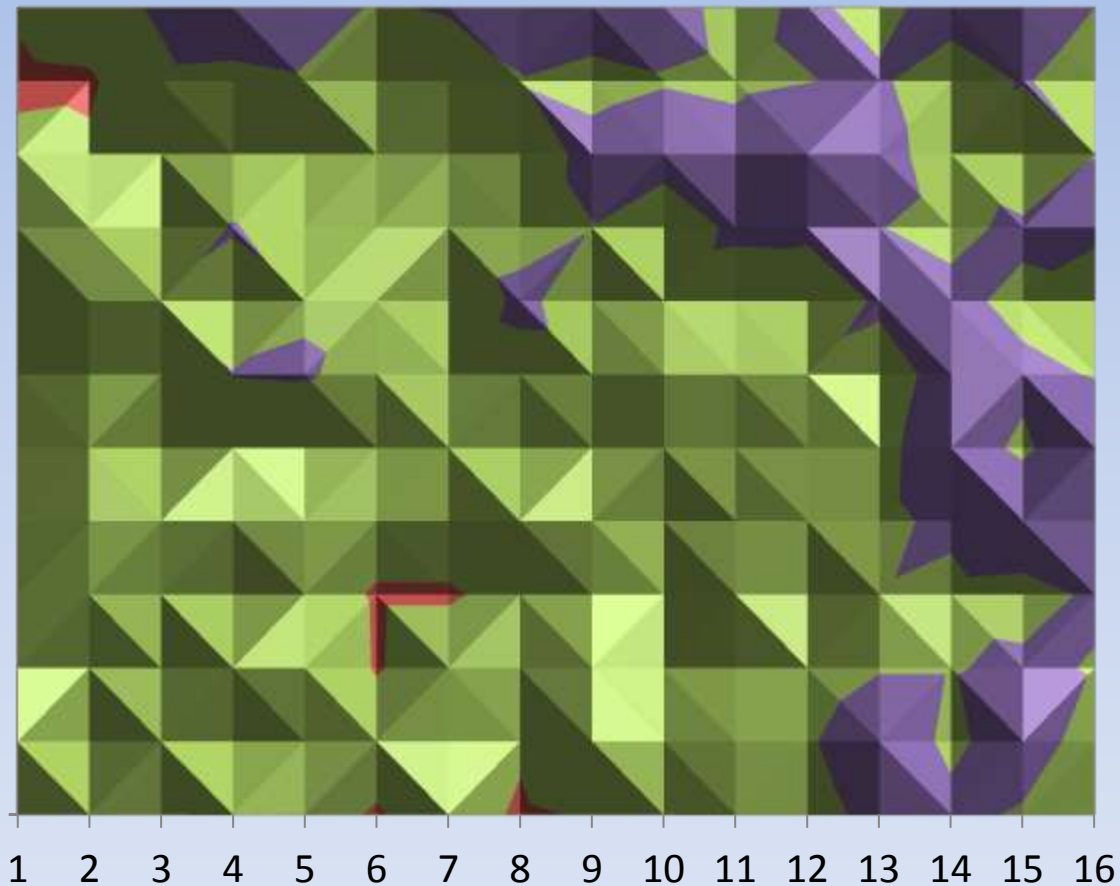
# Výsledky

## Shrnutí výsledků detekce aktivity preparátů stopovými detektory

Příprava vzorku	Rozsah plošné aktivity [Bq·cm <sup>-2</sup> ]	Variační koeficient	Minimum	Maximum	Účinnost
A	0,1 – 5	0,19 ± 0,04	0,15	0,29	0,12 ± 0,02
D	0,2 – 11	0,25 ± 0,06	0,16	0,36	0,22 ± 0,04
P	0,2 – 14,5	0,25 ± 0,05	0,17	0,32	0,13 ± 0,02
R	0,2 – 14,5	0,27 ± 0,12	0,19	0,37	0,080 ± 0,009

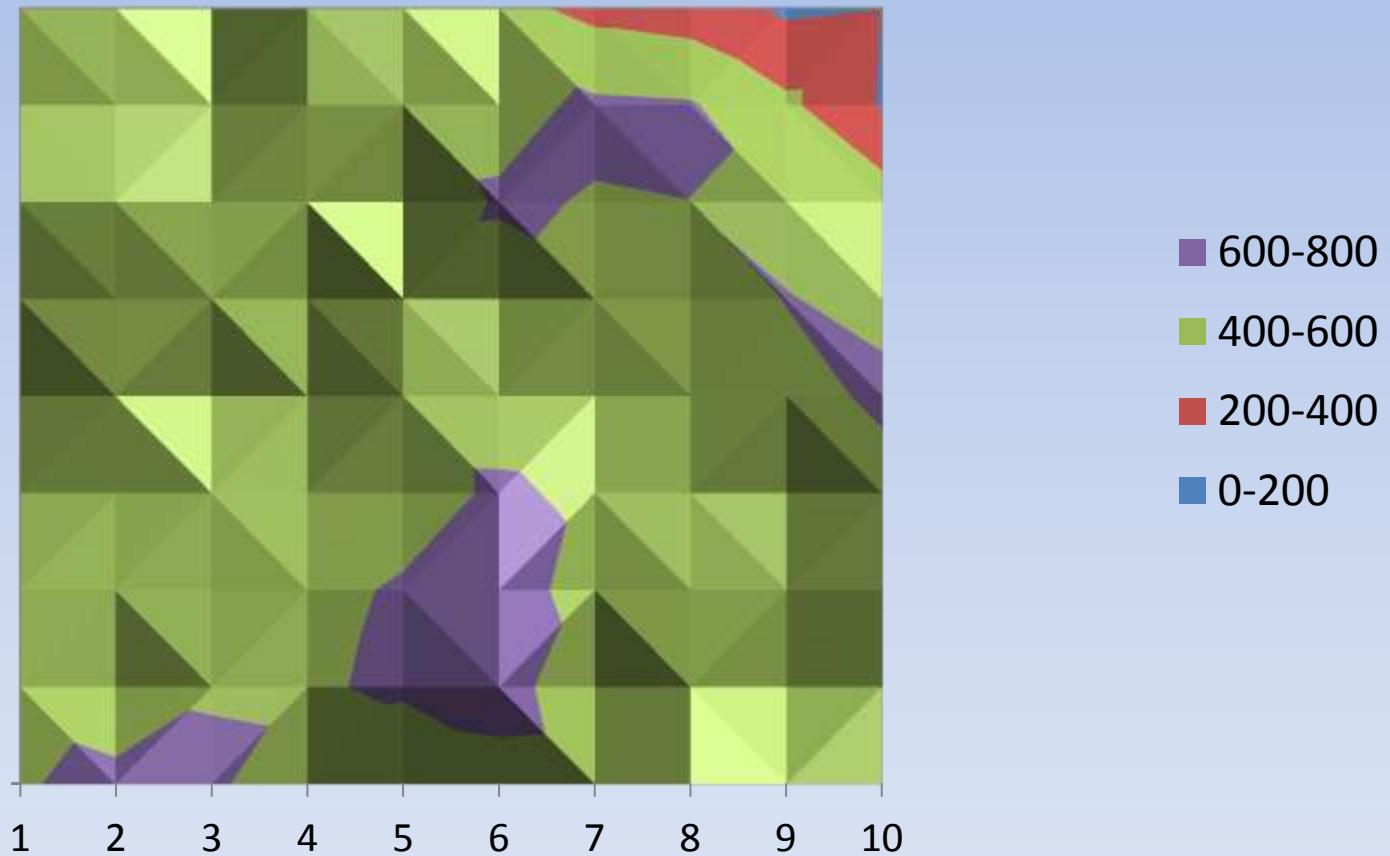
# Rozložení radionuklidu

## Rozpuštěný filtr, $k = 0,19 \pm 0,04$



# Rozptýlení radionuklidu

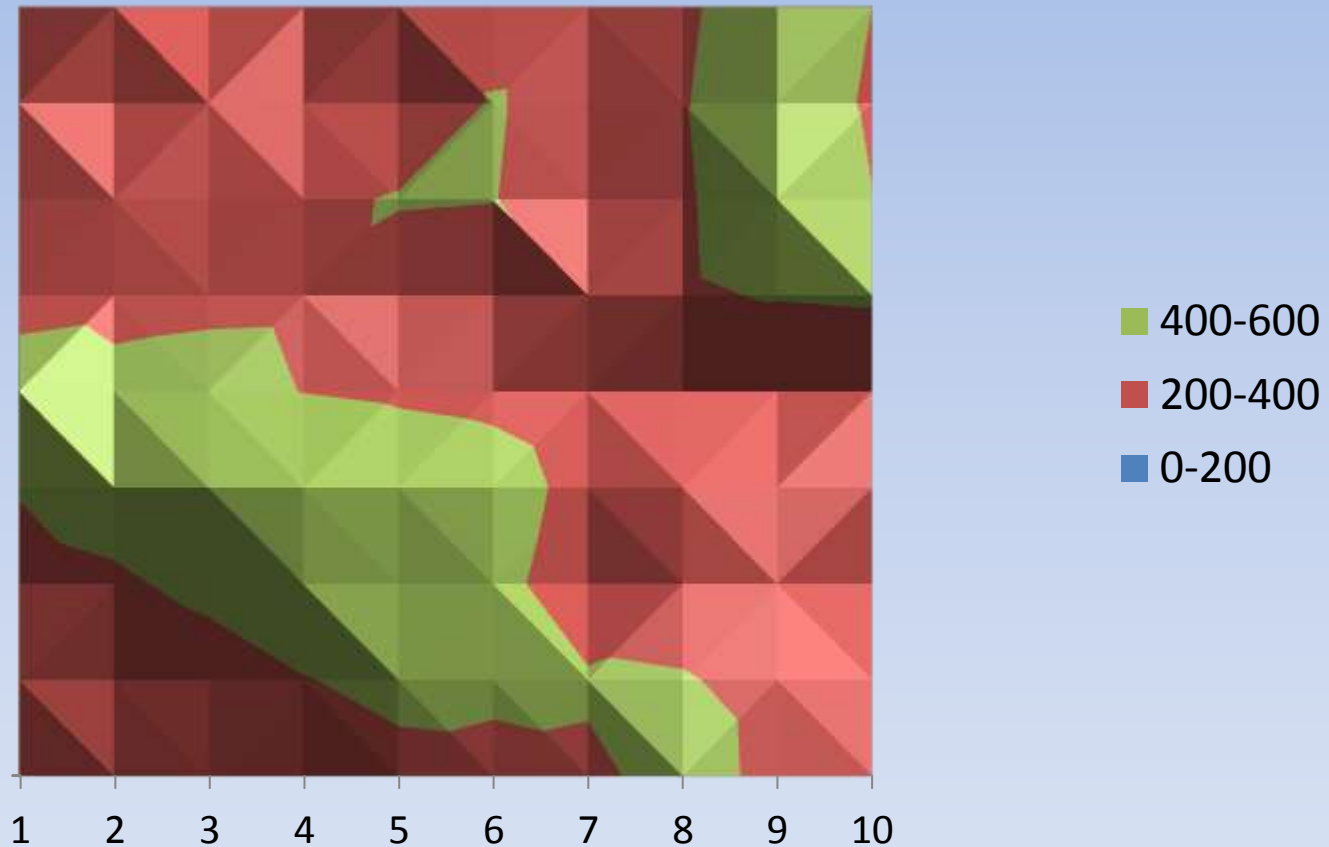
Elektrodepozit, hodnota  $k = 0,25 \pm 0,06$





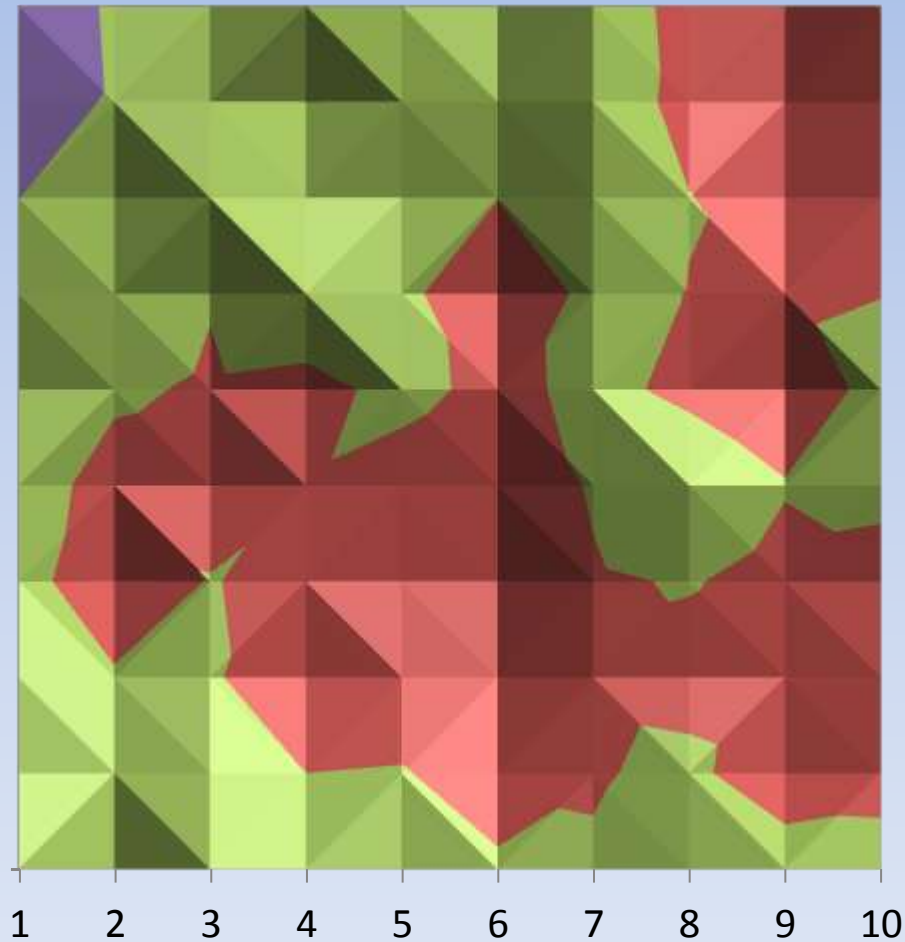
# Rozložení radionuklidu

Odparek na misce s hl. dnem,  $k = 0,25 \pm 0,05$



# Rozložení radionuklidů

Odparek na koncentrické misce,  $k = 0,27 \pm 0,12$



# Shrnutí

- Preparáty připravené elektrodpozicí na nosič vykazují:
  - nejtenčí sílu vrstvy vzorku
  - nejmenší vliv nejistoty stanovení v nízkých hodnotách
- Preparáty připravené rozpuštěním acetocelulozových filtrů vykazují:
  - nejlepší homogenitu
  - největší tloušťku
  - velký vliv nejistoty na stanovení v nízkých hodnotách

# Shrnutí

- Preparáty připravené odpařením na misce mají:
  - menší tloušťku než vzorky z filtrů
  - homogenitu rozptýlení nuklidů srovnatelnou se vzorky připravených depozicí
- Preparáty připravené odpařením na koncentrické misce mají:
  - nejhorší homogenitu rozložení radionuklidů
  - nejsilnější tloušťku vzniklé vrstvy

# Děkuji za pozornost

Výsledky byly získány za podpory MV ČR v rámci  
projektu VG 20102014035