



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

213 705

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 03 79
(21) PV 1410-79

(51) Int. Cl.³ G 01 N 31/04

(40) Zveřejněno 15 09 81

(45) Vydáno 01 04 84

(75)

Autor vynálezu

PROCHÁZKA HUBERT RNDr. CSc., BRNO, ŠTAMBERG KAREL ing. CSc., PRAHA,
JIRÁSEK VLADIMÍR ing., TIŠNOV

(54)

Způsob stanovení koncentrace zářičů gama ve vodách a technologických
roztocích

Nízké aktivity radionuklidů v roztocích, řádově 10^2Bq.l^{-1} a nižší, vyžadují před měřením radiochemickou předúpravu vzorku za účelem jeho zkoncentrování. Chemická předúprava nedovoluje vesměs svou náročností použití metod pro rychlé stanovení, nezbytné při monitorování. Metoda podle vynálezu dovoluje využitím předúpravy vzorku selektivním zachytem radionuklidu nebo skupiny příbuzných radionuklidů na iontoměniči při vysoké průtokové rychlosti přímo měřit aktivity řádově 10^{-1}Bq.l^{-1} po době zachytu řádově 10^1 minut. Principiálně je popsáno technické řešení.

Vynález se týká způsobu rychlého stanovení obsahu zářičů gama v přírodních vodách, v odpadních a technologických vodách a roztocích, které vznikají při těžbě a zpracování uranové rudy, při přepracování jaderného paliva, při provozu jaderně-technických zařízení a při využívání radioaktivních látek. Jedná se o významné urychlení stanovení takových koncentrací zářičů gama, které již nejsou měřitelné přímo, přesto však jsou z hlediska bezpečnosti práce a poškození životního prostředí významné.

Dosud používané metody stanovení koncentrací radionuklidů řádově 10^2 Bq.l^{-1} a nižší spočívají v předúpravě vzorku vodné fáze některou z chemických metod, jako je odpařování, srážení, spolusrážení s neaktivním nosičem a podobně s cílem zvýšit koncentraci stanoveného radionuklidu na přímo měřitelnou úroveň. Uvedené předúpravy vzorku jsou však vesměs pracné, náročné na čas a speciální vybavení laboratoře, neekonomické a nelze je automatizovat. Nejsou proto vhodné jako rychlé metody stanovení, umožňující operativní řízení dynamických úpravárenských nebo výrobních postupů.

K odstranění shora uvedených nedostatků směřuje způsob stanovení koncentrace zářičů gama v přirozených vodách a technologických roztocích, který je založen na novém využití principu známého z oborů chromatografie nebo úpravy vody, tj. na sorpci pomocí iontoměníšť (M. Marhol: Měníče iontů v chemii a radiochemii, J. Starý a kol.: Separční metody v radiochemii, E. Broda-T. Schonfeld: Chemisches Verhalten radioaktiver Stoffe).

Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se pevný iontoměníšť, například biosorbent na bázi mycelia houby kmene *Penicillium chrysogenum*, umístí do tlakového filtru a ten přímo do detekčního zařízení, například studnového scintilačního nebo polovodičového detektoru na bázi germania, v němž se uvede do styku se známým objemem vodné fáze, přičemž dojde k sorpci nuklidů, přítomných ve vodné fázi a stanoví se tok záření gama sorbentu, z něhož se pak vypočte koncentrace nuklidů ve vodné fázi.

Jiné provedení způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se tlakový filtr s pevným sorbentem uvede do styku s vodnou fází mimo detektor a vkládá se do něj až po ukončení sorpce a před vlastním měřením.

V dalším provedení způsobu podle vynálezu se zachyt nuklidů provede v kolonce, po jeho ukončení se sorbent přenese do vodotěsného obalu ze syntetického materiálu, například polyethylenu nebo polypropylenu, tento se pevně uzavře a vloží do detektoru záření gama, v němž se provede vlastní měření. Při tomto provedení je výhodné, aby kolonka byla zhotovena z materiálu minimálně absorbujícího záření X a gama a z materiálu, jehož povrch minimálně absorbuje radionuklidy, přítomné ve vodné fázi.

Pro stanovení nuklidů přicházejí tedy v úvahu podle vynálezu dva modifikované postupy. Při prvním z nich se ze známého objemu kapalně fáze zachytí prakticky všechny nuklidy, takže množství sorbentu musí být dostatečné k tomu, aby nedošlo k průniku nuklidů na výstupu. Po zachycení dostatečného množství nuklidu (řádově v 10^1 Bq) se změří tok záření gama náplně. Ze změřené četnosti a protékajícího objemu kapaliny se vypočítá koncentrace nuklidů. Při druhém postupu se objem sorbentu uvede do rovnováhy s vodnou fází, to znamená, že se nechá protéci dostatečné množství kapalně fáze takovou rychlostí, aby koncentrace nuklidu na vstupu a výstupu nebyly signifikantně rozdílné. Koncentrace nuklidu ve vodné fázi se

pak počítá z aktivity a objemu sorbentu a ze známé, předem stanovené hodnoty distribučního koeficientu sorpce nuklidu.

Okolnost, že způsob podle vynálezu umožňuje zkoncentrovat radionuklidy, emitující záření gama, z vodných roztoků s výhodou na pevném sorbentu a měřit tok záření detekčním zařízením, významně zjednodušuje dosud používaný oddělený způsob samostatné koncentrace a samotného měření. Důsledkem je zrychlení a zlevnění analýzy a metody lze s výhodou použít pro kontinuální resp. semikontinuální monitorování, což dosud používané metody nedovolují.

Způsob stanovení zářičů gama ve vodách a technologických roztocích je blíže vysvětlen pomocí následujících příkladů.

Příklad 1

Do speciálního tlakového filtru, (upravená vyplachovací stříkačka z umělé hmoty) o průměru 42 mm a výšce 150 mm se naplaví 100 ml silně kyselého katexu. Kolonka se propojí s potrubím, vedoucím pod tlakem cca 0,4 MPa odpadní vodou s obsahem 400 pg $^{226}\text{Ra}/\text{l}$. Průtok vody kolonkou se ventilem nastaví na 40 l . hod $^{-1}$, to je specifické zatížení 400 obj./obj. . hod $^{-1}$. Po 20 minutách se kolonka odpojí, vloží do vodotěsného obalu, igelitového sáčku, a s ním do prostoru studny scintilačního detektoru, spojeného s automatickým jednobáňovým spektrometrem, který je nastaven na měření energetického intervalu 187 ± 30 keV, odpovídajícího spektrální čáře ^{226}Ra . Ze změřené hodnoty četnosti impulsů po odpočtu pozadí a známých výchozích parametrů zachytu vypočítáme koncentraci ^{226}Ra v odpadní vodě. Statistickým zhodnocením výsledků stanovení lze zjistit, že popisovaná metoda má řádově stejnou přesnost jako uzanční metoda EDTA v modifikaci podle Veřmiřovského a Bučiny (Jaderná energie, 12/11, 1966, 413.).

Příklad 2

Do kolonky podle příkladu 1 se naplaví 100 ml sorbentu, aktivovaného hydratovaným kyslíčnickem manganičitým, použije se technologického postupu, popsáno v příkladu 1, lišícího se pouze v tom, že průtok vodné fáze, kontaminované nuklidem ^{85}Sr , se zajistí peristaltickým čerpadlem. Po ukončení sorpce se změří tok záření gama sorbentu a vypočte se koncentrace ^{85}Sr ve vodné fázi.

Příklad 3

Do kolonky podle příkladu 1 se naplaví 100 ml sorbentu aktivovaného roztokem ferrokyanidu a za týchž technologických podmínek jako v příkladu 1 se zachycuje z vratné vody jaderné elektrárny, směs štěpných produktů, obsahující nuklidy ^{144}Ce , ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{95}Zr , ^{95}Nb , $^{106}(\text{Ru}+\text{Rh})$, ^{133}Ba a ^{140}La . Záření gama z nasyceného sorbentu se měří Ge/Li detektorem ve spojení s mnohakanálovým amplitudovým analyzátozem a koncentrace jednotlivých radionuklidů ve vratné vodě se vypočte podle četnosti impulsů, příslušné naměřeným píkům totální absorpce s přihlédnutím k účinnosti měření daného detektoru pro jednotlivé oblasti zájmu podle energie.

Příklad 4

Do kolony podle příkladu 1 se naplaví 100 ml silně bázičského anexu a za týchž technologických podmínek, jako uvedeno v příkladu 3, se zachycuje z vodné fáze nuklid ^{131}J . Tok záření gama nasyceného sorbentu se změří a vypočte se koncentrace ^{131}J ve vodné fázi.

Příklad 5

Do tlakového filtru, vestavěného pevně do prostoru studny detektoru NaJ/Tl se vnese 100 ml sorbentu, aktivovaného hydratovaným kysličníkem titaničitým, filtr se připojí k čerpadlu, které jej napájí roztokem, obsahujícím přirozenou směs uranu, obohacenou o 6,5 % ^{235}U , v koncentraci řádově 10^{-2}U/l . Technologickým postupem podle příkladu 1 se izotopy uranu zachytí na sorbentu a po ukončení sorpce se změří v energetických intervalech $90 \pm 20 \text{ keV}$ a $185 \pm 30 \text{ keV}$ četnost impulsů, z níž se vypočítá koncentrace uranu ve vodné fázi a poměr izotopů $^{238}\text{U} : ^{235}\text{U}$.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob stanovení koncentrace zářičů gama ve vodách, technologických roztocích na bázi sorpce pomocí iontoměničů, vyznačující se tím, že pevný iontoměnič, například biosorbent na bázi mycelia houby kmene *Penicillium chrysogenum*, se umístí do tlakového filtru a ten přímo do detekčního zařízení, například studnového scintilačního nebo polovodičového detektoru na bázi germania, v němž se uvede do styku se známým objemem vodné fáze, přičemž dojde k sorpci nuklidů, přítomných ve vodné fázi a stanoví se tok záření gama sorbentu, z něhož se pak vypočte koncentrace nuklidů ve vodné fázi.

2. Způsob stanovení podle bodu 1, vyznačující se tím, že tlakový filtr s pevným sorbentem se uvede do styku s vodnou fází mimo detektor a vkládá se do něj až po ukončení sorpce a před vlastním měřením.

3. Způsob stanovení podle bodu 1, vyznačující se tím, že záchyt nuklidů se provede v kolonce, po jeho ukončení se sorbent přenesse do vodotěsného obalu ze syntetického materiálu, například polyethylenu nebo polypropylenu, tento se pevně uzavře a vloží do detektoru záření gama, v němž se provede vlastní měření.