



Státní ústav radiace ochrany, v. v. i.

Certifikovaná metodika

Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin

Vypracovala Mgr. Kamila Šťastná

Výsledek projektu Bezpečnostního výzkumu České republiky, Projekt MV ČR – BV „Výzkum pokročilých metod detekce, stanovení a následného zvládnutí radioaktivní kontaminace“, identifikační kód VF20102015014

Rok uplatnění metodiky: 2015

Oponenti RNDr. Hana Bílková, Státní úřad pro jadernou bezpečnost
Mgr. Marek Kurfiřt, LRKO JE Temelín

Schválil

Vedoucí odboru

RNDr. Petr Rulík

Archivní označení

00-00-00

Výtisk číslo

1

Rozdělovník

Výtisk	Převzal	Datum	Podpis

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 2 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Změnový list

Číslo změny	Vypracoval	Důvod změny		Schválil	Účinnost od
	Jméno, podpis	Nové listy:	Zrušené listy:	Jméno, podpis	
01					
02					
03					
04					
05					
06					
07					

Přehled revizí

Číslo revize	Důvod revize	Účinnost revize od
0	Původní dokument	

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 3 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Obsah

<i>Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin</i>	1
Cíl metodiky	4
Specifikace metody	4
Charakteristika nuklidů.....	4
Přístroje, pomůcky, chemikálie	5
Příprava vzorků půdy nebo vegetace.....	7
Rozklad a rozpuštění vzorků půdy nebo popela vegetace.....	7
Předběžné zkoncentrování aktinidů spolusrážením s fluoridem vápenatým	8
Separace plutonia a americia extrakční chromatografií.....	8
Příprava vzorků pro spektrometrii záření alfa.....	9
Měření aktivity.....	9
Výpočet hmotnostní aktivity ²⁴¹Am	10
Vyjadřování výsledků	11
Výpočet hmotnostní aktivity izotopů Cm.....	11
Vyjadřování výsledků	12
Výpočet hmotnostní aktivity izotopů Pu.....	12
Vyjadřování výsledků	13
Řízení kvality.....	13
Vnitřní kontrola	13
Záznamy	13
Protokol o zkoušce	15
Novost postupu.....	15
Popis uplatnění metodiky	15
Schéma rychlého stanovení plutonia a americia	16
Použitá literatura	16

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 4 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Cíl metodiky

Cílem metodiky je rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm pomocí extrakční chromatografie a spektrometrie alfa ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin. Metodika je určena pro pracoviště SÚRO Praha/laboratoře začleněné v RMS ČR.

Specifikace metody

Za základ byla zvolena metoda IAEA/AQ/11. Metoda byla rozšířena o stanovení ve vzorcích rostlinstva a potravin. Metoda byla modifikována s ohledem na odstranění interferencí a zvýšení výtěžku postupu.

Izotopy Pu a Am (Cm) jsou ze vzorků půdy pomocí extrakční chromatografie separovány po mineralizaci alkalickým tavením a zkoncentrování spolusrážením s fluoridem vápenatým. Aktivity jednotlivých radionuklidů jsou měřeny spektrometrií alfa. Vzorky na měření spektrometrií alfa se připravují spolusrážením s fluoridem ceritým. Výtěžky separace jsou stanoveny pomocí přídatku izotopových monitorů výtěžku.

Charakteristika nuklidů

Izotop	Energie (MeV)	Zastoupení (%)	Poločas (roky)
²⁴² Pu	4,901	77,5	3,73.10 ⁵
	4,856	22,4	
²³⁹ Pu	5,156	73,2	2,41.10 ⁴
	5,143	15,1	
	5,105	10,6	
²⁴⁰ Pu	5,168	73,5	6564
	5,124	26,4	
²³⁸ Pu	5,499	71,6	87,7
	5,456	28,3	
²⁴³ Am	5,275	87,4	7370
	5,234	11,0	
	5,181	1,1	
²⁴¹ Am	5,486	84,5	432,2
	5,443	13,0	
	5,388	1,6	
²⁴⁴ Cm	5,805	76,4	18,10
	5,763	23,6	

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 5 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Izotop	Energie (MeV)	Zastoupení (%)	Poločas (roky)
²⁴² Cm	6,113	74,0	0,446
	6,069	25,0	

Přístroje, pomůcky, chemikálie

Ke stanovení se použijí kromě běžného laboratorního vybavení tyto přístroje, pomůcky a chemikálie:

Boritan lithný – pevný LiBO₂

Dusičnan ceritý 50 µg Ce/100 µl roztok: 0,155 g Ce(NO₃)₃·6 H₂O se rozpustí v demineralizované vodě a doplní na 100 ml.

Dusičnan sodný – pevný NaNO₃

Dusitan sodný – pevný NaNO₂

Chlorid vápenatý nebo dusičnan vápenatý – pevný CaCl₂ nebo CaCl₂·6 H₂O nebo Ca(NO₃)₂·4 H₂O

Chlorid titanitý 15% – roztok v 10% HCl, skladuje se v chladničce, po otevření maximálně po dobu jednoho měsíce.

Jodid draselný – pevný KI

Kyselina askorbová – pevná

Kyselina boritá – pevná H₃BO₃

Kyselina dusičná koncentrovaná – 65% (14,4mol l⁻¹) HNO₃

Kyselina dusičná 2mol l⁻¹ : 138 ml koncentrované HNO₃ na 1 litr

Kyselina dusičná 2mol l⁻¹ / dusitan sodný 0,01mol l⁻¹ : Pro každý vzorek se rozpustí 25 mg NaNO₂ v 25 ml 2mol l⁻¹ HNO₃. **Připravuje se vždy čerstvý.**

Kyselina fluorovodíková koncentrovaná – 40% (22,6mol l⁻¹) HF

Kyselina fluorovodíková 4% – 1:9 (V:V) koncentrovaná HF:demineralizovaná voda

Kyselina fluorovodíková 1% – 1:39 (V:V) koncentrovaná HF:demineralizovaná voda

Kyselina chlorovodíková koncentrovaná – 35% (11,3mol l⁻¹) HCl

Kyselina chlorovodíková 4mol l⁻¹ : 353 ml koncentrované HCl na 1 litr

Kyselina chlorovodíková 4mol l⁻¹ / chlorid titanitý 0,01mol l⁻¹ : Pro každý vzorek se smísí 100 µl 15% TiCl₃ (v 10% HCl) s 10 ml 4mol l⁻¹ HCl. **Připravuje se vždy čerstvý.**

Kyselina chlorovodíková 4mol l⁻¹ / kyselina fluorovodíková 0,1mol l⁻¹ : Pro každý vzorek se smísí 50 µl koncentrované HF s 10 ml 4mol l⁻¹ HCl.

Kyselina chlorovodíková 2mol l⁻¹ : 177 ml koncentrované HCl na 1 litr

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 6 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Prefilter resin – používá se materiál se zrněním 100–150 μm . Je možné ho zakoupit u firmy Eichrom Industry. Před použitím se materiál namočí v demineralizované vodě a ponechá bobtnat minimálně jednu hodinu.

Síran amonno-železnatý – pevný $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Mohrova sůl

Standardní roztok ^{243}Am

Standardní roztok ^{242}Pu

TRU Resin – extrakční činidlo oktyl(fenyl)-N,N-diisobutylkarbamoylmethylfosinoxid (zkratka CMPO) rozpuštěné v tri-*n*-butylfosfátu jako $0,75\text{mol l}^{-1}$ roztok vázaný na inertním nosiči (Amberlite XAD-7). Používá se materiál se zrněním 100–150 μm . Před použitím se materiál namočí v demineralizované vodě a ponechá bobtnat minimálně jednu hodinu.

Uhličitan sodný – pevný Na_2CO_3 , bezvodý

Odměrné baňky

Odměrné válce

Laboratorní pipety skleněné

Laboratorní pipety automatické

Plastové špičky na automatické pipety

Pipety Pasteuer nesterilní se stupnicí 3 ml

Platinové kelímky

Laboratorní lžičky nerezové nebo plastové

Kvantitativní filtrační papír středně rychle filtrující

Kvantitativní filtrační papír hustý

Nerezové kleště s poplatinovanými špičkami

Sada skleněných kádinek (100–150 ml)

Teflonová magnetická míchadla

Odstraňovač magnetických míchadel

Hodinová sklička

Stojan laboratorní

Kruhy na filtraci

Skleněné nálevky

Teflonové nebo polypropylenové (PP) kádinky (50–250 ml)

Plastové filtrační aparatury pro filtrační membrány o průměru 24 a 50 mm.

Filtrační membrány Pragopor 6 (velikost pórů 0,40 μm) o průměru 50 mm a Pragopor 11 (velikost pórů 0,05 μm) o průměru 24 mm

Polypropylenové odsávací baňky 250 a 500 ml

Pinzeta

Umělohmotné polypropylenové chromatografické kolonky 9 cm vysoké, s 2ml objemem lože (0,8 x 4 cm) a 10ml zásobníkem mobilní fáze (BIO-RAD), opatřené 70 mikronovým filtrem, nebo jiné vhodné kolonky

Plastový stojan na kolonky

Oboustranná lepicí páska

Nerezové destičky o průměru 30 mm

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 7 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

PS Petriho misky 55 x 14 mm

Sušárna

Váhy s přesností 0,01 g

Analytické váhy s přesností 0,0001 g

Muflová pec

Elektromagnetická míchačka

Varič plotnový

Infračervená lampa

Spektrometrický systém pro měření záření alfa s vyhodnocovacím softwarem

Příprava vzorků půdy nebo vegetace

Vzorek půdy se před analýzou vysuší a zváží, odstraní se kameny a větvičky, které zvážíme, a vzorek se pokud možno homogenizuje.

Vzorky vegetace nebo potravin jsou nejprve sušeny v sušárně při 105 °C po dobu 2 hodin a následně spáleny v peci při postupném nárůstu na 530 °C během 1 hodiny a ponechání po dobu 2 hodin. Navážka se bere taková, abychom získali přibližně 3 g popela. U vegetace a zeleniny počítáme s přibližně 0,5-1% popela vztaženo k čerstvé váze, u ostatních potravin s 1-2 %. U potravin včetně zeleniny se ke stanovení běžně bere jedlý podíl. Pouze tam, kde jde výhradně o stanovení povrchové kontaminace, bere se listová část bez úpravy.

Rozklad a rozpuštění vzorků půdy nebo popela vegetace

1. Do platinového kelímku se pipetou odměří monitor výtěžku izotopů plutonia – přibližně 20-30 mBq ^{242}Pu a odpaří se velmi opatrně do sucha na plotnovém vaříči.
2. Do platinového kelímku s odpařeným monitorem výtěžku ^{242}Pu se pipetou odměří monitor výtěžku pro stanovení ^{241}Am – přibližně 20-30 mBq ^{243}Am a odpaří se velmi opatrně do sucha na plotnovém vaříči.
3. Do platinového kelímku s odpařenými monitory výtěžku se naváží 0,5 g vzorku půdy nebo popela potraviny (rostliny) a rovnoměrně se rozprostře.
4. Do platinového kelímku s odpařenými monitory výtěžku a vzorkem se postupně na sebe naváží 0,2 g NaNO_3 (oxidační činidlo), 0,2 g Na_2CO_3 , 2,0 g LiBO_2 (tavidla) a 0,1 g KI (činidlo zabraňující smáčení).
5. Platinový kelímek se umístí do muflové pece a spustí se nastavený program: nárůst na 200 °C během 20 minut, udržováno při 200 °C po dobu 20 minut, nárůst na 900 °C během 20 minut, udržováno při 900 °C po dobu 20 minut.
6. Kelímek s taveninou se vytáhne kleštěmi s poplatinovanými špičkami a ponechá zchladnout postavený na dlaždici (asi 2 minuty).
7. Do kelímku se vloží míchadlo, kelímek se vloží do 100ml skleněné kádinky, upevní složeným filtračním papírkem a umístí na magnetickou míchačku.
8. Tavenina se postupně za míchání na magnetické míchačce rozpouští postupně ve 30, 30 a 20 ml 2mol l^{-1} HCl za přelívání do 150ml skleněné kádinky. Kelímek se vypláchne 10 ml 2mol l^{-1} HCl.

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 8 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

9. Roztok taveniny se zfiltruje přes středně hustý filtrační papír (žlutá páska) vložený ve skleněné nálevce umístěné ve filtračního kruhu upevněném na laboratorním stojanu do 250ml PP kádinky. Skleněná kádinka se vypláchne 10 ml 2mol l⁻¹ HCl a filtr se výplachem promyje.

Předběžné zkoncentrování aktinidů spolusražením s fluoridem vápenatým

1. Aktinidy se předběžně zkoncentrují spolusražením se fluoridem vápenatým. Frakce se tak zbaví některých jedno- a dvojmocných iontů.
2. K roztoku mineralizované matrice se přidá 300 mg Ca (tj. 1,77 g Ca(NO₃)₂·4 H₂O nebo 1,64 g CaCl₂·6 H₂O nebo 0,83 g CaCl₂) a pokud má vzorek nízký obsah železa (roztok je bezbarvý nebo pouze slabě žlutý) přidá se dále 100 mg Mohrovy soli a rozpustí za míchání na elektromagnetické míchačce.
3. Po rozpuštění se přidá 100 mg kyseliny askorbové (redukce plutonia) a roztok se míchá do zmizení žlutého zbarvení.
4. Za míchání se postupně přidává po kapkách 25 ml koncentrované HF a poté se roztok ponechá míchat další půl hodiny. Sraženina se ponechá usadit.
5. Vzorek se zfiltruje přes membránový filtr o průměru 50 mm s velikostí pórů 0,40 μm umístěný v teflonové filtrační aparatuře. Kádinka se vypláchne a sraženina promyje celkem 5 ml 4% HF.
6. Do 150ml skleněné kádinky se naváží 400 mg kyseliny borité a přidají se 2 ml 2mol l⁻¹ HNO₃. Filtr se sraženinou se přenese pinzetou do kádinky s kyselinami.
7. Z filtračního nástavce se 4 ml 2mol l⁻¹ HNO₃ spláchnou ulpělé zbytky sraženiny do kádinky s filtrem. Filtr se vyjme pinzetou a zbytky sraženiny a kyselina boritá ulpělé na membráně se spláchnou dalšími 4 ml 2mol l⁻¹ HNO₃.
8. Mírným zahříváním na plotně se sraženina rozpustí. Pokud se sraženina nerozpustí v přidaném objemu HNO₃ 2mol l⁻¹, lze přidáním další kyseliny objem zvýšit až na 50 ml. V případě, že i v tomto objemu vypadávají krystalky kyseliny borité, je vhodné vzorek zfiltrovat přes hustý kvantitativní filtrační papír.

Separace plutonia a americia extrakční chromatografií

1. K vychladlému roztoku se přidá 50 mg NaNO₂ a roztok se ponechá stát po dobu 1 hodiny (úprava oxidačního stavu Pu na Pu⁴⁺).
2. Prefilter a TRU resin (každý zvlášť) se ponechají nabotnat v demineralizované vodě po dobu alespoň jedné hodiny.
3. Na dno chromatografické kolonky se umístí 0,2 ml nabotnalého Prefilter resin a nad něj 1 ml TRU resin. Vrstva se zakryje kroužkem filtračního papíru, který zabraňuje zvíření materiálu při nalévání roztoků. Kolona se promyje 20 ml demineralizované vody, 10 ml 2mol l⁻¹ HNO₃ a 10 ml čerstvě připraveného roztoku 2mol l⁻¹ HNO₃/0,01mol l⁻¹ NaNO₂.

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 9 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

- Vzorek se důkladně promíchá, aby došlo k odstranění bublinek vzniklých rozkladem NaNO_2 , nanese na kolonku a nechá protéct.
- Kádinka se opláchne 5 ml $2\text{mol l}^{-1} \text{HNO}_3/0,01\text{mol l}^{-1} \text{NaNO}_2$, oplach se nanese na kolonku a nechá protéct.
- Kolonka se dále promyje 10 ml $2\text{mol l}^{-1} \text{HNO}_3/0,01\text{mol l}^{-1} \text{NaNO}_2$.
- Am se z kolonky eluuje 2 ml $9\text{mol l}^{-1} \text{HCl}$ a následně 10 ml $4\text{mol l}^{-1} \text{HCl}$ do 50ml PP kádinky.
- Kolonka se promyje 10 ml $4\text{mol l}^{-1} \text{HCl}/0,1\text{mol l}^{-1} \text{HF}$ (odstranění Th).
- Pu se z kolonky eluuje 10 ml $4\text{mol l}^{-1} \text{HCl}/0,01\text{mol l}^{-1} \text{TiCl}_3$ do 50ml PP kádinky.

Příprava vzorků pro spektrometrii záření alfa

- K eluátům v PP kádinkách se přidá 100 μl roztoku Ce^{3+} (tj. 50 $\mu\text{g Ce}^{3+}$) a promíchá se kroužením kádinkou.
- K eluátům s přidaným Ce^{3+} se dále postupným přikapáváním po 0,5 ml dílech přidají celkem 3 ml koncentrované HF. Mezi jednotlivými přídávky se obsah kádinky promíchá krouživým pohybem.
- Po přidání celého množství koncentrované HF se obsah kádinky ponechá stát 0,5 hodiny.
- Vzorek se zfiltruje přes membránový filtr o průměru 24 mm s velikostí pórů 0,05 μm umístěný v plastové filtrační aparatuře. Kádinka se vypláchne 3 ml 1% HF a filtrační nástavec se omyje 2 ml 1% HF.
- Membrána se sraženinou se položí na vhodnou podložku (ne plast) a suší při maximálně 50 $^{\circ}\text{C}$ (v sušárně nebo pod IR lampou).
- Usušený filtr se připevní oboustrannou páskou na destičku z nerezové oceli, která se předem označí číslem vzorku a stanovovaným radionuklidem. Destička se vloží do PS Petriho misky označené stejnými údaji.
- Vzorek se předá oddělení spektrometrie ke změření alfa spektrometrií.

Měření aktivity

Aktivita deponovaná na filtru se měří pomocí spektrometrie alfa v alfa-spektrometrickém systému běžným způsobem.

Plocha detektoru je 1200 mm^2 a vzdálenost vzorku od detektoru cca. 10 mm. Měří se 43000 až 84000 s, případně po dosažení 3000 impulsů v píku hledaného radionuklidu. Postup měření i energetická a účinnostní kalibrace i měření pozadí se provedou standardním způsobem. Jsou podrobně popsány např. v metodice VDMI 097 (2).

Po ukončení měření se na základě energetické kalibrace vyznačí oblasti zájmu příslušných nuklidů a po odečtení pozadí v příslušných oblastech zájmu se vypočítají plochy pod píky.

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 10 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Z ploch hledaného nuklidu a stopovače (monitoru výtěžku) se vypočítá aktivita hledaného nuklidu.

Výpočet hmotnostní aktivity ^{241}Am

Ve spektru se vyhodnotí píky ^{243}Am a ^{241}Am . Hmotnostní aktivita ^{241}Am $A_{^{241}\text{Am}}$ se vypočítá podle známého přídávku monitoru výtěžku ^{243}Am a navážky vzorku

$$A_{^{241}\text{Am}} = \frac{A_{^{243}\text{Am}} \cdot (N_{^{241}\text{Am}} - N_{B^{241}})}{N_{^{243}\text{Am}} - N_{B^{243}}} \cdot \frac{1}{m} \quad [\text{Bq kg}^{-1}]$$

a standardní nejistota

$$\Delta A_{^{241}\text{Am}} = A_{^{241}\text{Am}} \cdot \sqrt{\frac{\sigma^2_{N_{^{241}\text{Am}}} + \sigma^2_{N_{B^{241}}}}{(N_{^{241}\text{Am}} - N_{B^{241}})^2} + \frac{\sigma^2_{N_{^{243}\text{Am}}} + \sigma^2_{N_{B^{243}}}}{(N_{^{243}\text{Am}} - N_{B^{243}})^2} + 0,05^2},$$

kde $A_{^{241}\text{Am}}$ a $A_{^{243}\text{Am}}$ je aktivita ^{241}Am respektive ^{243}Am , $A_{^{243}\text{Am}}$ je známý přídavek,

$N_{^{241}\text{Am}}$ a $N_{^{243}\text{Am}}$ je plocha píky ^{241}Am respektive ^{243}Am v alfa-spektru za čas měření

$N_{B^{241}}$, $N_{B^{243}}$ jsou plochy píků pozadí v příslušných oblastech zájmu za čas měření

$\sigma^2_{N_{^{241}\text{Am}}}$, $\sigma^2_{N_{^{243}\text{Am}}}$, $\sigma^2_{N_{B^{241}}}$ a $\sigma^2_{N_{B^{243}}}$ jsou rozptyly stanovení plochy příslušných píky a příslušného pozadí,

m je hmotnost vzorku odebraného pro stanovení v kg,

0,05 je odhad nejistoty dané vážením vzorku, odměřením monitoru výtěžku a nejistotou aktivity monitoru výtěžku.

Při výpočtu standardní nejistoty a nejnižší významné a nejnižší detekovatelné aktivity uvažujeme u rychlé metody rovnost časů měření vzorku a pozadí.

Vztah pro standardní nejistotu lze pak upravit na

$$\Delta A_{^{241}\text{Am}} = A_{^{241}\text{Am}} \cdot \sqrt{\frac{N_{^{241}\text{Am}} + N_{B^{241}}}{(N_{^{241}\text{Am}} - N_{B^{241}})^2} + \frac{N_{^{243}\text{Am}} + N_{B^{243}}}{(N_{^{243}\text{Am}} - N_{B^{243}})^2} + 0,05^2} \quad [\text{Bq kg}^{-1}]$$

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 11 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Nejmenší významná aktivita a_{NV} a nejnižší detekovatelná aktivita a_{ND} ve vzorku na hladině významnosti 95% se vypočítá podle vzorce:

$$a_{NV} = \frac{1,645 * \sqrt{N_{B241} * 2}}{\varepsilon * R * m * t_B} \quad [\text{Bq kg}^{-1}],$$

$$a_{ND} = \frac{1,645^2}{\varepsilon * R * m * t_S} + 2 * a_{NV} \quad [\text{Bq kg}^{-1}],$$

kde t_S, t_B jsou doba měření vzorku a pozadí = t_S [s],
 N_B je počet impulsů pozadí za dobu t_B v energetickém intervalu,
 ε je účinnost detekce,
 m je hmotnost vzorku odebraného pro stanovení v kg
 R je přibližný chemický výtěžek vypočítaný ze vztahu:

$$R = \frac{(N_{243Am} - N_{B243})}{t_S \cdot A_{Am243} \cdot \varepsilon},$$

kde A_{Am243} je známý přírůstek monitoru výtěžku v Bq,
 t_S je doba měření vzorku v s.

Vyjadřování výsledků

Pokud je aktivita ^{241}Am A_{241Am} vyšší než nejmenší významná aktivita a_{NV} , uvede se jako výsledek stanovení $A_{241Am} \pm \Delta A_{241Am}$. V ostatních případech se uvede jako výsledek stanovení “méně než a_{NV} ”.

Výpočet hmotnostní aktivity izotopů Cm

Pro výpočet aktivity izotopů curia se použije chemický výtěžek americia násobený faktorem 0,93. (Výtěžek separace americia a curia extrakční chromatografií na TRU Resin se liší přibližně faktorem 0,93.)

$$A_{242Cm} = \frac{A_{243Am} * (N_{242Cm} - N_{B242})}{0,93 * (N_{243Am} - N_{B243})} * \frac{1}{m} \quad [\text{Bq kg}^{-1}].$$

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 12 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Nejmenší významná aktivita a_{NV} a nejnižší detekovatelná aktivita a_{ND} ve vzorku na hladině významnosti 95% se vypočítají podle vzorce pro ^{241}Am s použitím koeficientu 1/0,93.

Vyjadřování výsledků

Pokud je aktivita stanovovaného izotopu curia A_i vyšší než nejmenší významná aktivita a_{NV} , uvede se jako výsledek stanovení $A_i \pm \Delta A_i$. V ostatních případech se uvede jako výsledek stanovení “méně než a_{NV} ”.

Výpočet hmotnostní aktivity izotopů Pu

Ve spektru se vyhodnotí píky ^{242}Pu a stanovovaných izotopů Pu. Aktivita stanovovaných izotopů se vypočítá podle známého přídávku monitoru výtěžku ^{242}Pu přímou úměrou:

$$A_i = \frac{A_{^{242}\text{Pu}} * (N_i - N_{Bi})}{N_{^{242}\text{Pu}} - N_{B^{242}}} * \frac{1}{m}, \quad [\text{Bq kg}^{-1}]$$

a standardní nejistota

$$\Delta A_{^{241}\text{Am}} = A_{^{241}\text{Am}} \cdot \sqrt{\frac{N_i + N_{Bi}}{(N_i - N_{Bi})^2} + \frac{N_{^{242}\text{Pu}} + N_{B^{242}}}{(N_{^{242}\text{Pu}} - N_{B^{242}})^2} + 0,05^2}$$

kde $A_{^{242}\text{Pu}}$ a A_i je aktivita ^{242}Pu , respektive stanovovaného izotopu Pu i , $A_{^{242}\text{Pu}}$ je známý přídavek,

$N_{^{242}\text{Pu}}$ a N_i je plocha píky ^{242}Pu , respektive stanovovaného izotopu Pu i v alfa-spektru,

N_{Bi} , $N_{B^{242}}$ jsou plochy píků pozadí v příslušných oblastech zájmu za čas měření,

m je hmotnost vzorku odebraného pro stanovení v kg,

$\sigma^2_{N_{^{242}\text{Pu}}}$, $\sigma^2_{N_i}$, $\sigma^2_{N_{B^{242}}}$ a $\sigma^2_{N_{Bi}}$ jsou rozptyly stanovení plochy příslušných píky a příslušného pozadí.

Nejmenší významná aktivita a_{NV} a nejnižší detekovatelná aktivita a_{ND} ve vzorku na hladině významnosti 95% se vypočte podle vzorce:

$$a_{NV} = \frac{1,645 * \sqrt{N_{Bi}} * 2}{\varepsilon * R * m * t_B} \quad [\text{Bq.kg}^{-1}],$$

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 13 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

$$a_{ND} = \frac{1,645^2}{\varepsilon * R * m * t_s} + 2 * a_{NV} \quad [\text{Bq.kg}^{-1}],$$

kde t_s, t_B jsou doba měření vzorku a pozadí $=t_s$ [s],
 N_B je počet impulzů pozadí za dobu t_B v energetickém intervalu,
 ε je účinnost detekce,
 R je chemický výtěžek,
 m je hmotnost vzorku půdy odebraného pro stanovení v kg.

Vyjadřování výsledků

Pokud je aktivita stanovovaného izotopu plutonia A_i vyšší než nejmenší významná aktivita a_{NV} , uvede se jako výsledek stanovení $A_i \pm \Delta A_i$. V ostatních případech se uvede jako výsledek stanovení “méně než a_{NV} ”.

Řízení kvality

Vnitřní kontrola

Za mimořádné radiační situace je nutná častá kontrola pozadí detektorů. Měří se po každých 6 vzorcích. V případě zamoření komůrky vyčistí se tato a změří se slepý vzorek.

Za normální situace se jednou za 6 měsíců provádí kontrola čistoty monitorů výtěžku a kontrola stanovením slepého vzorku a stanovením čtyř paralelních vzorků.

Záznamy

Ke stanovení hmotnostní aktivity transuranů a k souvisejícím činnostem jsou vedeny záznamy v elektronické formě. Záznamy o průběhu zkoušky jsou vedeny v počítači analytika, který zkoušku provádí v tomto rozsahu:

záznam	vede	uložení – složka
Průvodní list vzorku	Kdo přináší vzorek	Složka „Výsledky-protokoly“
Záznam o přijetí vzorku	Kdo přijímá vzorek	Databáze LabSys Pracovní sešit v počítači analytika

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 14 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

záznam	vede	uložení – složka
Podrobné údaje o vzorku Záznam o průběhu zkoušky s Výsledky měření a výpočtu Údaje o měření a výpočet	Analytik, který provádí zkoušku	Pracovní sešit v počítači analytika
Výsledek zkoušky	Analytik	Databáze LabSys Pracovní sešit v počítači analytika
Protokol o zkoušce	Kdo vystavuje protokol	Databáze LabSys Složka „Výsledky-protokoly“
Záznam o odeslání protokolu	Kdo odesílá protokol	Databáze LabSys
Záznam o likvidaci vzorku	Kdo likviduje vzorek	Databáze LabSys
Kopie certifikátů etalonů	Vedoucí oddělení	Certifikáty etalonů
Záznamy o ředění etalonů	Vedoucí oddělení	Karty radionuklidů
Doklady o metrologickém ověřování a kalibraci měřidel	Vedoucí oddělení	Ověřovací listy (kopie) a kalibrační listy
Záznamy o účasti v MPZ	Vedoucí oddělení	
Záznamy o slepém stanovení	Kdo provádí zkoušku	Databáze LabSys
Záznamy o měřicím zařízením, jeho údržbě a kontrole	Vedoucí oddělení	Záznamy o měřicím zařízení

Identifikace, popis vzorku a výsledky stanovení se vkládají do aplikace LabSys a z ní se převádějí do aplikace MonRaS. Pokud jde o měření mimo radiální monitorovací síť, je vystavován pro každý zkušební vzorek protokol.

Česká republika Státní ústav radiační ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 15 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Protokol o zkoušce

Pokud byly u vzorku požadovány a provedeny ještě další zkoušky, uvádí se údaje o těchto zkouškách a o jejich výsledcích souhrnně v jediném protokolu. Vzory protokolů o zkoušce jsou uvedeny v Provozním řádu Odboru monitorování.

Novost postupu

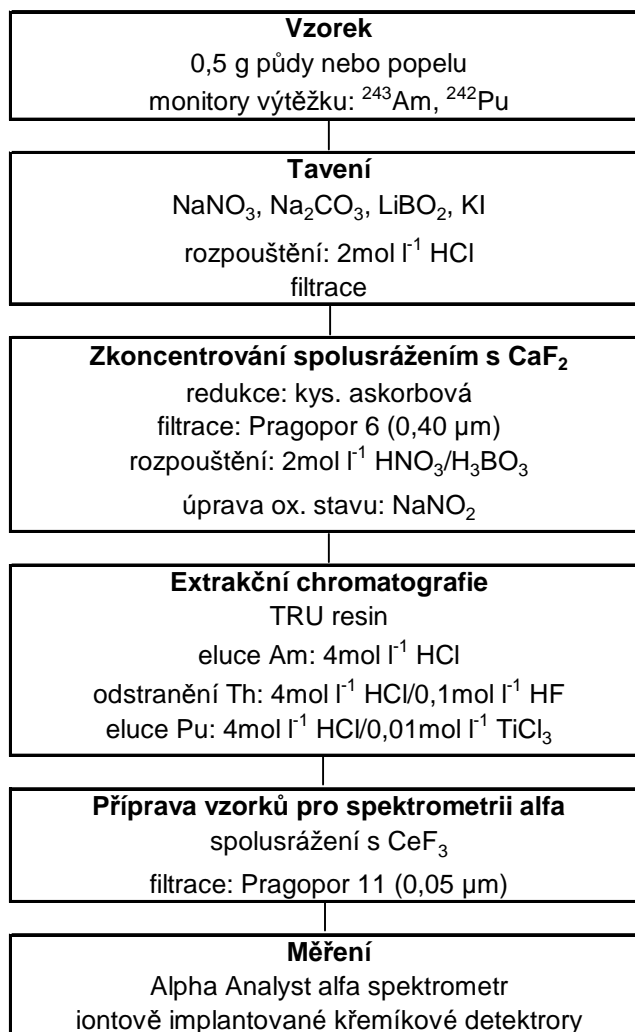
Metoda nebyla dosud v laboratořích radiochemie a spektrometrie alfa začleněných v síti laboratoří Radiační monitorovací sítě ČR zavedena.

Popis uplatnění metodiky

Metodiku uplatní radiochemické laboratoře vybavené spektrometrií alfa, které jsou součástí Radiační monitorovací sítě ČR v situacích, kdy je potřeba rychle rozhodnout o (ne)přítomnosti vyšší aktivity transuranů.

Česká republika Státní ústav radiální ochrany	Metodika SÚRO	Strana: 16 z 16
	Rychlé stanovení izotopů Pu, Am a Cm ve vzorcích půdy, rostlinstva a potravin	Datum účinnosti:

Schéma rychlého stanovení plutonia a americia



Použitá literatura

- IAEA, A Procedure for the Rapid Determination of Pu Isotopes and Am-241 in Soil and Sediment Samples by Alpha Spectrometry, IAEA/AQ/11, IAEA, Vienna (2009)
- Stanovení transuranů v aerosolu z ventilačních komínů JEZ pomocí radiochemické separace a spektrometrie alfa