

# **РАДИОАКТИВНЫЕ ИНДИКАТОРЫ В ХИМИИ**

## **Проведение эксперимента и обработка результатов**

---

Допущено  
Министерством высшего и среднего  
специального образования СССР  
в качестве учебного пособия  
для студентов университетов,  
обучающихся  
по специальности «Химия»



# Техника работы с радиоактивными индикаторами

---

## § 1. Подготовка к проведению эксперимента

Прежде всего следует представить, какие практические преимущества имеет в данном конкретном случае использование радиоактивных индикаторов и нельзя ли поставленную задачу решить иными методами. (Впрочем, любому экспериментатору хорошо известно, что совпадение результатов, полученных двумя или несколькими различными методами исследования, — наилучшая гарантия правильности решения задачи.)

Подготовка химического эксперимента с использованием радиоактивного изотопа должна включать следующие стадии: 1) анализ задачи, которую предполагается решить методом радиоактивных индикаторов, и выбор радиоактивного изотопа, наиболее подходящего для данного исследования; 2) составление плана работы; 3) расчет необходимой активности (общей и удельной); 4) сдачу заказа на поставку радиоактивного изотопа; 5) составление инструкции по работе с радиоактивным изотопом.

**Выбор радиоактивного изотопа.** Если по характеру поставленной задачи нужно выяснить поведение химического соединения как единого целого, достаточно пометить любой нелабильный атом в исходной молекуле. В таком случае возможности для выбора радиоактивного индикатора часто оказываются весьма широки: в качестве метки пригоден радиоактивный изотоп практически любого элемента, входящего в молекулу исследуемого соединения. При этом желательно из всех возможных выбирать наименее радиотоксичный изотоп. Если же поставлена задача изучить поведение отдельных атомов, входящих в состав тех или иных молекул, то можно использовать радиоактивные изотопы только того элемента, атомы которого хотят пометить.

Когда для выполнения работы подходят несколько радиоактивных изотопов с близкой радиотоксичностью, то выбор изотопа определяется как соображениями удобства работы, так и его стоимостью. Наиболее удобно работать с изотопами, периоды полураспада которых не слишком малы, а излучение на имеющейся аппаратуре можно измерить с максимальным значением коэффициента регистрации ф. Во многих случаях подобрать изотоп, полностью удовлетворяющий этим требо-

ваниям, не удастся, и приходится принимать компромиссное решение.

Пусть, например, требуется выбрать радиоактивный изотоп, с помощью которого можно было бы пометить  $\text{BaSO}_4$  для определения растворимости этого соединения в воде. Воспользуемся, например, каталогом «Соединения и изделия с радиоактивными изотопами» (изд-во Всесоюзного объединения «Изотоп». М, 1972). Согласно этому каталогу наша промышленность поставляет следующие радиоактивные изотопы серы и бария:  $^{35}\text{S}$  ( $T_{1/2} = 87,2$  дня,  $\beta$ -излучатель,  $E_{\text{max}} = 0,167$  МэВ);  $^{131}\text{Ba}$  ( $T_{1/2} = 11,5$  дня,  $\gamma$ -излучатель),  $^{133}\text{Ba}$  ( $T_{1/2} = 7,5$  года,  $\gamma$ -излучатель),  $^{140}\text{Ba}$  ( $T_{1/2} = 12,8$  дня,  $\beta^-$ - и  $\gamma$ -излучатель, дающий дочерний  $\beta^-$ -радиоактивный  $^{140}\text{La}$  с  $T_{1/2} = 40,2$  ч). Из этих изотопов  $^{133}\text{Ba}$  относится по радиотоксичности к группе А, а остальные — к более низкой группе В. Среди изотопов  $^{35}\text{S}$ ,  $^{131}\text{Ba}$  и  $^{140}\text{Ba}$  (цена 1 мКи которых приблизительно одинакова) целесообразно выбрать изотоп  $^{35}\text{S}$ , так как период полураспада  $^{35}\text{S}$  достаточно велик, при распаде не образуется дочерних радиоактивных изотопов, а регистрировать  $\beta^-$ -излучение  $^{35}\text{S}$  на таком распространенном детекторе, как счетчик Гейгера—Мюллера, можно со значительно более высокой эффективностью, чем  $\gamma$ -излучение. К тому же защиту от  $\beta^-$ -излучения обеспечить значительно проще, чем от  $\gamma$ -излучения.

Следует отметить, что при выборе радиоактивного изотопа нужно учитывать также, по какой ядерной реакции получают поставляемый изотоп. Радиоактивные изотопы, синтезируемые по ( $n, \gamma$ ) реакции, обычно содержат меньше радиоактивных примесей, чем изотопы, полученные облучением исходной мишени высокоэнергетическими частицами, так как в последнем случае вероятность протекания конкурирующих ядерных реакций значительно выше. Но в то же время по реакции ( $n, \gamma$ ) всегда получают радиоактивные изотопы с носителем, что иногда нежелательно.

Естественные радиоактивные элементы, обладающие большим периодом полураспада и, следовательно, низкими удельными активностями, можно метить более короткоживущими изотопами. Например, для природного  $\alpha$ -радиоактивного тория удобен в качестве индикатора  $\beta^-$ -радиоактивный изотоп  $^{234}\text{Th}$  ( $T_{1/2} = 24$  дня), который можно легко выделить из солей урана.

**Составление плана работы и расчет необходимой активности.** В плане работы следует предусмотреть: распределение по времени основных этапов работы, расход радиоактивного изотопа, составление инструкции по работе с радиоактивным изотопом. По соображениям техники безопасности эксперимент должен быть спланирован таким образом, чтобы время контакта экспериментатора с радиоактивным изотопом было минимальным. Максимальная длительность работы с радиоактивным изотопом определяется кроме требований техники безопасности также величиной периода полураспада  $T_{1/2}$  изотопа. Необходимо, чтобы активность в конце эксперимента была достаточна для надежной регистрации излучения.

Особо важное значение имеет правильное распределение времени при работе с короткоживущими изотопами. К тому моменту, когда

(согласно заявке) ожидается поставка короткоживущего изотопа, должны быть завершены все подготовительные операции, так чтобы радиоактивный изотоп немедленно можно было ввести в работу. В некоторых случаях при работе с короткоживущими изотопами следует заранее предусмотреть возможность круглосуточной работы.

Очень важно правильно рассчитать необходимую величину исходной активности используемого радиоактивного вещества. Как уже отмечалось в гл. 1, § 4, 1, с точки зрения техники безопасности активность взятого радиоактивного вещества должна быть минимальна. К тому же использование высоких активностей может привести к появлению радиационных эффектов, искажающих характер наблюдаемых процессов. Если же использовать радиоактивное вещество со слишком низкой активностью, то это может привести к большим погрешностям при регистрации излучения препарата, связанным со статистическим характером радиоактивного распада (см. гл. 4), или к тому, что вообще не удастся измерить активность полученных препаратов из-за крайне низкого содержания в них радиоактивного изотопа. Поэтому, говоря о необходимой для работы активности, обычно считают, что речь идет о минимально необходимом количестве радиоактивного изотопа, которое позволит выполнить намеченное исследование, т. е. получить интересующий нас результат с заранее требуемой точностью.

Для того чтобы рассчитать необходимую для работы активность, нужно прежде всего решить, какова должна быть скорость счета препаратов, приготовляемых на заключительных этапах планируемого исследования. Если измерения проводят с помощью счетчика Гейгера — Мюллера, то задаются обычно значениями скорости счета  $I$  в интервале от 500 до 2000 имп/мин. Кроме величины  $I$ , для расчета общей активности, необходимой для исследования, нужно знать ряд характеристик изучаемой системы и регистрирующей аппаратуры, которые могут быть различными в зависимости от той или иной конкретной задачи. Например, при определении растворимости минимально необходимую общую активность вводимого в раствор вещества можно найти, если известны: 1. Величина скорости счета пробы  $I$ . 2. Коэффициент регистрации излучения  $\phi$ . 3. Объем пробы. 4. Число проб. 5. Ориентировочное содержание меченого вещества в пробе (ориентировочное значение растворимости). 6. Продолжительность исследования. 7. Количество донной фазы (масса осадка).

**Пример 13.** Найдем активность  $^{89}\text{SrSO}_4$ , необходимую для определения его растворимости в воде при  $25^\circ\text{C}$ , если желательнее, чтобы скорость счета препарата  $I$ , приготовленного из насыщенного раствора, составляла около 500 имп/мин. Предполагается, что объем каждой пробы будет равен 2 мл, общая продолжительность опыта составит 12 ч, пробы (каждый раз по 3 параллельных) будут отбираться с интервалом 1 ч. Коэффициент регистрации  $\phi = 0,06$ . Ориентировочная растворимость  $\text{SrSO}_4$   $10^{-4}$  г/мл. Допустим, что количество донной фазы должно приблизительно в 10 раз превышать содержание  $\text{SrSO}_4$  в растворе.

Период полураспада взятого изотопа  $^{89}\text{Sr}$  равен примерно 51 дню (см. табл. П.1), поэтому при общей продолжительности опыта 12 ч убылью радиоактивного изотопа за счет распада можно пренебречь.

Найдем абсолютную удельную активность  $a_{\text{уд}}$  (распад/мин·г), которую должен иметь  $^{89}\text{SrSO}_4$ , взятый для проведения опыта. Так как скорость счета 1 мл

насыщенного раствора должна составлять  $500/2 = 250$  имп/мин, то, учитывая  $\Phi = 0,06$ , находим абсолютную активность  $^{89}\text{SrSO}_4$ , содержащегося в 1 мл раствора:

$$a_{(1 \text{ мл})} = 250/0,06 = 4,2 \cdot 10^3 \text{ расп/мин.}$$

Принимая во внимание ориентировочное значение растворимости  $\text{SrSO}_4$ , получим

$$a_{\text{уд}} = (4,2 \cdot 10^3)/10^{-4} = 4,2 \cdot 10^7 \text{ расп/мин} \cdot \text{г.}$$

Общее число проб составит  $12 \cdot 3 = 36$ , а объем раствора в отобранных пробах  $36 \cdot 2 = 72$  мл. Естественно, что после отбора всех проб над осадком должно оставаться какое-то количество раствора; допустим, что оно равно 28 мл. Таким образом, всего раствора будет  $72 + 28 = 100$  мл. Максимальное содержание  $\text{SrSO}_4$  в таком объеме насыщенного раствора составит около  $1 \cdot 10^{-4} \cdot 100 = 1 \cdot 10^{-2}$  г. Следовательно, доливной фазы можно взять около  $1 \cdot 10^{-2} \cdot 10 = 1 \cdot 10^{-1}$  г. Таким образом, всего для проведения опыта достаточно использовать  $1 \cdot 10^{-1} + 1 \cdot 10^{-2} \approx 1,1 \cdot 10^{-1}$  г  $^{89}\text{SrSO}_4$ . С учетом потерь, которые неминуемы в ходе приготовления осадка меченого сульфата стронция, разумно синтезировать около 0,15 г  $^{89}\text{SrSO}_4$ ; общая активность осадка, таким образом, составит

$$a = 4,7 \cdot 10^7 \cdot 0,15 = 7 \cdot 10^6 \text{ расп/мин} \approx 3,2 \text{ мКи.}$$

**Заказ изотопа.** Поставка радиоактивных веществ осуществляется через Всесоюзное объединение «Изотоп» по заявкам, согласованным с органами санитарно-эпидемиологической службы и внутренних дел.

В табл. П.1 приведены важнейшие характеристики радиоактивных изотопов, наиболее часто используемых в качестве индикаторов. Всесоюзное объединение «Изотоп» выпускает каталоги, в которых содержатся различные сведения о поставляемых изотопах и источниках ионизирующих излучений. В них; в частности, указываются ядерные реакции, посредством которых получен изотоп, размер порций (фасовок) радиоактивных изотопов в мКи, удельные активности отдельных фасовок, химический составготавливаемых меченых соединений, стоимость заказа и т. п. В тех случаях, когда требуемый изотоп по каким-либо причинам не производится, можно подать заявку на облучение приготовленной мишени, рассчитав предварительно необходимые параметры: интенсивность потока нейтронов, продолжительность облучения, дозу на внешней стенке контейнера после облучения (она не должна превышать предельно допустимого уровня) и т. д.

Выдача радиоактивных изотопов из хранилища на рабочие места производится только по письменному разрешению руководителя учреждения (или уполномоченного им лица) при наличии инструкции по проведению данной работы и необходимых средств защиты.

**Составление инструкции по работе с радиоактивным изотопом.** Перед началом каждой новой работы с радиоактивным изотопом (синтеза меченого соединения, проведения физико-химического исследования и т. д.) должна быть составлена «Инструкция на рабочем месте», в которой следует отразить все конкретные особенности выполнения предстоящих операций. Требования этой инструкции должны строго выполняться наравне с общими правилами работы с радиоактивными изотопами (см. гл. 1, § 7, 1). На стр. 52 — 53 дан пример «Инструкции на рабочем месте».

Все проводимые в лаборатории работы с радиоактивными изотопами должны фиксироваться в специальном журнале, где следует отмечать дату получения радиоактивного вещества, его характеристики, активность (на соответствующее число), а также расход радиоактивного изотопа в опытах, количество неизрасходованного вещества и условий и условия хранения последних.

Ниже в качестве примера показана часть страницы из этого журнала.

*Требование № 01/77 от 5 01.1977. Паспорт № 2500 от 30 12 1976. Изотоп<sup>131</sup>I. Соединение KI (без носителя). Количество 3,5 мл. Активность 24,5 мКи, удельная активность 7 мКи/мл на 31.12.1976. Характеристика изотопа: период полураспада 8,08 дня, тип распада  $\beta$ - $\gamma$ ; группа радиогоксичности Б, полная гамма-постоянная  $K_{\gamma} = 2,25 \text{ Р} \cdot \text{см}^2/\text{ч} \cdot \text{мКи}$ ;  $R_{\text{max}} = 0,316 \text{ г/см}^2$ . Характеристика соединения или препарата: раствор с рН 7,8. Радиохимическая чистота: 99%. Дата выдачи 6 1.1977. Распалось до выдачи со склада: 10 мКи. Выдано: 14,5 мКи. Выдал Иванов (подпись)*

Дата	Активность, мКи	Соединение	В какое помещение и кому выдано	Цель работы	Разрешил проводить работу	Получил изотоп для работы	Распалось в ходе работы, мКи	Сдано в отходы, мКи	Возвращено на склад, мКи	Дата завершения работ с изотопом	Подпись ответственного
6. 01 1977	14,5	KI	комн. 101 Сидорову	Изучение кинетики изотопного обмена	Петров (подпись)	Сидоров (подпись)	12,8	1,8	нет	30. 01. 1977	Федоров

## § 2. Вскрытие упаковки радиоактивных веществ. Приготовление раствора требуемой активности

Многие радиоактивные вещества поставляются Всесоюзным объединением «Изотоп» в виде водных растворов, заключенных в специальные флаконы типа пенициллиновых или в запаянные стеклянные ампулы; твердые радиоактивные вещества поступают в пробирках с притертой пробкой или в специальных флаконах; радиоактивные газы поставляются в стеклянных ампулах. Стеклянные пробирки (флаконы, ампулы), в которые непосредственно помещено радиоактивное вещество, называют внутренней упаковкой. Для защиты от излучения при транспортировке и хранении ампулы, флаконы и пробирки помещают в контейнеры, стенки которых должны снижать уровень радиации до предельно допустимого (см. гл. 1, § 6, 2).

Полученный по заказу радиоактивный изотоп до начала использования хранится в контейнере в специальном хранилище (в сейфе). Перед началом работы знакомятся с паспортом радиоактивного изотопа. В паспорте, в частности, указывается: соединение, в состав которого входит радиоактивный изотоп; общая активность меченого соединения; масса радиоактивного вещества или объем раствора, содер-

«Утверждено»

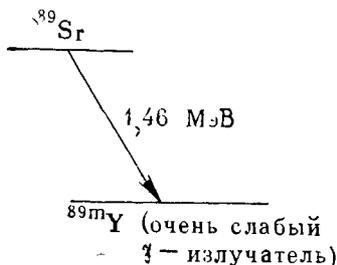
Руководитель предприятия

«    » \_\_\_\_\_ 19    г.

## ИНСТРУКЦИЯ ПО СИНТЕЗУ SrSO<sub>4</sub>, МЕЧЕННОГО

### I. Основные свойства изотопа

Схема распада:



Период полураспада  $T_{1/2} = 50,5$  дней

Величина максимального пробега  $\beta$ -излучения  $R_{\max} = 0,65$  г/см<sup>2</sup>

Группа радиотоксичности: В

Коэффициент регистрации излучения <sup>89</sup>Sr на радиометре с датчиком площадью 150 см<sup>2</sup> с тремя цилиндрическими счетчиками Гейгера—Мюллера  $\varphi = 0,15$ .

Для получения значений загрязненности в расп/мин со 150 см<sup>2</sup> показания радиометра следует умножить на  $K = 1/\varphi = 7$ .

### II. Характер выполняемых операций и условия проведения экспериментов

Наименование операции	Группа операций по классификации «Санитарных правил» (ОСП-72)	Общая активность изотопа, находящегося в работе, микрокюри	Класс работ	Условия проведения эксперимента
1. Отбор нужного количества раствора <sup>89</sup> SrCl <sub>2</sub> без носителя	Простые операции с растворами	250	III	В специально оборудованном боксе. Раствор <sup>89</sup> SrCl <sub>2</sub> хранить на кювете
2. Приготовление меченого раствора <sup>89</sup> SrCl <sub>2</sub> с требуемой концентрацией носителя	Обычные химические операции	3,2	—	На рабочем столе. Радиоактивный раствор <sup>89</sup> SrCl <sub>2</sub> хранить на кювете
3. Осаждение <sup>89</sup> SrSO <sub>4</sub>	То же	3,2	—	На рабочем столе. Все сосуды с радиоактивными веществами хранить на кювете
4. Фильтрация осадка <sup>89</sup> SrSO <sub>4</sub>		3,2	—	То же

«Согласовано»

Начальник службы  
радиационной безопасности

«Согласовано»

Представитель  
санитарно-эпидемиологической  
службы

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 19 \_\_\_\_\_ г.

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 19 \_\_\_\_\_ г.

## РАДИОАКТИВНЫМ ИЗОТОПОМ $^{89}\text{Sr}$

### III. Измерения загрязненности и дезактивация

1. После выполнения каждой операции и в конце рабочего дня необходимо проверить загрязненность рабочего места, раковины и приборов, с которыми был контакт в ходе работы (весы, сушильный шкаф и т. д.).

2. Дезактивацию рабочего места следует проводить до предельно допустимого уровня 5000 расп/мин со 150 см<sup>2</sup>\*. *Помни, что показания радиометра следует увеличивать в 7 раз!*

3. В качестве дезактивирующего раствора служит 1%-ный раствор трилона Б в 1%-ном растворе соды.

4. Все радиоактивные отходы следует помещать в специальные емкости, расположенные в вытяжном шкафу. Выливать в раковину растворы, содержащие  $^{89}\text{Sr}$ , категорически запрещено.

5 После снятия перчаток необходимо проверить руки на загрязненность. Дезактивацию рук производить водой с мылом или моющими средствами.

### IV. Аварийные ситуации

Попадание больших количеств радиоактивного раствора  $^{89}\text{SrCl}_2$  или осадка  $^{89}\text{SrSO}_4$  на поверхности стола или пола.

Для устранения последствий аварии необходимо: обозначить место загрязнения, механически удалить радиоактивное вещество с зараженной поверхности (раствор — фильтровальной бумагой, осадок — влажной ватой), а затем протереть загрязненное место ватным тампоном, смоченным дезактивирующим раствором, до тех пор, пока радиоактивный изотоп не перестанет удаляться при протирке.

Обо всех авариях надлежит немедленно сообщать научному руководителю и дозиметристу. Руководителем данной работы является И. И. Иванов (комната 100), дозиметрист П. П. Петров дежурит в комнате 108.

---

\* Предельно допустимые уровни загрязненности, установленные «Инструкцией на рабочем месте», могут отличаться (но только в сторону занижения) от уровней, установленных ОСП-72.

жащего радиоактивное вещество; удельная активность (обычно мКи/г или мКи/мл) и дата (для короткоживущих изотопов — день и час) ее определения; содержание посторонних радиоактивных изотопов. Для растворов радиоактивных веществ с носителем в паспорте приводится также концентрация носителя.

Часто оказывается необходимым использовать для работы не все количество полученного радиоактивного изотопа, а только его часть. Содержание радиоактивного изотопа в стандартных фасовках обычно составляет 0,5 — 100 мКи. Разумеется, следует заказывать фасовку минимальной активности, которая достаточна для выполнения планируемой работы.

До начала работы с радиоактивным веществом рассчитывают, какую долю исходной фасовки нужно использовать для проведения опыта. Этот расчет целесообразно проводить до вскрытия упаковки, в которой содержится радиоактивный изотоп, так как вскрытие упаковки удобно сочетать с отбором требуемого для опыта количества радиоактивного вещества.

Если оказывается, что для опыта необходима лишь небольшая доля фасовки, то возникает проблема отбора этой доли. В случае растворов ее решают следующим образом. Выясняют, какой минимальный объем раствора можно отобрать с достаточной точностью имеющимися в лаборатории пипетками. Допустим, что он равен 1 мл. Рассчитывают, во сколько раз следует разбавить 1 мл исходного радиоактивного раствора\*, чтобы требуемое количество активности содержалось также в 1 мл. Предположим, что удельная активность исходного раствора составляет 20 мКи/мл, а для опыта необходимо 2 мКи. Необходимое разбавление составит  $20 \cdot 10^3 : 2 = 10^4$  раз. Такое разбавление за одну операцию осуществить трудно, да к тому же и хранение большого объема радиоактивного раствора (в данном случае объем составил бы 10 л) связано с определенными неудобствами. В таких случаях процедуру разбавления осуществляют в несколько стадий. Так, в рассматриваемом примере можно сначала развести 1 мл в колбе на 100 мл, затем 1 мл полученного раствора вновь развести в 100 раз в другой такой же колбе. Общая кратность разбавления, таким образом, составит  $10^2 \cdot 10^2 = 10^4$  раз.

Если нужно отобрать для работы малую часть твердого радиоактивного вещества, можно растворить это вещество (все или некоторую часть) в небольшом количестве растворителя, а затем рассчитать требуемую кратность разведения, как это уже было показано.

Перед вскрытием упаковки радиоактивного вещества нужно тщательно продумать все предстоящие операции. Необходимо рассчитать дозу, создаваемую радиоактивным изотопом (см. гл. 1, § 3) и толщину свинцового экрана, который снизит дозу ниже предельно допустимого уровня (см. гл. 1, § 4). Для этого исходя из паспортных данных

---

\* В случае, если объем исходного раствора меньше того объема, который позволяет отбирать имеющаяся пипетка, можно увеличить его, разбавив исходный раствор водой.

рассчитывают активность радиоактивного изотопа на день вскрытия, затем вычисляют значение дозы на рабочем месте, принимая расстояние  $r$  до источника радиоактивности равным, например, 20 см и продолжительность операции вскрытия  $t = 15$  мин. Определив дозу в отсутствие экрана, рассчитывают толщину экрана, необходимую для снижения дозы до предельно допустимой.

Прежде чем приступить к работе с радиоактивным изотопом, готовят все необходимое для вскрытия упаковки и последующего отбора нужной порции радиоактивного вещества. Следует отметить, что, как и все операции с радиоактивными изотопами, вскрытие упаковки должно проводиться на кювете, в которую рекомендуется постелить фильтровальную бумагу. Во всех случаях необходимы: 1) пинцет или специальные щипцы для извлечения радиоактивного изотопа из контейнера; 2) полоски фильтровальной бумаги; 3) посуда для сбора радиоактивных отходов; 4) дезактивирующий раствор.

Если предполагается вскрывать ампулу с радиоактивным раствором, то следует заранее приготовить:

1) штатив, на котором укреплена пипетка со шприцем или специальной грушей (см. рис. 12) (предварительно на неактивном растворе нужно проверить, хорошо ли держит пипетка засасываемый раствор); на штативе должна быть запасная лапка, в которой при необходимости можно укрепить ампулу с раствором; под пипетку ставят чашку Петри, дно которой покрыто фильтровальной бумагой;

2) мерные колбы (их количество определяется числом стадий последовательного разбавления);

3) флакон на 5 — 25 мл, в который будет помещен неиспользованный исходный раствор;

4) стаканы (в стаканы следует помещать ампулу, флакон и мерные колбы, содержащие радиоактивные растворы);

5) промывалку с дистиллированной водой;

6) инструмент для вскрытия ампулы (победитовый резец и т. п.).

Вся посуда, предназначенная для хранения радиоактивных веществ, должна быть заранее снабжена этикетками с указанием изотопа, соединения (содержащего этот радиоактивный изотоп), даты приготовления и активности.

В тех случаях, когда необходимо вскрыть ампулу с активным раствором, а исследователь впервые приступает к выполнению этой операции, ему нужно предварительно потренироваться на вскрытии запаянных ампул с неактивным раствором (или водой). Вскрытие ампулы можно проводить следующим образом. Держа ампулу над кюветой в левой руке, в правую руку берут резец и на расстоянии примерно 1 — 2 см ниже верхнего конца надрезают ампулу. Далее к месту надреза прикасаются раскаленной докрасна стеклянной палочкой. Если ампула сразу не треснет, то на надрез из промывалки наносят каплю воды. При хорошей тренировке вся процедура надреза и вскрытия ампулы занимает не больше 1 мин.

Если предполагается отбирать порцию твердого вещества, то для работы необходимы: 1) заранее взвешенный бюкс, помещенный на чашку Петри (чашка Петри играет роль подноса); 2) шпатель для отбора

вещества. Его размеры должны соответствовать отверстию пробирки (или флакона), в которой хранится исходное радиоактивное вещество.

Чашка весов, на которой собираются проводить взвешивание бюкса с радиоактивным веществом, должна быть покрыта заранее взвешенным листком кальки или фильтровальной бумаги.

При отборе твердых веществ также необходимо предварительно потренироваться с веществом того же химического состава, но не содержащим радиоактивности. Отбор порции порошкообразных радиоактивных веществ обязательно должен проводиться в специальных боксах.

После того как все подготовительные операции выполнены и получено разрешение на работу с радиоактивным изотопом, контейнер с радиоактивным веществом переносят за защитный экран и вынимают специальным захватом стеклянную ампулу (пробирку, флакон) с радиоактивным изотопом из контейнера. С помощью дозиметрического прибора убеждаются, что экран снижает дозу до предельно допустимого уровня. После вскрытия упаковки проводят с радиоактивным веществом запланированные операции. Остаток радиоактивного вещества вновь помещают в контейнер и переносят в специальное хранилище (сейф). Отходы (жидкие и твердые) собирают в тару для хранения радиоактивных отходов. Фиксируют в «Журнале движения изотопов» взятое для работы и сданное в отходы количество радиоактивного изотопа.

### **§ 3. Очистка изотопа от радиоактивных примесей и определение его радиохимической чистоты**

Многие продажные радиоактивные вещества содержат наряду с основным и ряд примесных радиоактивных изотопов. Этими примесями могут быть радиоактивные изотопы того же элемента, к которому принадлежит основной изотоп (в этом случае говорят о *ядерно-физических примесях*) или радиоактивные изотопы других элементов (так называемые *радиохимические примеси*). Примеси могут оказаться в радиоактивном веществе в результате побочных ядерных реакций при получении требуемого радиоактивного изотопа, а также из-за неполноты разделения продуктов, образовавшихся при ядерной реакции. Кроме того, примеси могут появиться за счет накопления дочерних радиоактивных изотопов при распаде атомов материнского вещества. Как уже отмечалось, в паспорте каждого радиоактивного изотопа указывается, какие примеси и в каких количествах содержатся в поставляемом веществе. При необходимости проводят дополнительную работу по выявлению радиоактивных примесей в используемом веществе. Для этой цели можно воспользоваться, например, методом сцинтилляционной  $\gamma$ -спектроскопии. Если для получения радиоактивного изотопа используют облучение какой-либо мишени, то примеси в основном изотопе могут быть предсказаны путем анализа возможных ядерных реакций в зависимости от состава и химических загрязнений

исходной мишени, вида и энергии бомбардирующих частиц и продолжительности облучения.

Как правило, для проведения исследований нужны вещества, содержащие радиоактивные изотопы только одного определенного элемента (так называемые *радиохимически чистые вещества*). Для отделения радиохимических примесей используют обычные методы разделения веществ (экстракцию, хроматографию, осаждение и т. д.). При этом в случае необходимости в раствор добавляют соответствующие носители (либо основного изотопа, либо радиохимических примесей). Отметим, что иногда очистку от примесей можно и не проводить. Так, если энергия излучения примесного изотопа значительно меньше, чем основного, то при измерении препарата примесное излучение можно полностью поглотить с помощью соответствующего экрана. Таким образом проводят, например, регистрацию  $\beta$ -излучения  $^{32}\text{P}$  в присутствии  $^{35}\text{S}$ . При работе с радиоактивными изотопами, при распаде которых образуются дочерние радиоактивные ядра, очистку исходного вещества не проводят, если период полураспада дочернего продукта достаточно мал. В этих случаях радиоактивные препараты перед регистрацией выдерживают в течение такого времени, чтобы установилось равновесие между дочерним и материнским изотопами. За этот же период неравновесные количества дочернего изотопа, присутствующие в препарате в момент его приготовления, полностью распадаются. Так, при регистрации препаратов, содержащих  $^{144}\text{Ce}$ , необходимое время выдержки составляет около 3 ч, так как период полураспада дочернего  $^{144}\text{Pr}$   $T_{1/2} = 17,3$  мин.

После очистки от радиохимических примесей проверяют радиохимическую чистоту изотопа, используя либо физические (определение периода полураспада, изучение  $\gamma$ -спектра), либо химические методы. Химические методы заключаются в проведении нескольких повторных операций выделения возможных примесей, причем после каждой операции контролируют массовую или объемную активность очищаемого вещества. Постоянство удельных активностей на последовательных стадиях работы свидетельствует о радиохимической чистоте изотопа.

**Пример 14.** Радиоактивное железо  $^{59}\text{Fe}$ , не содержащее изотопного носителя, было получено облучением нейтронами окиси кобальта особой чистоты. Время облучения 10 дней. Какие радиоактивные примеси могут образоваться при облучении и как от них освободиться?

Природный кислород состоит из изотопов  $^{16}\text{O}$ ,  $^{17}\text{O}$  и  $^{18}\text{O}$ , а природный кобальт — из одного изотопа  $^{59}\text{Co}$ . Учитывая это, составим перечень возможных ядерных реакций, приводящих к образованию радиоактивных изотопов (см. табл. 10).

Т а б л и ц а 10

**Характеристика ядерных реакций, протекающих при облучении окиси кобальта нейтронами**

Ядерная реакция	Сечение в миллибарнах (мб)	Период полураспада образующегося изотопа
$^{59}\text{Co} (n, \gamma) ^{60}\text{Co}$	$3,7 \cdot 10^4$	5,3 года
$^{59}\text{Co} (n, p) ^{59}\text{Fe}$	6	45 дней
$^{59}\text{Co} (n, \alpha) ^{56}\text{Mn}$	0,14	2,58 ч
$^{18}\text{O} (n, \gamma) ^{19}\text{O}$	0,2	27 с

Учитывая, что изотопы  $^{56}\text{Mn}$  и  $^{18}\text{O}$  обладают небольшими периодами полураспада, можно прийти к выводу, что полученный изотоп  $^{59}\text{Fe}$  будет загрязнен только одной радиохимической примесью —  $^{60}\text{Co}$ . Для очистки  $^{59}\text{Fe}$  от  $^{60}\text{Co}$  облученный  $\text{CoO}$  растворяют в 8 н.  $\text{HCl}$  и далее экстрагируют  $^{59}\text{Fe}$  изопропиловым эфиром. Для контроля радиохимической чистоты полученного  $^{59}\text{Fe}$  проводят измерения его  $\gamma$ -спектра на сцинтилляционном детекторе. Если эти измерения покажут наличие примеси  $^{60}\text{Co}$ , то экстракцию изопропиловым эфиром следует повторить.

#### **§ 4. Проведение основного эксперимента. Подготовка препаратов для измерения активности**

Эксперимент с мечеными атомами может быть начат только после проведения всей необходимой предварительной работы. Должно быть подготовлено, снабжено соответствующими экранами и манипуляторами место для проведения опыта; приготовлены все необходимые растворы (в том числе активные); собрана и проверена в работе (без активности) установка для проведения эксперимента (проверена герметичность прибора, работа кранов и т. п.). Следует обращать особое внимание и на выбор посуды для работы. Выбирать химическую посуду надо с учетом уровня используемой активности, так как даже после самой тщательной дезактивации на стекле остается адсорбированной 0,1 — 0,01 % исходной активности; простой расчет показывает, что посуда, в которой проводилась работа с активностями порядка десятков милликюри (например, при операции вскрытия ампулы и переливании исходного раствора), непригодна для работ с растворами, активность которых не превышает несколько микрокюри. Адсорбции радиоизотопа на стекле особенно следует опасаться при работе с радиоактивными индикаторами, используемыми без носителя в нейтральной или щелочной среде. В любом случае предпочтительнее пользоваться посудой из кварца или пластмассы (полиэтилен, тефлон и др.).

Как правило, перед проведением опыта с радиоактивными изотопами желательна постановка модельного («холодного») эксперимента, включающего все основные моменты предстоящего опыта, но без использования радиоактивного изотопа. «Холодный» опыт проводится для предварительного ознакомления с отдельными операциями, а также для определения трудностей, которые могут встретиться при работе с активными материалами. Постановка «холодного» эксперимента особенно необходима, когда проводится исследование с применением новых методов или сложной, недостаточно освоенной аппаратуры. Время, затрачиваемое на такой эксперимент, с лихвой окупается за счет уменьшения продолжительности облучения экспериментатора в «горячем» опыте, а также снижения вероятности непредвиденного несчастного случая.

Важным моментом является выбор метода приготовления препаратов для измерения активности. Этот выбор зависит от типа и энергии излучения изотопа, фазового состояния меченого вещества и т. д. Наиболее распространенный метод — приготовление препаратов для измерения в твердом состоянии. Такие препараты обычно вставляют в держатели на определенном расстоянии от детектора излучения. Для ре-

гистрации радиоактивности жидких проб их помещают в чашечки или пробирки; измерения проводят с помощью обычных или специально приспособленных для этой цели детекторов (сцинтиллирующие кристаллы с колодцем). Газообразные вещества (водород, меченный тритием, двуокись углерода, содержащую  $^{14}\text{C}$ , и др.) непосредственно вводят внутрь рабочего объема ионизационного детектора.

Измерение радиоактивности жидкостей имеет известные преимущества перед измерением твердых препаратов. Связано это с тем, что распределение изотопа в жидких препаратах равномерно и, кроме того, размеры жидких препаратов строго фиксированы стенками чашечки. Если проводятся измерения жидкостей, которые содержат изотопы, испускающие  $\gamma$ -кванты или  $\beta$ -частицы достаточно высокой энергии, то для того, чтобы измерения проб давали сопоставимые результаты, необходимо знать массу или объем растворов, взятых для регистрации. Следует иметь в виду, что при регистрации изотопов, испускающих  $\beta$ -частицы, вклад в регистрируемую активность дают только радиоактивные атомы, содержащиеся в верхнем слое жидкости, толщина которого равна максимальному пробегу  $\beta$ -частиц. Так как  $\beta$ -излучение низкой энергии сильно поглощается жидкостью, то измерение активности растворов, содержащих такие  $\beta$ -излучатели, возможно лишь при достаточно высокой удельной активности жидкости. В таких случаях часто предпочитают выпаривать раствор и измерять активность сухого остатка. Отметим, что измерение жидких препаратов не рекомендуется проводить и в случаях, когда растворитель легко летуч.

Твердые препараты готовят испарением, осаждением радиоактивного вещества из раствора, электролизом или электрокапиллярным напылением. Каждый из этих методов имеет свои преимущества и недостатки. При простом выпаривании активного раствора в чашке (или на другой подложке) радиоактивное вещество отлагается неравномерно. Электролитическое осаждение может дать очень тонкие осадки, но их однородность зависит от качества материала подложки, служащей электродом. Кроме того, электролитическое осаждение возможно лишь в частных случаях. При приготовлении препаратов выделением изотопа из раствора с помощью осаждения основная трудность заключается в последующем перенесении и равномерном распределении осадка на соответствующей подложке. Наконец, метод электрокапиллярного напыления довольно трудоемок. Следует учитывать, что относительные измерения будут достаточно точны лишь в тех случаях, когда измеряемые препараты удовлетворяют ряду требований (в частности, необходимо, чтобы все измеряемые препараты были одинаковы по форме и размеру и нанесены на подложки из одинаковых материалов). Если предполагается регистрировать активность твердых препаратов, меченных изотопами, которые при распаде испускают  $\beta$ -частицы низкой энергии, то предпочитают готовить препараты, толщина которых превышает максимальный пробег  $\beta$ -частиц данного изотопа. В этом случае некоторые колебания в толщине слоя практически не скажутся на результатах измерений.

Рассмотрим некоторые из существующих способов приготовления твердых препаратов.

**Приготовление препаратов накапыванием активного раствора на бумажный фильтр.** Предварительно на бумажном фильтре, используя шаблон, проводят карандашом две концентрические окружности, соответствующие внешнему и внутреннему диаметру препарата, который хотят приготовить. Пространство между этими окружностями с помощью кисточки покрывают с двух сторон раствором плексигласа в дихлорэтано. Ставят на кювету штатив с кольцом. На кольцо штатива кладут подсушенный бумажный фильтр и закрепляют его, положив сверху кольцо из стекла или плексигласа. На этом же штативе укрепляют пипетку со шприцем, причем носик пипетки устанавливают на один — полтора сантиметра выше центра фильтра. Под фильтром на штативе укрепляют второе металлическое кольцо, на него кладут асбестовую сетку и под сетку ставят газовую горелку или электроплитку. Приспособление для накапывания имеет вид, схематично изображенный на рис. 13.

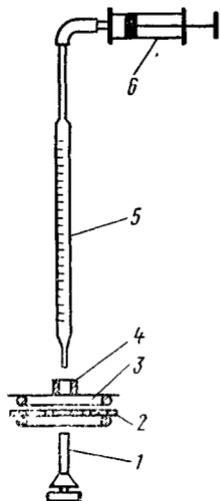


Рис. 13. Приспособление для приготовления препаратов методом накапывания

1 — газовая горелка, 2 — кольцо штатива с асбестовой сеткой, 3 — кольцо штатива с бумажным фильтром, 4 — кольцо из плексигласа, 5 — пипетка, 6 — шприц

В пипетку, предварительно промытую исследуемым раствором, шприцем набирают до определенной метки радиоактивный раствор, зажигают горелку и начинают накапывание. Раствор из пипетки спускают постепенно, по 1—2 капли; перед каждой новой порцией ждут, чтобы фильтр подсох. Особо следят за тем, чтобы активный раствор не прокапывал через фильтр. Накапывать следует не более 0,5 мл.

После подсушивания последней порции раствора поверхность фильтра покрывают лаком\*, накапывая его с помощью капельницы или специальной пипетки. Фильтр подсушивают, затем снимают с кольца, обрезают по заранее отмеченной внешней окружности (оставить «хвостик», рис. 14) и хранят до измерения активности в чашке Петри.

**Приготовление препаратов выпариванием аликвотной части раствора в измерительных чашечках.** Отбирают пипеткой со шприцем определенный объем радиоактивного раствора в измерительную чашечку, изготовленную из стекла, стали, тефлона или другого материала. Чашечку помещают в стеклянную или фарфоровую ванночку и раствор выпаривают под лампой досуха, избегая сильного нагрева.

**Приготовление препаратов осаждением из раствора.** Наиболее общей процедурой, позволяющей одновременно концентрировать активность в малом объеме твердой фазы и выделять исследуемый элемент из смеси, является осаждение радиоактивного изотопа из раствора с кристаллическим осадком. В раствор перед осаждением добавляют в качестве носителя соединение, содержащее стабильный изотоп исследуе-

\* В качестве лака обычно используют раствор плексигласа в дихлорэтано.

мого элемента. Затем проводят осаждение радиоактивного изотопа с носителем. Осадок отделяют от раствора фильтрованием или центрифугированием.

Фильтрование можно проводить на обычной воронке Бюхнера. Однако более удобны разборные воронки, простейшая из которых показана на рис. 15. Насадку 1 обычно изготавливают из стекла или плексигласа. Отшлифованным торцом она плотно прижимает фильтровальную бумагу 4 к стеклянному фильтру 5, что устраняет подсасывание воздуха и ускоряет фильтрование. Перед фильтрованием на стеклянный фильтр 5 кладут бумажный фильтр нужного диаметра; к фильтру с помощью пружин или резинок 3 плотно прижимают насадку. Собранный воронку вставляют на пробке в склянку Бунзена, соединенную с водоструйным насосом. Склянку Бунзена экранируют от работающего специальным кожухом (например, металлическим). Фильтрование ведут при небольшой скорости отсоса, давая осадку отстояться для образования слоя равномерного по толщине. Осадок на фильтре промывают сначала (для удаления маточного раствора) водой, приливаемой по стеклянной палочке небольшими порциями, а затем несколькими миллилитрами ацетона.

По окончании фильтрования дают осадку немного подсохнуть, затем отпускают пружины, крепящие насадку, снимают насадку (на нижней стороне ее не должно остаться частиц осадка), осадок на бумажном фильтре покрывают лаком (см. стр. 60), фильтр подсушивают и хранят в чашке Петри.

Центрифугирование позволяет непосредственно готовить препараты для измерений, если используются центрифужные пробирки с отвинчивающимся дном (рис. 16). Осаждение при этом проводят в той же пробирке; после осаждения пробирку вставляют в держатель центрифуги и проводят центрифугирование. По окончании центрифугирования сливают раствор с осадка. Методом центрифугирования достигается высокая однородность распределения осадка, однако осадок часто захватывает некоторое количество раствора, что может привести к загрязнению препаратов.

**Осаждение из суспензии.** Равномерное распределение твердого радиоактивного вещества по поверхности можно получить, если суспендировать сухой осадок в каком-либо легко летучем ограниченном

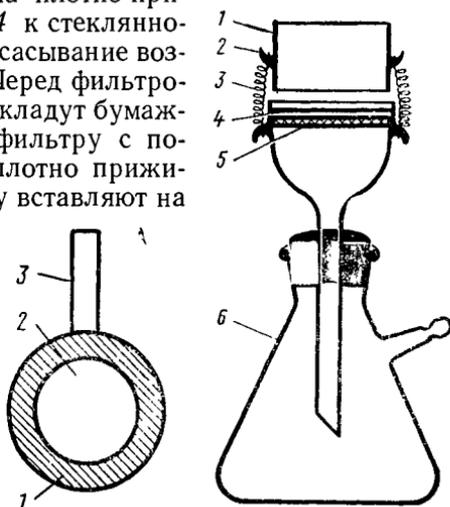


Рис. 15. Разборная воронка для фильтрования:

1 — насадка с отшлифованными краями; 2 — держатели пружины; 3 — пружины; 4 — бумажный фильтр; 5 — стеклянный фильтр; 6 — склянка Бунзена

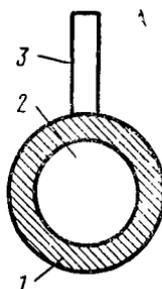


Рис. 14. Препарат на фильтровальной бумаге:

1 — пространство, покрытое раствором плексигласа в дихлорэтане; 2 — активное пятно; 3 — хвостик

растворителе (спирте, ацетоне, эфире и др.) и затем дать возможность жидкости полностью испариться. Таким способом можно готовить препараты для измерения радиоактивности твердых веществ. В качестве сосуда для суспендирования можно использовать воронку типа приведенной на рис. 15, используя в качестве подложки диск, изготовленный, например, из стали, алюминия и т. д. Для лучшего сцепления частиц осадка с подложкой, а также между собой в органическую жидкость рекомендуют вводить связующие добавки. В спиртовой раствор вводят, например, канифоль (до 30 мг на 100 мл раствора), в эфирный — коллодий.

Электролиз. В этом методе радиоактивный изотоп выделяют на металлической подложке, служащей электродом электролитической ячейки. С помощью электролиза могут быть получены равномерные и чрезвычайно тонкие слои радиоактивного вещества. При этом нужно поддерживать на заданном уровне определенные, часто очень жесткие условия электролиза: силу и плотность тока, состав электролита, продолжительность процесса и т. д. Большое значение имеет также предварительная подготовка поверхности, на которую осаждают изотоп.



Рис. 16. Центрифужная пробирка с отвинчивающимся дном:

1 — пробирка; 2 — подложка для сбора осадка, 3 — пробка с резиной

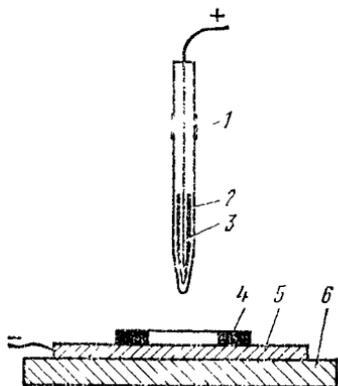


Рис. 17. Схема прибора для электрокапиллярного напыления:

1 — держатель капилляра; 2 — капилляр с напыляемым раствором; 3 — платиновая проволочка; 4 — кольцо с пленкой; 5 — металлическая пластинка; 6 — подставка-изолятор

**Электрокапиллярное напыление.** Электрокапиллярное напыление принадлежит к числу способов, дающих наиболее тонкие слои радиоактивного вещества (порядка нескольких мкг/см<sup>2</sup>) при довольно равномерном распределении его по площади препарата.

Подложкой могут служить металлические пластинки, а также органические пленки. Для напыления применяют растворы, в которых растворителем служит органическая жидкость (этиловый спирт, ацетон, реже — метанол, бензол, хлороформ).

Схема прибора для электрокапиллярного напыления приведена на рис. 17. Раствор радиоактивного вещества отбирают в стеклянный капилляр, в который опущена металлическая проволочка, доходящая почти до конца капилляра. Капилляр с проволочкой укрепляют на небольшом расстоянии от металлической пластинки, соединенной с отрицательным полюсом источника тока, и соединяют проволочку с поло-

жительным полюсом. При подаче определенной разности потенциалов жидкость распыляется и ее мельчайшие заряженные капельки равномерно осаждаются на пластинке. Для каждого случая нужно подбирать свои оптимальные условия процесса, что делает метод довольно трудоемким.

## Вопросы

1. Из каких этапов складывается подготовка к проведению эксперимента с использованием радиоактивных индикаторов?
2. Какие факторы определяют выбор радиоактивного изотопа для проведения исследований методом радиоактивных индикаторов?
3. Какой из изотопов свинца предпочтительнее использовать в качестве радиоактивного индикатора?
4. Можно ли использовать для метки стронция изотоп  $^{90}\text{Sr}$  без отделения его от дочернего  $^{90}\text{Y}$ ?
5. Исходя из каких соображений рассчитывает необходимую для работы активность?
6. Назовите важнейшие правила работы в лаборатории радиоактивных индикаторов. Какие сведения по технике безопасности должна содержать «Инструкция на рабочем месте»?
7. Перечислите основные этапы процедуры вскрытия упаковки радиоактивных веществ и приготовления раствора заданной активности.
8. Как осуществляется идентификация радиоактивного изотопа и проверка его радиохимической чистоты?
9. Что такое «холодный» опыт? Какие цели преследует его проведение?
10. Какие способы приготовления препаратов для измерения радиоактивности вам известны? Охарактеризуйте достоинства и недостатки каждого из них.