

## 2. РАДИОАКТИВНЫЕ ПРЕПАРАТЫ

Качественное и количественное определение радиоактивного изотопа осуществляется по его излучению. В каждом конкретном случае измерения активности экспериментатор обязан приготовить препарат (образец), содержащий один или несколько радиоактивных изотопов.

Вещества, меченные радиоактивными изотопами, находятся в различном агрегатном состоянии. Поэтому препараты приходится готовить из газообразных, жидких и твердых веществ.

Твердый препарат представляет собой подложку (основу) из твердого материала, на которую нанесён в виде определённой геометрической формы слой вещества, содержащего радиоактивный изотоп. Твердые препараты широко распространены, так как удобны в обращении и хорошо сохраняются. Имеет значение и тот факт, что многие радиометрические приборы приспособлены именно к твердым препаратам.

Богатый арсенал приборов для регистрации ионизирующего излучения позволяет достаточно просто установить природу радиоактивного изотопа. В этом случае методика приготовления и окончательный вид препарата не влияет на результаты измерения. Количество радиоактивного изотопа определить значительно сложнее, и методика приготовления препарата является важным этапом количественных измерений.

Радиоактивные препараты можно подразделить на две группы. Одну группу составляют образцовые препараты, для которых применяют также термин «излучатели». Такие препараты служат образцами сравнения при измерениях абсолютной радиоактивности. В другую группу входят радиоактивные препараты,готавливаемые экспериментатором в процессе работы.

### 2.1 Образцовые препараты

Препарат называют образцовым, если он изготовлен в соответствии с техническими условиями на образцовые излучатели и снабжен свидетельством об аттестации. Образцовые препараты подразделяют на препараты первого, второго и третьего разрядов. Кроме того, выпускаются также контрольные излучатели; они не имеют свидетельства об аттестации и служат для проверки работоспособности и контроля стабильности показаний дозиметрической и радиометрической аппаратуры.

**Образцовые  $\alpha$ - и  $\beta$ -препараты** характеризуются двумя параметрами - активностью и внешним излучением. Активность - число актов распада в секунду, происходящих во всем активном слое. Внешнее излучение - число  $\alpha$ - или  $\beta$ -частиц, вылетающих в единицу времени из активного слоя в телесном угле  $2\pi$ .

Основная характеристика образцовых излучателей - мощность экспозиционной дозы (в р/сек). Она измеряется на расстоянии 1 м от центра источника, помещенного в типовой коллимирующий узел. Указывается также активность изотопа в источнике (в кюри). Образцовые препараты аттестуют в институтах Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров России. В соответствии с техническими характеристиками образцовых препаратов, методами контроля и испытаний им присваивают разряд.

Образцовые  $\alpha$ - и  $\beta$ -препараты представляют собой металлические диски или чашечки, на которые методом испарения на подложке, окислирования или электролитического осаждения нанесено  $\alpha$ - или  $\beta$ -радиоактивное вещество. Активная поверхность образцовых источников имеет следующую площадь: 1, 4, 10, 40, 100 или 160 см<sup>2</sup>. Для приготовления таких препаратов используют изотопы <sup>239</sup>Pu, <sup>234</sup>U, изотопы урана в естественной смеси, <sup>90</sup>Sr в равновесии с <sup>90</sup>Y, <sup>204</sup>Tl, <sup>60</sup>Co и <sup>14</sup>C.

$\alpha$ -Препараты готовят на дисках из нержавеющей стали,  $\beta$ -препараты - в чашечках из алюминия с углублением для активного слоя, равным 0,5 мм. Толщина дисков и чашечек 1 мм. Технические условия допускают неравномерность распределения изотопа по площади активного пятна в пределах  $\pm 20\%$ . Для образцовых  $\alpha$ -препаратов гарантийный срок их использования составляет 2 года,  $\beta$ -препаратов — 3 года; затем они должны быть заново аттестованы. Все выпускаемые образцовые  $\alpha$ - и  $\beta$ -препараты маркируются: на обратной стороне подложки наносится маркировочный индекс и заводской номер препарата. Наряду с отдельными препаратами выпускаются также наборы образцовых препаратов всех указанных изотопов. Маркировка наборов отличается от маркировки отдельных препаратов.

**Образцовые  $\gamma$ -препараты** представляют собой металлическую заготовку, облученную потоком нейтронов, или соль радиоактивного изотопа, помещенную в металлическую или стеклянную оболочку, которую в свою очередь располагают в футляре из нержавеющей стали. Для приготовления образцовых  $\gamma$ -препаратов используются изотопы <sup>60</sup>Co, <sup>137</sup>Cs и <sup>226</sup>Ra. Техническими условиями гарантируется трехлетний период работы таких источников, в течение которого они не претерпевают никаких механических изменений. Образцовые  $\gamma$ -препараты выпускаются только в виде отдельных источников. Маркировочный индекс наносится на боковую сторону футляра.

**Контрольные излучатели** готовят преимущественно на основе изотопа <sup>239</sup>Pu или <sup>90</sup>Sr, находящегося в равновесии с <sup>90</sup>Y, путем накапывания, электролиза или с использованием фенол-формальдегидных смол. Активный слой герметизируется лаком или клеем; он может быть покрыт фольгой из алюминия. Как и

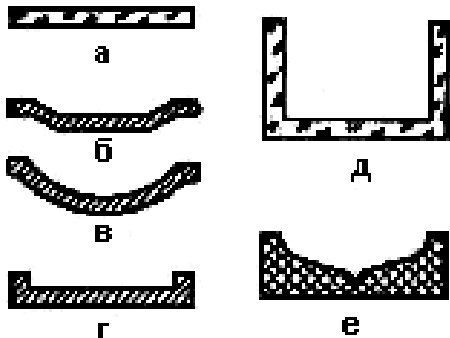
образцовый, контрольный источник характеризуется внешним излучением в телесном угле  $2\pi$  (частиц/сек) и активностью изотопа в источнике (распад/сек).

Измеренные значения внешнего излучения или активности изотопа в источнике могут отклоняться от значений, указанных в сопроводительном паспорте, не более чем на  $\pm 20\%$ . Контрольные источники, входящие в комплект данного прибора, называются комплектующими.

Контрольные излучатели не подлежат проверкам в метрологических учреждениях, так как не являются мерами, воспроизводящими единицы радиоактивности.

## 2.2 Способы приготовления радиоактивных препаратов

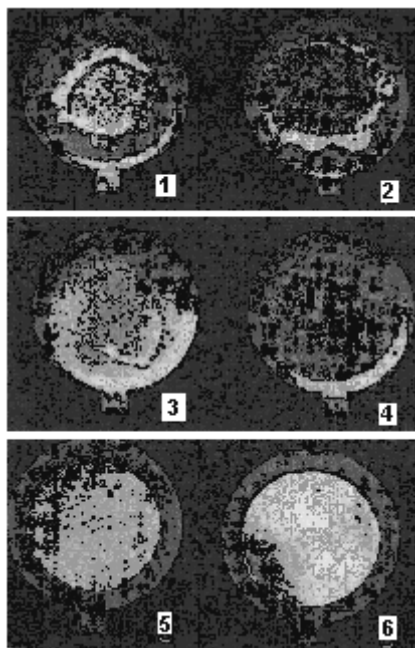
Для абсолютных измерений активностей необходимо добиться равномерного распределения радиоактивного вещества по площади пятна весьма тонким слоем, причём желательно использование тонкой подложки препарата из вещества с малым атомным номером.



**Рис. 1.** Форма подложек, применяющихся для приготовления препаратов радиоактивных изотопов: а – гладкая пластина или диск из стекла, металла или пластмассы; б и в – мелкие тарелочки, изготовленные из металлической фольги штамповкой; г – металлический диск с небольшим углублением (штамповка); д – чашечка, обычно стеклянная или пластмассовая; е – чашечка из тефлона, удобная для выпаривания органических растворов.

Требования, предъявляемые к препаратам, испускающим  $\alpha$ -,  $\beta$ - или  $\gamma$ -излучения, различаются. Например, при измерении  $\alpha$ -препаратов пренебрегают эффектом рассеяния  $\alpha$ -частиц от подложки, так как он очень мал и не зависит от материала. Поэтому в пределах одной серии  $\alpha$ -препараты можно готовить на подложках с разным атомным номером. Если препараты содержат радиоактивные изотопы, испускающие  $\beta$ -частицы малой энергии (углерода  $^{14}\text{C}$ , серы  $^{35}\text{S}$ , кальция  $^{45}\text{Ca}$  и др.), то к толщине активного слоя и равномерности распределения вещества по подложке предъявляются высокие требования. В этом случае значительно проще и надёжнее готовить препараты с толщиной активного слоя больше слоя насыщения.

При приготовлении  $\gamma$ -препаратов можно менять материал подложки, её толщину, а также толщину слоя радиоактивного вещества, поскольку эффекты поглощения и отражения  $\gamma$ -квантов малы. По этой причине отпадает необходимость добиваться воспроизводимого характера распределения радиоактивного вещества по подложке. Но форма и размер активного слоя  $\gamma$ -препаратов одной серии должны быть одинаковыми.



**Рис. 2.** Общий вид активного слоя препаратов, приготовленных способом выпаривания (изотоп  $^{82}\text{Br}$  с носителем  $\text{NaBr}$ , подложка - алюминий): 1 и 2 - простое выпаривание на тарелочке; 3 и 4 - выпаривание в тарелочке раствора, к которому прибавлено небольшое количество поверхностно-активного вещества; 5 и 6 - выпаривание на тарелочке в потоке горячего воздуха. Выпаривали по 0,2 мл раствора; осадки 1, 2 и 5 получены из 1,0 М раствора  $\text{NaBr}$ , осадки 3, 4 и 6 - из 0,1 М раствора

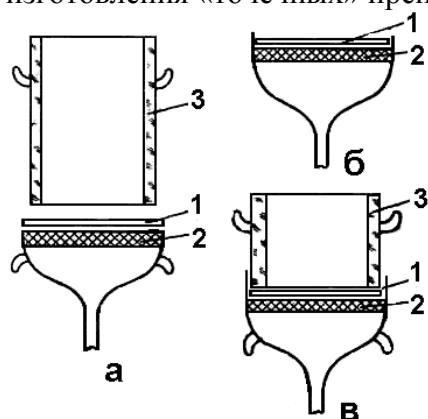
Приготовление препаратов – стадия, которой в большинстве случаев предшествовал химический процесс, сопровождающийся отделением радиоактивного вещества, его концентрированием или, наоборот, разбавлением. Твёрдые препараты готовят из растворов радиоактивных изотопов. Поскольку радионуклиды присутствуют в растворе в ультрамалых концентрациях, их можно легко потерять (явление адсорбции, образование радиоколлоидов и т.п.). Чтобы свести этот эффект к минимуму, используют свежеприготовленные растворы изотопов на свежей дистиллированной воде; растворы подкисляют. Все операции с растворами проводят в пластмассой (или стеклянной, но покрытой силиконом) посуде.

Химическое соединение, в которое входит радиоактивный изотоп выделен, например, в виде соединения  $\text{Na}^{131}\text{I}$ , то при высушивании препарата может быть частично или даже полностью потерян. Чтобы избежать разложения, соединения высушивают в вакуум-эксикаторе. Более надёжное средство – перевод изотопа  $^{131}\text{I}$  в нелетучее соединение  $\text{Ag}^{131}\text{I}$ .

Выбор материала подложки для приготовления препарата зависит от химического состава раствора, содержащего радиоактивный изотоп. Так, сильноокислые или щелочные растворы нельзя наносить на алюминий, фильтровальную бумагу, некоторые тонкие органические плёнки и другие материалы, но можно использовать медь (кроме растворов с  $\text{HNO}_3$ ), стекло ( $\text{HF}$ ), платину (царская водка) и т.д. Толщина подложки обусловлена допустимой величиной обратного рассеяния. Пренебречь этим эффектом можно лишь в случае очень тонкой подложки. При «бесконечно» толстой подложке эффект достигает постоянного значения (насыщение обратного рассеяния, наступающее при толщине подложки, превышающей  $1/5$  максимального пробега  $\beta$ -частиц). Известно, что ионизирующее излучение поглощается в активном слое препарата – эффект самоослабления или самопоглощения. Максимальная толщина активного слоя определяется допустимой величиной самоослабления, при которой обеспечивается измерение активности препарата с заданной точностью.

Известно несколько способов изготовления радиоактивных препаратов. Каждый из них можно с успехом применять для приготовления препаратов при относительных измерениях, но лишь некоторые способы позволяют получать препараты, отвечающие требованиям абсолютных измерений.

**Выпаривание раствора на подложке.** Наиболее простой по выполнению и поэтому наиболее распространенный способ. Но с его помощью не удастся получать слои радиоактивного вещества с равномерным распределением. Кроме того, при изменении условий приготовления изменяется и характер распределения радиоактивного вещества по площади образца. Однако этот способ часто применяют для изготовления «точечных» препаратов, пригодных при абсолютном счете.



**Рис. 3.** Схемы воронки Бюхнера с фильтрующим дном из пористой стеклянной пластинки в трех вариантах (а, б, в): 1 - фильтровальная бумага; 2 - пористый стеклянный фильтр; 3 - стеклянный цилиндр.

**Осаждение из суспензии.** Простой способ получения препаратов различной толщины и площади на разнообразных подложках; применяют главным образом при относительных измерениях препаратов. Способ отличается тем, что радиоактивное вещество весьма однородно распределяется по площади препарата. В качестве жидкой фазы часто используют органические растворители (спирт, ацетон и др.). Этот способ требует времени и тем большего, чем выше степень дисперсности вещества,

осаждаемого из суспензии.

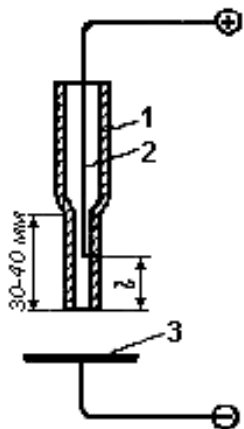
Осаждение взвеси на подложку осуществляется либо путём отстаивания, либо с помощью отстаивания, либо с помощью фильтрования или центрифугирования.

*Отстаивание осадков* позволяет получать препараты, различающиеся по толщине и площади слоя радиоактивного вещества при хорошей равномерности распределения. Однако способ требует значительного времени, которое возрастает с ростом степени дисперсности осаждаемого вещества.

*Фильтрование осадков.* Широко распространенный способ, позволяющий сравнительно просто готовить однородные по толщине слои радиоактивного вещества. С этой целью применяют фильтрующие ячейки специальной конструкции.

*Центрифугирование.* Сравнительно быстрый способ, который при использовании некоторых видов разборных пробирок (например, с отделяющимся дном) позволяет получать достаточно тонкие слои, характеризующиеся хорошей однородностью распределения радиоактивного вещества. Способ удобен при проведении серийных измерений относительной активности.

**Электролитическое осаждение.** Электролитическое нанесение радиоактивного вещества применяют преимущественно в тех случаях измерения радиоактивности, когда требуется либо высокая точность измерений относительной активности, либо при выполнении абсолютного счета.



**Рис. 4.** Схема устройства для электрокапиллярного напыления вещества:

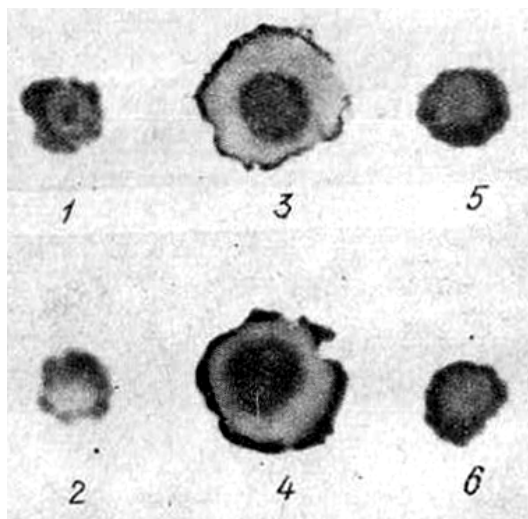
1 - стеклянная трубка; один ее конец вытянут в капилляр; 2 - проволочка-анод; 3 - металлическая подложка-катод;  $l$  - расстояние от перпендикулярного среза капилляра до анода.

**Электрокапиллярное напыление.** Весьма эффективный способ изготовления тонких слоев радиоактивных веществ на органических пленках малой плотности. Он позволяет получать препараты круглой формы сравнительно большого диаметра при высокой степени равномерности нанесения вещества по площади препарата. Прекрасный способ изготовления препаратов для абсолютных измерений.

**Специальные способы** (напыление в вакууме, катодное распыление, окислоразложение, сорбционное поглощение и др.). Все они позволяют получать препараты

с весьма тонкими слоями радиоактивного вещества в совокупности с хорошей равномерностью его распределения. Но одни из них требуют специального оборудования, другие применяются в строго определенных условиях, поэтому они почти не используются в обычной учебной практике.

Контроль за характером распределения радионуклида на подложке проводится методом автордиографии. На **Рис.5** приведены автордиограммы препаратов, приготовленных на фильтровальной бумаге, на которую наносился одинаковый объём раствора, содержащего изотоп стронция  $^{89}\text{Sr}$ . Количество носителя в растворе варьировали в 1000 раз, но распределение радиоактивных изотопов было неравномерным.



**Рис.5.** Автордиограммы распределения  $^{89}\text{Sr}$  по препарату. Выпаривание одинаковых аликвот на фильтровальную бумагу: носитель  $\text{SrCl}_2$  (мгSr/мл). 1 и 2 – 0,05; 3 и 4 – 5; 5 и 6 – 50.