

ISSN 0557-6733

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»

ВОПРОСЫ АТОМНОЙ НАУКИ И ТЕХНИКИ

Серия:
Техническая физика и автоматизация

Выпуск 71

Труды научно-практической конференции
«Радиационные технологии: достижения и перспективы развития - 2014.
Ядерная медицина»
21-23 октября 2014 г.

АО «НИИТФА»

2015

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»

**АО «НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ И АВТОМАТИЗАЦИИ»**

**ВОПРОСЫ
АТОМНОЙ НАУКИ
И ТЕХНИКИ**

Серия:

**Техническая физика
и автоматизация**

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ СБОРНИК

Выпуск 71

Издаётся с 1967 г.

Москва 2015

УДК 621.039

Выпуск подготовлен АО «Научно-исследовательский институт
технической физики и автоматизации»

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР А.С. ШТАНЬ

Редакционная коллегия

В.М. Бердников, В.Ф. Данилов, В.В. Кадилин, Е.Р. Карташев (зам. главного редактора), Г.И. Кирьянов, С.А. Колосков, Л.И. Косарев (зам. главного редактора), Е.В. Скачков, Г.Д. Степанов, А.А. Сысоев, А.И. Филатов.
Ответственный секретарь О.П. Ищук

В сборнике помещены тексты докладов, представленных на секции «Радиационно-технологические процессы и оборудование. Практическое применение» Научно-практической конференции «Радиационные технологии: достижения и перспективы развития – 2014. Ядерная медицина», организованной АО «НИИТФА» и проходившей 21-23 октября 2014 г. в городе Ялта.

Названия предприятий и организаций, представители которых участвовали в Конференции, приведены на момент проведения этого мероприятия.

Радиационно-технологические процессы и оборудование.

Практическое применение

УДК 621.039.3:546.799.4

ИСТОЧНИКИ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ НА ОСНОВЕ ТРАНСПЛУТОНИЕВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ДЛЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Рябинин М.А., Топоров Ю.Г., Радченко В.М.
ОАО «ГНЦ НИИАР», Димитровград, orip@niiar.ru

Приведен анализ современного состояния вопросов, связанных с конструированием, изготовлением и применением радионуклидных источников на основе трансплутониевых элементов для научных исследований. Рассмотрены вопросы разработок наиболее современных источников альфа-, гамма-, нейтронного излучения, мишеней для синтеза сверхтяжелых элементов и осколков деления.

Радионуклидные источники ионизирующих излучений (ИИИ) широко применяются в различных отраслях промышленности, медицине, научных исследованиях. Значительная часть этих источников изготавливается на основе трансплутониевых элементов (ТПЭ). Анализ имеющихся литературных данных показывает, что практически все изготавливаемые до недавнего времени источники на основе ТПЭ включали в себя нуклиды в виде оксидов [1-5]. Это обстоятельство приводит к целому ряду ограничений по габаритам и геометрической форме источников, по содержанию радионуклида в них, зачастую не обеспечивает равномерность его распределения в активной части. Потребности науки и техники стимулируют расширение сферы практического использования ТПЭ, причем требования к их экологической безопасности заставляют создавать такие материалы, которые были бы наиболее стойкими в окружающей среде и наиболее технологичными для изготовления самых различных источников по назначению и конструкции. Такими материалами могут являться чистые металлы ТПЭ, их сплавы с металлами платиновой группы, а также химически устойчивые соединения (силициды, карбиды и т.д.). В ОАО «ГНЦ НИИАР» реализованы процессы изготовления источников различного типа и назначения на основе этих материалов. Ниже приведены примеры наиболее современных разработок источников.

Альфа-источники. Результаты исследований по разработке технологии, изготовлению и испытаниям открытых источников альфа-излучения на основе ^{244}Cm для комплектации аппаратуры, предназначенной для анализа элементного состава поверхностных пород и атмосферы Фобоса и Марса, подробно описаны в монографии Радченко В.М. и др. [6]. Поэтому остановимся на принципах действия приборов, использованных в космических экспедициях, основным требованиям к источникам для их комплектации.

В течение последних 30 лет в США, Германии и других странах для комплектации посадочных модулей разрабатывались и создавались альфа-, протонно-, рентгеновские спектрометрические комплексы (АПРС), предназначенные для исследования химического состава поверхности внеземных объектов (планеты, кометы, астероиды). Описание АПРС приведено в работах [7-10]. С их помощью можно определять все химические элементы, за исключением водорода и гелия.

Принцип действия АПРС основан на трех физических процессах взаимодействия альфа-частиц радионуклидного источника с веществом:

- 1) простом (резерфордском) обратном рассеянии;
- 2) продуцировании протонов в (α, p) -реакциях на ядрах легких элементов;
- 3) генерации характеристического рентгеновского излучения при рекомбинации вакансий в электронных оболочках атомов, возникающих в процессе бомбардировки вещества альфа-частицами.

Для проведения измерений с помощью АПРС необходим поток моноэнергетических альфа-частиц высокой интенсивности. Интенсивность потока определяется общим временем измерения, необходимым для получения информации с требуемой статистической точностью. Такой поток альфа-частиц может быть создан радионуклидным источником. Требования по разбросу альфа-частиц по энергиям определяются разрешающей способностью альфа-спектрометра.

К источникам, предназначенным для комплектации АПРС, предъявляются следующие требования: малые габариты, высокая интенсивность потока альфа-частиц, способность сохранять спектрометрические и механические свойства при длительной выдержке (до 5 лет) в земных и космических условиях, а также после значительных вибрационных и ударных перегрузок.

При заданной площади активной части источника интенсивность его излучения определяется толщиной активного слоя источника и удельной активностью радионуклида, зависящей от периода его полураспада. Однако, альфа-частицы,

излучаемые источником с большой толщиной активного слоя, теряют энергию, проходя через слой вещества источника. Следовательно, в таком источнике увеличивается разброс альфа-частиц по энергиям. В связи с этим предпочтительнее кажется радионуклид с малым периодом полураспада, т.е. с большей удельной активностью. На практике время между изготовлением источника и его применением в космическом эксперименте ограничивает «снизу» требуемый период полураспада. Радионуклид ^{244}Cm с периодом полураспада 18,1 года и энергией альфа-частиц 5,8 МэВ оказывается наиболее приемлемым материалом активной части источника.

Другим важным фактором, определяющим энергетический разброс источника, является химический состав и кристаллическая структура его материала. Идеальным представляется источник в форме радионуклида в виде металла, нанесенного на подложку. Однако в случае Cm такие источники химически нестабильны и быстро теряют свои аналитические характеристики.

Поэтому на протяжении многих лет в ОАО «ГНЦ НИИАР» проводились обширные исследования по созданию химических форм высококачественных радионуклидных источников, удовлетворяющих условиям проведения продолжительных экспериментов. Были использованы сплавы Cm с подложками из различных материалов: металлические платина, иридий, родий, комбинированные подложки родий-платина, иридий-палладий, родий-палладий, сталь X18H10T-платина, полупроводниковый Si. Наилучшие результаты, удовлетворяющие большинству требованиям к источникам, были получены на подложках из Si, Rh, Ir и стали X18H10T-платина.

Технология изготовления таких источников, их технические характеристики, результаты механических, ресурсных и термовакуумных испытаний приведены в работах [6, 11,12]. Технические характеристики некоторых источников приведены в таблице 1. Учитывая, что на кремниевых подложках были получены наилучшие результаты, все летные источники для марсианских миссий (рисунок 1) были изготовлены по технологии напыления металлического кюрия на подложку из Si с образованием на поверхности силицидов [13].

Работоспособность источников проверялась при длительных испытаниях, но основное подтверждение их качества - результаты анализа химического состава поверхностных пород Марса, полученные при проведении американских космических проектов «Mars Pathfinder» в 1997 г. [14, 15], «Spirit» и «Opportunity» в 2004 г. а также «Curiosity» в 2012 г. В результате проведенных исследований получены уникальные

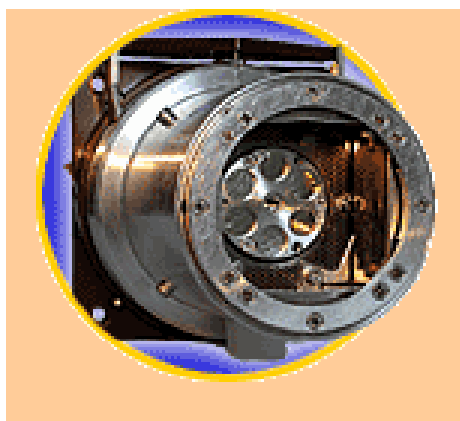
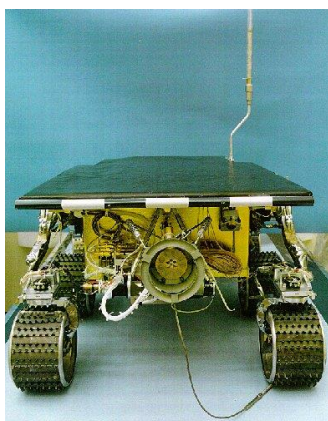


Рис. 1. Летные источники для миссий NASA Mars Pathfinder (1997 г.), Spirit и Opportunity (2004 г.)

данные по химическому составу поверхности Марса и впервые экспериментально доказано наличие в прошлом воды на планете [16,17].

Таблица 1

Характеристики альфа-источников на основе ^{244}Cm

Подложка	Толщина, мм	Толщина покрытия Pt, мкм	Активность, мКи	Полуширина альфа-линии ΔE/E, %	Ширина альфа-линии на 1/10 высоты пика ΔE/E, %
X18H10T	1	1,5	5,1	2,5	-
Rh	0,2	-	3,0	10,3	-
Ir	0,2	2,0	7,6	5,5	-
Ir	0,1	-	5,7	4,1	-
Rh	0,2	0,3	5,1	5,3	-
Si	0,3	-	5,4	1,8	3,4
Si	0,3	-	5,7	1,7	3,0

Примечание: диаметр диска - 8 мм, активной части - 6 мм.

Облучение полупроводниковых материалов альфа-частицами. При анализе литературы, посвященной исследованиям взаимодействия ионизирующих излучений с веществом и их практическому применению, очень мало работ по использованию альфа-частиц вообще и радионуклидных альфа-источников в частности. Экспериментальная установка для облучения альфа-частицами кюрия-244 полупроводниковых приборов была разработана и изготовлена в ОАО «ГНЦ НИИАР» [18]. Установка предназначалась для облучения кремниевых пластин с целью восстановления их параметров и последующего их использования в производстве транзисторов. Как показали результаты первых исследований, она может быть

эффективно использована для решения широкого круга задач в области радиационной технологии и физики твердого тела [18]. В частности, эту установку можно использовать для исследования основных приборных структур твердотельной электроники: металл-диэлектрик-полупроводник, металл-полупроводник, p-n-переход. Во всех рассмотренных случаях была обнаружена сильная зависимость свойств или характеристических параметров этих структур от дозы или времени облучения.

Кроме дозы, другим легко управляемым параметром установки является энергия альфа-частиц: с помощью набора фильтров различной толщины ее можно снизить до любой желаемой величины - следовательно, глубина обработки образца может быть наперед задана. Кроме того, с помощью специальных ограничителей и коллиматоров можно управлять также величиной потока, его направлением, локализацией на обрабатываемой поверхности.

Таким образом, операцию "альфа-обработки" можно рекомендовать использовать для подготовки поверхности изделия и очередной операции в технологическом маршруте, для корректировки свойств готовых структур или изделий, для изучения деградационных характеристик изделий, испытаний на радиационную стойкость и т.д.

Закрытый источник альфа-частиц на основе кюрия-244. Закрытые альфа-источники состоят из активной части - элемента, содержащего радионуклид, корпуса и герметизирующего радиоактивный материал покрытия с минимальной толщиной. Минимальной должна быть и толщина активного слоя для сокращения или полного исключения потерь энергии альфа-частиц за счет поглощения в радиоактивном материале. В источниках альфа-излучения герметизирующий слой имеет двойное назначение. С одной стороны, он исключает распространение радионуклида в окружающую среду и обеспечивает безопасность эксплуатации источника, а с другой - исключает воздействие окружающей среды на радиоактивный материал, которое может привести к изменению химической формы последнего и, следовательно, к изменению его физических характеристик (в частности, плотности), существенным образом влияющих на основные параметры источника: выход альфа-частиц, их энергию. Механическая прочность тонких герметизирующих слоев весьма низкая, т.к. толщина их в источниках альфа-излучения составляет несколько микрометров. Поэтому целостность альфа-источника и безопасность его эксплуатации должны гарантироваться конструкцией всего устройства, в котором он используется. Была разработана закрытая конструкция источника, корпус и выходное окно которого

изготавливали из титана, обладающего высокой химической стойкостью (рисунок 2) [19]. В качестве «активной» части источника используется открытый источник альфа-излучения на основе кюрия-244 [11], полученный металлотермическим восстановлением оксида радионуклида в высоком вакууме с последующим испарением паров его металла и конденсацией на подложку из кремния.



Рис. 2. Закрытый источник альфа-излучения:

1 - корпус; 2 - пробка; 3 - выходное окно (титановая фольга толщиной 3 мкм)

Создание закрытых источников альфа-излучения с применением кюрия-244 дает возможность их использования в приборах, применяемых в обычных условиях, в частности, в рентгеноспектральном анализе для экспрессного исследования проб вещества в лабораторных и полевых условиях. Экологическая безопасность закрытых источников расширяет область применения рентгеновских спектрометров (промышленное производство, экологические исследования, медицина, биология, криминалистика и др.).

Синтез сверхтяжелых ядер. Трансплутониевые элементы - стартовый материал для синтеза сверхтяжелых ядер путем бомбардировки ТПЭ ускоренными частицами. Строго говоря, данная область не относится к «традиционным» сферам применения источников на основе ТПЭ, связанным с воздействием излучения радионуклидов ТПЭ

на облучаемый объект. Тем не менее, конструкция и технология подготовки мишеней для бомбардировки ускоренными частицами практически идентична технологии изготовления источников альфа-излучения на основе ТПЭ, а результаты, полученные с использованием данных мишеней, имеют важное значение для фундаментальных исследований сверхтяжелых элементов.

В 1998-1999 г.г. в Лаборатории ядерных реакций им. Г.Н. Флерова Объединенного института ядерных исследований (ЛЯР ОИЯИ, Дубна) проведены эксперименты по синтезу 114-го элемента при облучении плутония-244 ионами кальция-48 [20]. Следующим этапом работ стали эксперименты с целью получения 115, 116, 117 и 118 элементов. Для синтеза сверхтяжелых элементов использовались реакции слияния ядер ускоренных ионов ^{48}Ca с ядрами-мишенями из ^{243}Am , $^{244,248}\text{Cm}$, ^{249}Bk и ^{249}Cf . Работы проводились при финансовой поддержке Российского Фонда фундаментальных исследований, гранты 09-03-12214, 11-03-12052, 13-03-12012. В результате облучения были синтезированы новые химические элементы Периодической таблицы Д.И.Менделеева с атомными номерами получения 115, 116, 117 и 118 [21-24]. Идентификация нуклидов проводилась по коррелированным распадам отдельных атомов в виде цепочек последовательных альфа-распадов и спонтанного деления.

Мишенный модуль, состоящий из 6 мишеней в виде сегмента кольцевого сектора, приведен на рисунке 3.



Рис. 3. Мишенный модуль для синтеза сверхтяжелых ядер:

- 1 - титановая подложка с нанесенным радионуклидом;
- 2 - кольцо-держатель

Гамма-источники. Разработана технология изготовления гамма-источников на основе металлического изотопно-чистого америция-241. Единственным способом получения изотопно-чистого ^{241}Am является бета-распад ^{241}Pu ($T_{1/2} = 14,35$ лет). Накопившийся ^{241}Am обычно отделяют от изотопов плутония химическим путем. Активная часть источника чаще всего представляет собой капсулированный оксид ^{241}Am , входящий в состав кермета или эмали. Свыше 90% гамма-излучения ^{241}Am составляют фотоны с энергией 59,6 кэВ, которые заметно поглощаются уже в самом материале сердечника. Для повышения выхода (потока) гамма-квантов из источника при заданной активности или габаритах его активная часть должна представлять собой тонкий слой из атомов ^{241}Am с максимальной плотностью упаковки, что достигается в металлическом америции. Источники представляли собой цилиндры из нержавеющей стали диаметром 5 мм, высотой около 10 мм. Активная часть источника - конденсат металлического ^{241}Am высокой чистоты в виде «пятна» диаметром 4 мм на подложке из тантала - находилась вблизи одного из торцов цилиндра и была изолирована от внешней среды нержавеющей сталью толщиной менее 0,1 мм (рисунок 4) [25].

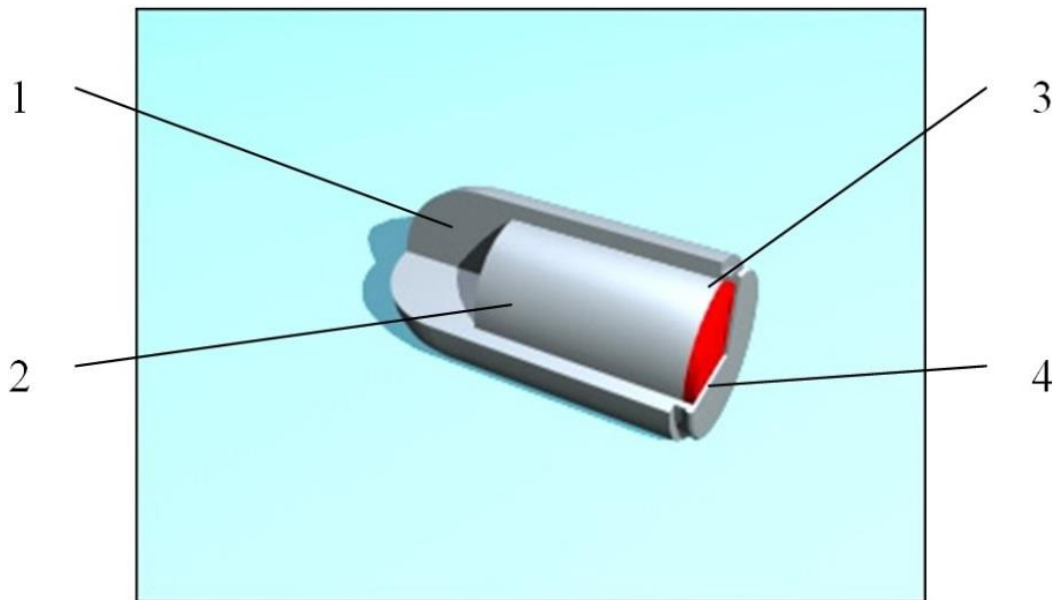


Рис. 4. Гамма-источник на основе америция-241:

1 – капсула; 2 – пробка-вкладыш; 3 – активный сердечник; 4 - окно

При изготовлении источников использовали граммовый образец металлического плутония-241. За несколько лет хранения в нем накопилось около 18% ^{241}Am , т.е.

фактически образовался Pu-Am сплав (твердый раствор). Активную часть источника изготавливали путем термического разложения этого сплава в высоком вакууме с испарением более летучего америция на подложку. Это позволило отказаться от традиционной трудоемкой схемы, включающей растворение образца, химическое разделение компонентов, получение из раствора оксида америция и его последующее восстановление до металла. Технология обеспечивает получение металлического америция с изотопной и химической чистотой не ниже 99,9%. Изготовленные источники активностью от 0,08 до 0,93 ГБк могут быть использованы для анализа технологических проб и природных объектов, используя метод РФА или эффект Мессбауэра [26].

Нейтронные источники. Для решения большого круга задач в ядерной геофизике, геологии, атомной энергетике, промышленности, медицине и научных исследованиях используются источники нейтронного излучения на основе ^{252}Cf , имеющего период полураспада 2,65 года и испускающего $2,34 \cdot 10^9$ н/см*г. Спектр нейтронов спонтанного деления ^{252}Cf рекомендован МАГАТЭ в качестве международного стандарта.

Изготовленный в ОАО «ГНЦ НИИАР» источник на основе сплава Pt- ^{248}Cm имеет следующие характеристики:

Активность (расчётная)	$8,7 \cdot 10^4$ Бк
Поток нейтронов	$2,5 \cdot 10^4$ с ⁻¹
Погрешность измерения	10 %
Химическое состояние радионуклида	Сплав
Число капсул в источнике	2
Материал капсулы	нержавеющая сталь
Уровень радиоактивного загрязнения поверхности источника	менее 185 Бк

Основными преимуществами изготовленного источника на основе Cm-248 являются:

- низкий вклад нейтронов от реакции (α , n);
- малый вклад нейтронов спонтанного деления других нуклидов (менее 3%);
- практически неограниченный срок действия.

Осколки деления. Источники осколков деления на основе ^{252}Cf находят применение в ядерно-физических исследованиях для ионизации высокомолекулярных веществ в масс-пролетных спектрометрах, используемых при научных исследованиях в

биологии, биофизике, экологии и медицине. Основными методами изготовления таких источников являются: электролитическое осаждение, самоперенос калифорния от мощного источника на параллельную подложку, вакуумное испарение, катодное распыление, седиментация, высушивание раствора на подложке. Каждый из перечисленных методов обладает достоинствами и недостатками, определяющими выбор того или иного из них для решения конкретной задачи. Достаточно подробное описание и особенности всех этих методов приведены в работе [31]. Самый простой метод изготовления - это накапывание и высушивание известного количества раствора на подложке. Однако осколки деления из этих источников имеют серьезные потери в энергии из-за наличия примесей в исходном растворе. Кроме того, осажденный материал в этих источниках плохо сцепляется с подложкой.

Авторы работы [32] источники осколков деления изготавливали двумя методами: электрохимическим нанесением гидроксида калифорния-252 на подложку из платины с последующим восстановлением в водороде при 1200 °С и вакуумным напылением оксида калифорния на тонкие углеродные пленки.

По первому методу на подложки из нержавеющей стали (X18H10T) с электрохимически нанесенным на ее поверхность слоем платины наносили калифорний из водно-спиртовых растворов и отжигали в токе водорода. В условиях отжига происходит восстановление оксида калифорния и образование двухкомпонентного сплава Pt+Pt₅Cf. Аппаратурные спектры альфа-частиц и осколков деления такого источника приведены на рисунке 6.

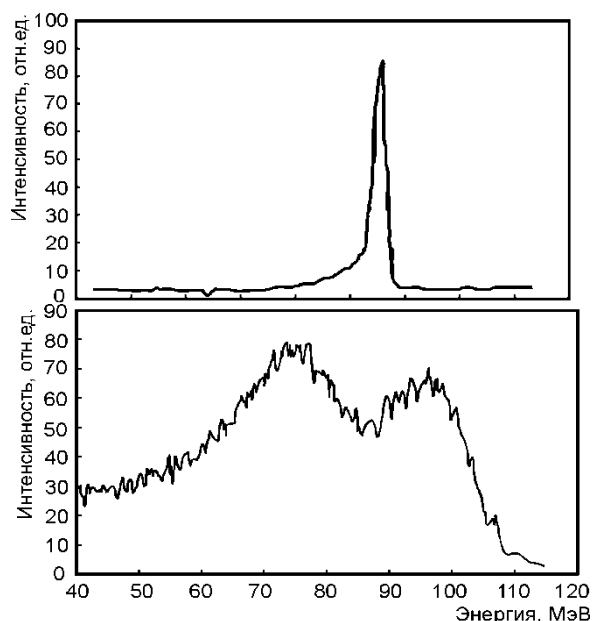


Рис. 6. Аппаратурный спектр альфа-частиц (вверху) и осколков деления (внизу)

Для изготовления источника с нанесением радиоактивного вещества на тонкую углеродную пленку и фиксацией его в заданной геометрии наиболее пригоден метод испарения оксида калифорния в вакууме. Недостатком этого метода является низкий выход испаряемого вещества на подложку. Использование других доступных методов изготовления связано с контактированием углеродной пленки с раствором (метод накапывания), что недопустимо, либо с применением относительно мощного открытого калифорниевого источника (физическое "распыление" под действием осколков деления), требующего специального защитного оборудования.

Конструкция устройства для испарения должна обеспечивать достаточно жесткую фиксацию положения испарителя по отношению к держателю подложки с углеродной пленкой и предотвращать распространение испаряемого материала в объем вакуумной камеры. Схема такого устройства приведена на рисунке 7.

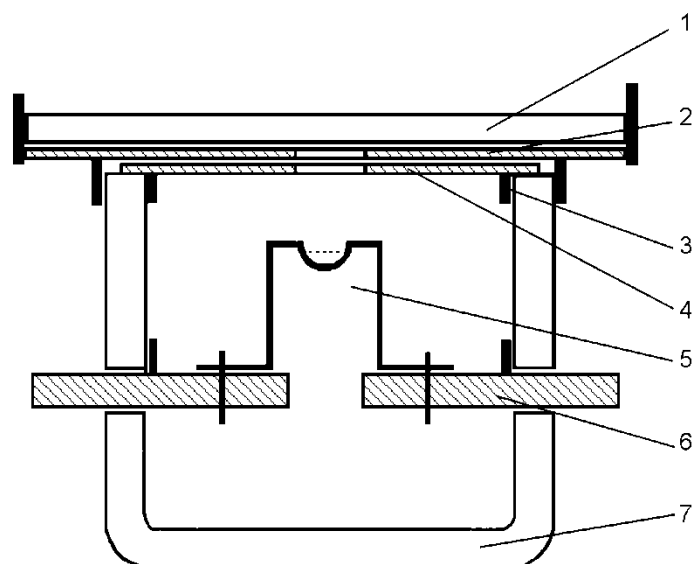


Рис. 7. Схема устройства для изготовления источников методом испарения

1 - стеклянная подложка с углеродной пленкой; 2 - держатель подложек; 3 - упоры для центровки; 4 - экран-сборник; 5 - испаритель; 6 - токовводы; 7 - кварцевый стакан

При использовании этого устройства были изготовлены источники с активностью 1-10 кБк.

Литература

1. Радиоактивные источники ионизирующих излучений / **Сытин В.П., Теплов Ф.П., Череватенко Г.А.** - М.: Энергоатомиздат, 1984. - 128 с.
2. **Lorch E.A.** Industrial and analytical applications of radioisotope radiation sources. J. Radioanal. Chem., 1979. V. 48, N 1-2, P. 209-215.
3. **Ainsworth A.** Review of Actinide Source Technology. - J. Less-Common Metals, 1986. V. 122, p. 383-399.

4. **Крандалл Дж.** Применение трансплутониевых элементов. Ат. техн. за рубежом, 1972, N 12, с. 19-25.

5. **Madic C, Bourges J., Koehly G.** Preparation of Nuclides and Sources of Actinide Elements. - Nucl. Instrum. and Methods in Phys. Res., 1985. V. A236, N 3, p. 474- 484.

6. Источники альфа-излучения на основе кюрия-244 для космических исследований / **Радченко В.М., Рябинин М.А., Ротманов К.В.** - Димитровград: ФГУП «ГНЦ РФ НИИАР», 2004. - 80 с.

7. **Rieder R., Wanke H., Economou T.** и др. Миниатюрный альфа-протоно-рентгеновский спектрометрический комплекс для определения содержания химических элементов в пробе. Приборы и техника эксперимента, 1997, N 5, с. 107-115.

8. **Ридер Р., Венке Г., Экономоу Т.** и др. Исследование химического состава вещества на борту посадочных модулей космических аппаратов: альфа-протоно-рентгеновский спектрометрический комплекс, Космические исследования, 1998, т. 36, N 5, с. 546-550.

9. **Hovestadt D., Andreychikov B., Akhmetshin I.** e.a. Measurement of the surface composition of the Mars Moon Phobos: The alpha-X experiment on the Phobos mission. The 27th Session of COSPAR, June 18-29, 1988, Helsinki, Finland.

10. In situ measurement of the surface composition of the Mars Moon Phobos: The alpha-X experiment on the Phobos mission. / **Hovestadt D., Andreychikov B., Bruckner J.** e.a. Lunar and Planetary Science, 1988, p. 511.

11. **Радченко В.М., Андрейчиков Б.М., Венке Г.** и др. Альфа-источники на основе кюрия-244 для космических исследований// Радиохимия, 1999. Т. 41, вып. 2, с. 150-152.

12. **Радченко В.М., Андрейчиков Б.М., Беркутов В.Л.** и др. Альфа-источники для проекта «Фобос»// Радиохимия, 1990, Т. 32, вып. 3, с. 142-145.

13. **Радченко В.М., Селезнев А.Г., Дрозник Р.Р., Рябинин М.А.** Синтез и изучение бинарных соединений актиноидов и лантаноидов. XXII. Интерметаллиды кюрия с кремнием // Радиохимия, 1998, т. 40, вып.1, с. 6-8.

14. **Rieder R., Economou T., Wanke H.** e.a. The Chemical Composition of Martian Soil and Rocks Returned by the Mobile Alpha Proton X-ray Spectrometer: Preliminary Results from the X-ray Mode. // Science. 1997, V. 278. P. 1771-1774.

15. **Rieder R., Wanke H., Economou T. and Turkevich A.** Determination of the chemical composition of Martian soil and rocks: The alpha proton X-ray spectrometer // 1997. J. of Geophysical Research, 1997, V. 102, No E2, P. 4027-4044.

16. **Gellert R., Rieder R., Anderson R.C.,** e. a. Chemistry of Rocks and Soils in Gusev Crater from the Alpha Particle X-ray Spectrometer // Science, 2004. V. 305, P. 839-832.

17. **Rieder R., Gellert R., Anderson R.C.** e.a. Chemistry of Rocks and Soils at Meridiani Planum from the Alpha Particle X-ray Spectrometer // Science, 2004. V. 306, P. 1746-1749.

18. **Андрейчук Н.Н., Радченко В.М., Тулвинский В.Б., Шипатов Э.Т.** Облучение полупроводниковых изделий альфа-частицами. Твердотельная электроника / Сб. статей под ред. С.В. Булярского. - Ульяновск: Изд-во СВНЦ. 1996. С. 113-119.

19. **Рябинин М.А., Андрейчук Н.Н., Радченко В.М.** Закрытый источник альфа-излучения. Патент РФ № 2235378. Бюл. изобр. N 24, 2004.
20. **Oganessian Yu. Ts., Utyonkov V.K., Lobanov Yu.V.** et. al. // Phys. Rev. Lett. 1999, v. 83. p.3154.
21. **Oganessian Yu. Ts., Utyonkov V.K., Lobanov Yu.V.** et. al. Observation of the decay of $^{292}\text{116}$. // Physical Review C, 2001, v. 63, 011301(R).
22. **Oganessian Yu. Ts., Utyonkov V.K., Moody K.J.** Synthesis of $^{292}\text{116}$ in the $^{248}\text{Cm} + ^{48}\text{Ca}$ Reaction. // Physics of Atomic Nuclei, 2001, v. 64, N 8, p. 1349-1355.
23. **Oganessian Yu. Ts.** et. al. Results from the First $^{249}\text{Cf} + ^{48}\text{Ca}$ Experiment. // Communication of the JINR, D7-2002-287, Dubna, 2002, 12 p.
24. **Oganessian Yu. Ts.** et. al. Experiments on the Synthesis of Element 115 in the Reaction $^{243}\text{Am} (^{48}\text{Ca}, xn)^{291}\text{115}$. // Preprint JINR, E7-2003-178, Dubna, 2003, 10 p.
25. **Селезнев А.Г., Радченко В.М., Рябинин М.А., Дрозник Р.Р.** Гамма-источники на основе металлического америция-241// Радиохимия, 1996, т. 38, вып. 5, с. 450-451.
26. **Nakada M., Saeki M., Masaki N.M., Tsutsui S.** Preparation of sources and sealed absorber holder for ^{237}Np and ^{238}U Mossbauer measurements // J. of Radioanal. and Nucl. Chem., 1998, V. 232. N 1-2, P. 201-207.
27. **Karelin Ye.A., Gordeev Y.N., Karasev V.I.** e.a. Californium-252 Neutron Sources. Appl. Radiat. Isot. 1997. V. 48, N 10-12. P. 1563-1566.
28. **Андрейчук Н.Н., Лебедева Л.С., Рябинин М.А., Радченко В.М.** Способ изготовления активной части источника ионизирующего излучения. Патент РФ № 2170968. Бюл. изобр. 2001, N 20.
29. **Радченко В.М., Рябинин М.А., Беркутов В.Л.** и др. Способ изготовления активной части радионуклидного источника. Патент РФ № 1266366. Бюл. изобр. 1990, N36.
30. **Radchenko V.M., Ryabinin M.A., Andreychuk N.N.** e. a. Curium-248 standard neutron source. Appl. Radiat. Isot. 2000. V. 53, N 4-5. P. 833-835.
31. **Adair H.L., Kuehn P.R.** Preparation of Cf neutron and fission-fragment sources. Nucl. Instrum. and Meth., 1974, vol. 114, p. 327-332.
32. **Андрейчук Н.Н., Баранов А.Ю., Гаврилов В.Д.** и др. Источники осколков деления на основе Cf. // Сборник трудов, Димитровград: ГНЦ РФ НИИАР, 1997. Вып. 3, с. 106-114.

**ФГУП «НПП «ТОРИЙ» - РАЗРАБОТЧИК И ИЗГОТОВИТЕЛЬ ЛИНЕЙНЫХ
УСКОРИТЕЛЕЙ ЭЛЕКТРОНОВ ДЛЯ РАДИАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И
ДЕФЕКТΟΣКОПИИ**

**Грызлов А.В.¹, Ермаков А.Н.², Каманин А.Н.², Мельничук Г.В.¹, Назаров В.С.¹,
Невский П.В.¹, Сигалаев В.Н.¹, Симонов А.С.², Фрейдович И.А.¹, Чудин В.Г.¹,
Шведун В.И.²**

1 - ФГУП "Научно-производственное предприятие "Торий"

2 - ООО «ЛЭУ МГУ»

Излагаются результаты работ, выполненных на протяжении длительного периода времени в ФГУП «НПП «Торий», по разработке и выпуску линейных ускорителей электронов для радиационной технологии и дефектоскопии.

Ключевые слова: линейный ускоритель, дефектоскопия, радиационные технологии

Введение

В течение 1964 – 1974 г.г. на предприятии были выполнены работы по созданию ускоряющей структуры на бегущей волне на энергию 5 МэВ на частоте 1885 МГц с питанием от мощного импульсного магнетрона (10 МВт, 10кВт), который создавался параллельно. Были изготовлены и поставлены заказчикам несколько экспериментальных и опытных образцов ускорителя «Электроника» на энергию 5 МэВ с мощностью пучка 5 кВт. Ускорители применялись в научных и прикладных исследованиях в радиационной химии и в физике полупроводников. К 1974г. в электронной промышленности на опытных образцах ускорителей «Электроника» был разработан радиационно-технологический процесс повышения быстродействия полупроводниковых приборов. Было принято решение об организации серийного выпуска ускорителей и оснащении ими полупроводниковых заводов отрасли.

Линейные ускорители электронов

для радиационно-технологических процессов

С 1974 по 1990 г. создано три поколения линейных ускорителей электронов «Электроника» (ЭЛУ-4, У-003, УЭЛВ-10-10) на энергии от 3 до 10 МэВ с мощностью пучка от 5 до 10 кВт., а также два поколения магнетронов на частоте 1885 МГц со средней мощностью 10кВт (МИ-320) и 20кВт (МИ-435) при импульсной мощности 10 МВт. Ускорители оснащены системой сканирования пучка в полосу длиной от 40 до 60 см и шириной не менее 1 см на расстоянии 20 см от выходной фольги. Ускорители второго поколения (У-003) генерируют электронные потоки как с традиционной

длительностью импульсов 1-5 мкс при импульсном токе до 1А, так и с длительностью импульсов 2, 5 и 10 нс при импульсном токе до 10А. Частота повторения импульсов регулируется от однократных до 250 1/с [1]. В 2000...2003г. разработан более мощный и надёжный магнетрон МИ-470 с выходной мощностью 30кВт. На ускорителе УЭЛВ-10-10 с использованием магнетрона МИ-470 средняя мощность пучка доведена до 15 кВт. Весь комплекс, включая источники питания и систему управления, был разработан в ФГУП «НПП «Торий». Ускорители выпускались на серийном и опытном заводах, был налажен выпуск запасных частей, организовано гарантийное и послегарантийное обслуживание.

К 2000 году поставлено и введено в эксплуатацию около 100 ускорителей, в том числе 6 - в странах дальнего зарубежья (Польша, Германия, Эквадор, Китай). В настоящее время работает около 30 ускорителей, включая эти 6. Торий обеспечивает действующие ускорители запасными частями и выполняет послегарантийное обслуживание.

Выбор ускоряющей структуры в режиме бегущей волны и магнетрона для её питания был обусловлен научно-техническим уровнем и возможностями предприятия на тот момент. Применение ускоряющих структур на стоячей волне и использование созданных на предприятии многолучевых клистронов, а также переход в более коротковолновый диапазон длин волн (2856 МГц) позволяет повысить стабильность и управляемость выходных параметров и существенно снизить металлоёмкость изделия.

В 2005-2007 гг. ФГУП «НПП «Торий» совместно с НИИЯФ МГУ разработал экспериментальный образец линейного ускорителя электронов на энергию 10 МэВ и мощность пучка 30 кВт, изображенный на рисунке 1 [2]. Параллельно с разработкой ускорителя велась разработка клистрона на частоте 2856 МГц с импульсной мощностью 6 МВт и средней мощностью не менее 60 кВт. Выходные устройства ускорителя заимствованы от ускорителя УЭЛВ-10-10. Ускоритель был изготовлен, но из-за отсутствия испытательного оборудования и скудного финансирования, клистрон испытать не удалось. Испытания ускорителя проводились с использованием ранее разработанного клистрона КИУ-147А (6 МВт, 25 кВт, 2856 МГц) [3].

После испытаний и длительной эксплуатации экспериментального образца ускорителя с клистроном КИУ-147А было принято решение разработать полный комплект рабочей конструкторской и технологической документации и начать изготовление опытного образца СВЧ модуля, т.е. ускорителя без системы



Рис. 1. Экспериментальный образец линейного ускорителя электронов на энергию 10 МэВ и мощность пучка 30 кВт

высоковольтного питания, с целью последующего его серийного выпуска. Работа проводится совместно с ООО «ЛЭУ МГУ».

Состав СВЧ модуля представлен на структурной схеме рис.2.

На схеме не показаны СВЧ тракт цепи обратной связи, система водяного охлаждения и газовая система. Высоковольтное питание клистрона и электронной пушки в состав СВЧ модуля не входят.

СВЧ модуль состоит из 4-х блоков, объединённых в одну конструкцию: I – блок генераторный, II–блок ускорительный, III– блок развертки, IV –блок питания и управления.

Инжектируемый электронный поток формируется триодной пушкой. Ускорение пучка происходит в оптимизированной бипериодической структуре с осевыми резонаторами связи, имеющей три группирующие ячейки. Питание высокочастотной мощностью осуществляется от клистрона КИУ-147А через высокочастотный тракт в канале 34x72 мм, включающий в себя ферритовый вентиль, керамическое окно, гибкий прямоугольный волновод. После ускорения электронный пучок сканируется электромагнитом с частотой 1-3 Гц. Возможна вертикальная и горизонтальная установка СВЧ модуля.

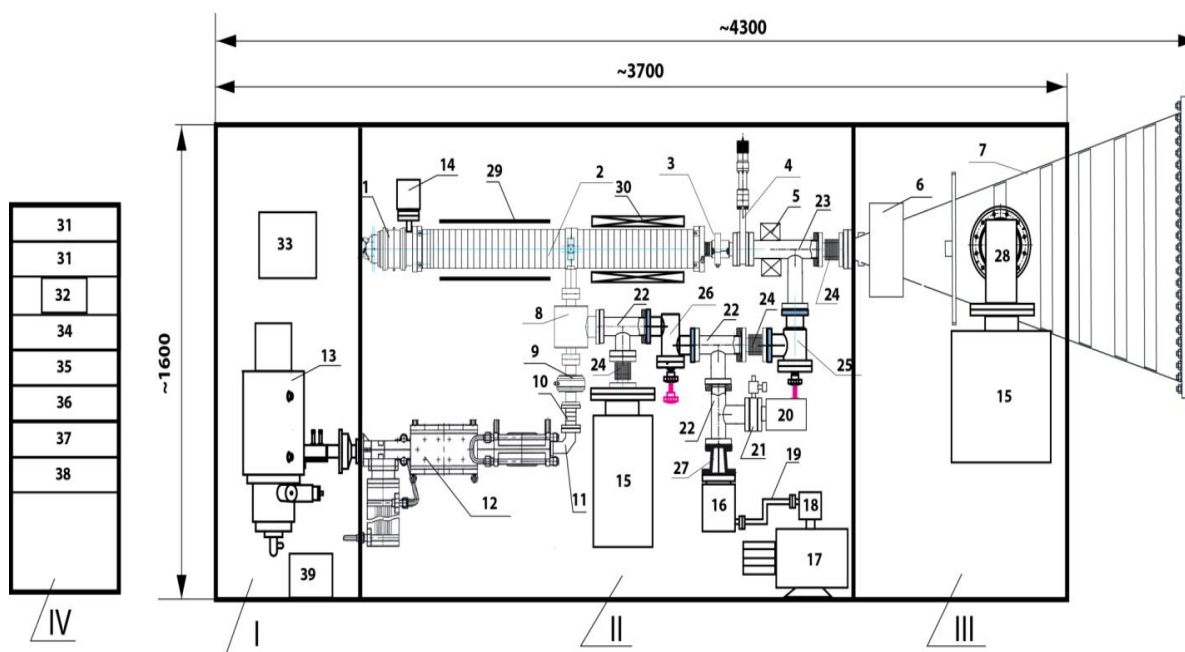


Рис. 2 Структурная схема СВЧ модуля

1 - электронная пушка; 2 - ускоряющая структура; 3 - датчик тока пучка; 4 - вакуумный затвор; 5 - квадрупольная линза; 6 - магнит формирования поля излучения; 7 - камера развертки; 8 - узел откачки; охлаждаемый; 9 - вакуумное окно; охлаждаемое; 10 - гибкий волновод на высокий уровень средней мощности; 11 - волноводный уголок со штуцером подачи газа; 12 - ферритовый вентиль с согласованными нагрузками; 13 - клистрон КИУ-147А; 14; 15 - магниторазрядный насос; 16 - турбомолекулярный насос; 17 - форвакуумный насос; 18 - масляная ловушка; 19 - металлорукав; 20 - датчик вакуума; 21 - вентиль; 22; 23 - тройник; 24 - сильфон; 25 - вентиль угловой; 26 - вентиль линейный; 27 - переходник; 28 - откачной патрубков; 29 - магнитный экран; 30 - корректоры; 31; 32 - блок питания магниторазрядного насоса; 33 - система высоковольтного питания пушки; 34 - СВЧ блок обратной связи; 35 - контроллеры системы контроля и управления; 36 - блок управления газового щита; 37 - блок управления внутренней системой охлаждения; 38 - контроллер турбомолекулярного насоса; 39 - накальный трансформатор клистрона.

Управление осуществляется с помощью удаленного пульта со встроенной цифровой системой управления и контроля. Для обеспечения безопасной работы ускоритель снабжен системой аварийного выключения (блоком красных кнопок), электронным замком, системой внутренних блокировок, возможно подключение дополнительных внешних блокировок, отключающих генерацию излучения в нештатных ситуациях (открытые двери, превышение мощности дозы в контролируемых точках и т.п.).

Основные параметры СВЧ модуля следующие: номинальная энергия электронов – 10 МэВ, средняя мощность пучка регулируется от 1 до 15 кВт, полоса сканирования регулируется от 40 до 60 см, рабочая частота - 2856 МГц.

Линейные ускорители электронов для дефектоскопии

Радиационная дефектоскопия активно развивается с середины XX века. Это обусловлено интенсивным развитием машиностроения, энергетики, особенно атомной. Размеры дефектов (раковины, полости, щели, неоднородности материала), подлежащих определению, должны быть не более нескольких миллиметров в толщинах 500 мм и более. Для решения этой задачи, как правило, применяются ускорители электронов.

В «ЛЭУ МГУ» совместно с ФГУП «НПП «Горий» разработаны базовая конструкция и на её основе три модификации ускорителя для дефектоскопии: УЭЛР-6-2Д, УЭЛР-8-2Д и УЭЛР-10-2Д. Ускорители обеспечивают генерацию тормозного излучения с верхней границей спектра 6, 8 и 10 МэВ при мощности дозы до 10 Гр/мин (для УЭЛР-6-2Д, УЭЛР-8-2Д) и 40 Гр/мин (для УЭЛР-10-2Д). Тормозное излучение генерируется расположенной в вакууме охлаждаемой мишенью. Излучатель ускорителя имеет локальную радиационную защиту, снижающую мощность дозы на расстоянии 1 м от корпуса излучателя не менее чем в 10000 раз по сравнению с мощностью дозы на оси пучка на расстоянии 1 м от тормозной мишени. Коллиматор формирует поле излучения диаметром не менее 500 мм на расстоянии 2 м от тормозной мишени. Ускоритель снабжен лазерной системой наведения оси пучка излучения на указанную область. Встроенная ионизационная камера позволяет осуществлять контроль сообщенной дозы и автоматическое выключение излучения после набора заданной дозы. Технические параметры ускорителей представлены в Таблице 1

Таблица 1.

Технические параметры ускорителей

№ п/п	Наименование параметра	Модификация ускорителя		
		УЭЛР-6-2Д	УЭЛР-8-2Д	УЭЛР-10-2Д
1.	Максимальная энергия ускоренных электронов, МэВ	6	8	10
2.	Диапазон регулирования энергии, МэВ	3 - 6	3 – 8	5 - 10

Продолжение таблицы 1

№ п/п	Наименование параметра	Модификация ускорителя		
		УЭЛР-6-2Д	УЭЛР-8-2Д	УЭЛР-10-2Д
3.	Максимальная мощность дозы на расстоянии 1 м, Гр/мин	10	15	40
4.	Диапазон регулирования мощности дозы тормозного излучения на расстоянии 1 м от мишени на центральной оси, Гр/мин	1 – 10	1 - 15	10 – 40
5.	Асимметрия поля тормозного излучения, %, не более	5	5	5
6.	Эффективный диаметр фокусного пятна на мишени, мм, не более	1	1	1
7.	Форма и размер рабочей области на расстоянии 2 м, м	круг, \varnothing 0,5	круг, \varnothing 0,5	круг, \varnothing 0,5
8.	Допустимая неравномерность мощности дозы в пределах рабочей области, %	10	10	10
9.	Максимальная допустимая длительность одной экспозиции, мин	не ограничена	не ограничена	не ограничена
10.	Минимальный интервал между экспозициями, мин	1	1	1
11.	Просвечиваемая радиационная толщина по стали, мм	50 – 350	50 – 380	100 – 500
12.	Конструкция ускорителя	излучатель пакетирован с модулятором	излучатель пакетирован с модулятором	излучатель пакетирован с модулятором
13.	Габаритные размеры (ДхШхВ), мм, не более	1100х700 х1500	1100х700 х1500	1400х700 х1500
14.	Масса, кг, не более	1 300	1 300	1 400
	Коэффициент ослабления излучения локальной радиационной защитой вне рабочей зоны, не менее	10 000	10 000	10 000

Структурная схема излучателя изображена на рис. 3. Размещение элементов в корпусе излучателя показано на рис. 4. Нумерация элементов на рис. 3 и на рис. 4 совпадает.

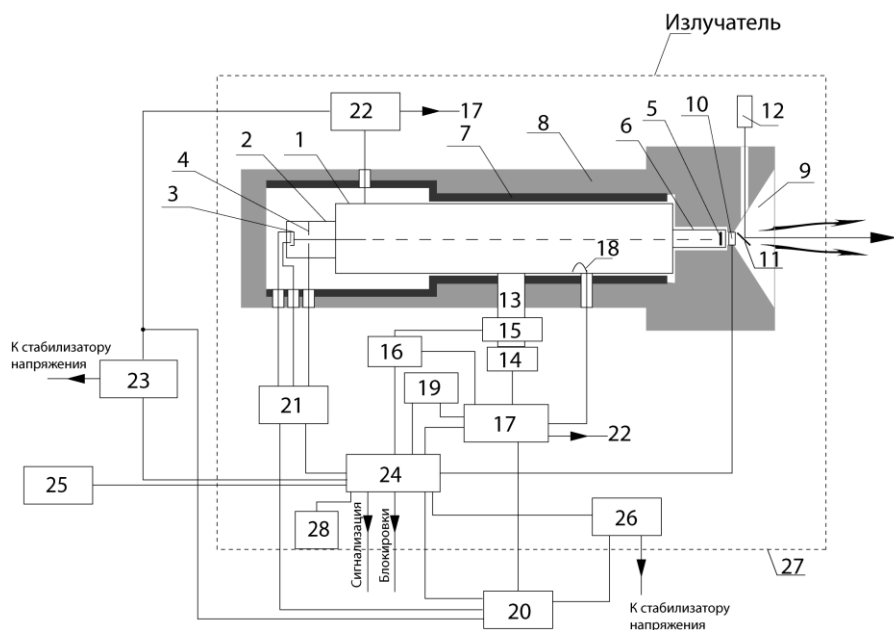


Рис. 3 Структурная схема излучателя

Ускоритель состоит из следующих элементов: 1 – ускоряющая структура, 2 – электронная пушка, 3 – катод пушки, 4 – управляющий электрод пушки, 5 – тормозная мишень, 6-электропровод, 7 – магнитный экран, 8 – радиационная защита, 9 - коллиматор, 10 – ионизационная камера, 11 – зеркало, 12 – лазер, 13 – питающий волновод, 14 – вакуумное высокочастотное окно, 15 – геттерный и электроразрядный вакуумные насосы, 16 – блок питания электроразрядных насосов, 17 – система высокочастотного питания с клистроном КИУ-168, 18 – высокочастотная антенна, 19 – система подачи изолирующего газа, 20 – модулятор, 21 – система питания пушки, 22 – система распределения охлаждающей жидкости излучателя, 23 – модуль охлаждения, 24 – система контроля и управления, 25 – пульт управления, 26 – управление питанием ускорителя (контакты), 27 –корпус излучателя, 28 – блокировки корпуса излучателя.

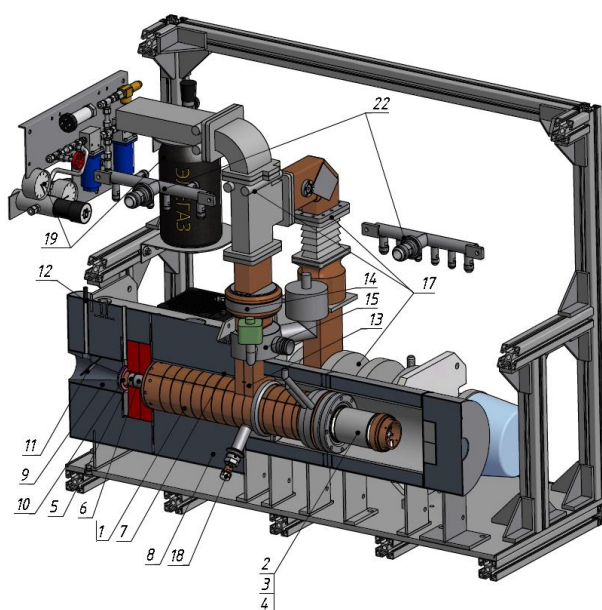


Рис. 4 Размещение элементов в корпусе излучателя

Излучатель и модулятор охлаждаются дистиллированной водой или раствором этиленгликоля с температурой, стабилизированной с точностью не хуже 0,5 °С.

Работа всех устройств ускорителя контролируется системой управления на базе специализированных контроллеров, размещенных внутри излучателя. Оператор управляет работой ускорителя с помощью удаленного пульта с встроенным компьютером, жидкокристаллическим цветным дисплеем и клавишами управления.

Для обеспечения безопасной работы ускоритель снабжен системой кнопок аварийного выключения (красных кнопок), электронным замком, системой внутренних блокировок ускорителя, входами внешних блокировок, отключающих генерацию излучения в нештатных ситуациях (открытые ворота, превышение мощности дозы в контролируемых точках и т.п.), выходом сигнала, свидетельствующего о включении излучения.



Рис. 5 Ускоритель УЭЛР-8-2Д

Изготовлено два ускорителя УЭЛР-8-2Д. Первый уже наработал более 12000 часов, второй, после заводских испытаний, передаётся заказчику. Завершается изготовление ускорителя УЭЛР-6-2Д. Фотография ускорителя УЭЛР-8-2Д приведена на рисунке 5.

Заключение

ФГУП «НПП «Горий» совместно с «ЛЭУ МГУ» имеет все научно-технические, технологические и производственные возможности для разработки, изготовления и

поставки линейных ускорителей электронов для радиационной технологии и дефектоскопии.

Литература

1. **Грызлов А.В., Захаров М.А., Лысов Г.В.** Линейный ускоритель электронов «Электроника» для радиационной технологии. «Электронная промышленность», 1979, №3, с.с. 22-23.
2. **Gryzlov A.V., Iiin V.N., Lamonov S.V. et al.**, Proc. The XI Int. Conf. on Charged Particle Accelerators Applied in Medicine and Industry, St. Petersburg, Russia, October 10-14, 2005, p.132
3. **Alimov A.S., Alimov E.A., Kamanin A.N. et al.** Beam parameters measurement of technological 10 MEV Linac. Proceedings of RuPac 2008, Zvenigorod, Russia

ПРОМЫШЛЕННЫЕ УСКОРИТЕЛИ ИЛУ В СОВРЕМЕННЫХ РАДИАЦИОННО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ КОМПЛЕКСАХ

**Безуглов В.В., Брызгин А.А., Власов А.Ю., Воронин Л.А., Горбунов В.А.,
Кокин Е.Н., Коробейников М.В., Лукин А.Н., Макаров И.Г., Нехаев В.Е.,
Максимов С.А., Панфилов А.Д., Радченко В.М., Штарклев Е.А., Сидоров А.В.,
Тарнецкий В.В., Ткаченко В.О., Факторович Б.Л., Чернов К.Н.**

Институт Ядерной Физики СОРАН, г. Новосибирск,
A.A.Bryazgin@inp.nsk.su

Импульсные ВЧ ускорители электронов типа ИЛУ разработаны и производятся в Институте Ядерной Физики. В докладе приведены параметры линейки ускорителей, их принцип действия и особенности. Ускорители типа ИЛУ работают в промышленности и применяются для разработки новых радиационных технологий. Для линий по стерилизации медицинских изделий ускорители ИЛУ работают совместно с конвейером, разработанным в НИИТФА. В докладе отражены новые и перспективные радиационные комплексы для реальных промышленных предприятий и исследовательских учреждений. Благодаря высокой энергии и большой мощности ускорители ИЛУ снабжаются легко устанавливаемым конвертером тормозного излучения.

Ключевые слова: высокочастотный импульсный ускоритель электронов, электронный пучок.

Введение

В Институте ядерной физики были разработаны импульсные ВЧ ускорители типа ИЛУ с относительно низкой рабочей частотой ускоряющей системы – от 115 до 180 МГц (в отличие от других линейных ускорителей работающих на частотах несколько гигагерц). ВЧ генераторы для этих ускорителей делаются на мощных импульсных генераторных триодах, которые стоят существенно дешевле, чем магнетроны и клистроны.

Первый мощный промышленный высокочастотный импульсный линейный ускоритель электронов типа ИЛУ был разработан в Институте ядерной физики СО РАН в начале 70-х годов 20-го века. С этого времени ускорители типа ИЛУ производятся в ИЯФе и поставляются в промышленность и исследовательские организации России и других государств [1, 2].

Исторически первой промышленной машиной серии ИЛУ был ускоритель ИЛУ-6 с максимальной энергией 2 МэВ. Это была однозорная машина с резонатором работающим в режиме стоячей волны. В результате при правильном выборе фазе

инжекции электронный пучок ускоряется до энергии практически равной максимальному напряжению на ускоряющем зазоре, и при небольшом угле инжекции можно обеспечить малый разброс энергии в электронном пучке.

С течением времени его конструкция модифицировалась, и максимальная энергия была увеличена до 2,5 МэВ. Работы по поиску новых решений и разработке новых моделей в линейке ИЛУ шли постоянно, были разработаны и пошли в серию ускорители ИЛУ-8 с энергией до 1 МэВ и ИЛУ-10 с энергией до 5 МэВ. Расчёты показали, что дальнейшее увеличение максимальной энергии в однозонарных резонаторах вызывает неприемлемый рост потерь, и для повышения энергии эффективнее использовать многорезонаторные ускоряющие системы с несколькими ускоряющими зазорами.

Для промышленной обработки разрешено использовать электронные пучки с энергией до 10 МэВ и тормозное излучение, генерируемое электронным пучком с энергией до 7,5 МэВ. Поэтому следующим шагом в развитии серии стали ускорители ИЛУ-12 и ИЛУ-14 с энергиями до 7,5 и 10 МэВ соответственно.

Ускоритель ИЛУ-8 и области его применения

Диапазон энергии – 0,8-1 МэВ

Средний ток пучка – до 20 мА

Основные применения – обработка проводов, трубок, плёнок, листового вспененного полиэтилена.

Ускоритель ИЛУ-8 был разработан в начале 1980-х гг. для обработки тонких полимерных трубок, плёнок, проводов и кабелей, его диапазон рабочей энергии 0,8-1 МэВ, средний ток пучка – до 20 мА.

Основное преимущество ИЛУ-8 – его небольшие габариты при энергии электронного пучка до 1 МэВ [3]. Благодаря небольшим габаритам и низкой максимальной энергии ускоритель может работать внутри местной биологической защиты. При желании его можно разместить и в компактном бетонном бункере. Ускоритель ИЛУ-8 в местной защите показан на Рис. 1.

Высота стального короба местной защиты составляет 3,16 м. Этот ускоритель с местной биологической защитой может быть установлен в любом цеху, имеющем высоту не менее 4 м.

Местная защита представляет собой стальной короб, разделенный на две части. В верхнем отделении размещаются вакуумный бак ускорителя, волновод обратной связи и волновод ввода ВЧ мощности, вентилятор обдува выпускных окон и

форвакуумная система. В нижнем отделении размещаются устройство выпуска пучка и перематывающее устройство (которое обеспечивает транспортировку длинномерных изделий под пучком). Устройство выпуска пучка для четырёхстороннего облучения, показанное на этом рисунке, включает в себя шибер, электромагниты развёртки, раструбы, окна для выпуска пучка, коллектор.

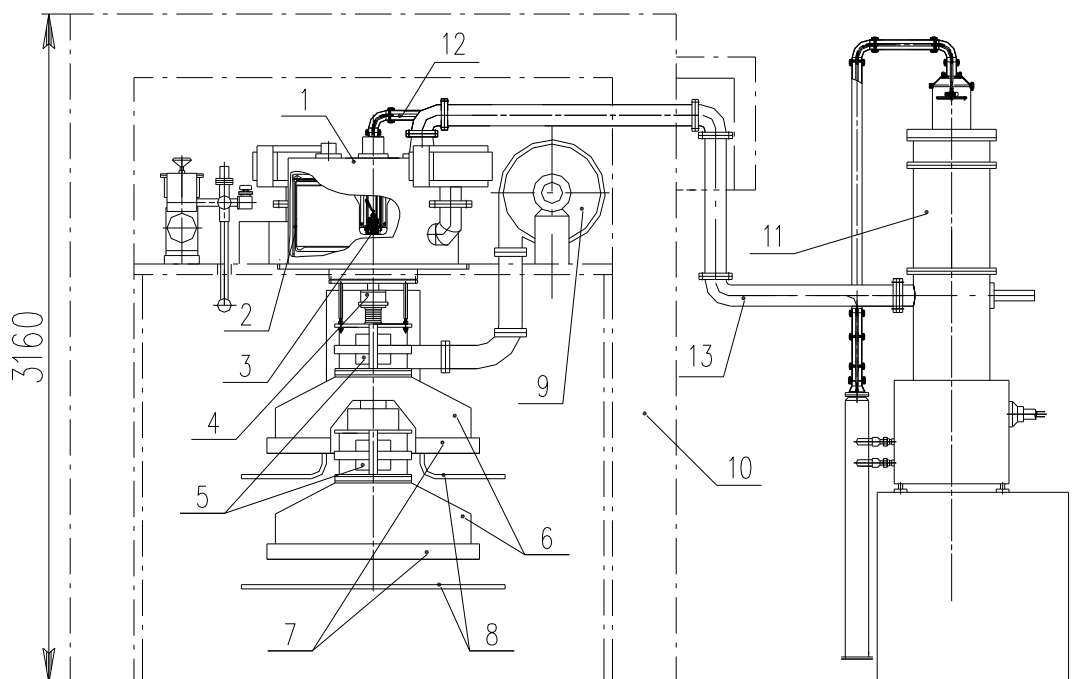


Рис. 1. Ускоритель ИЛУ-8 в местной биологической защите.

- 1 – вакуумный бак, 2 – резонатор, 3 – инжектор электронов, 4 – шибер, 5 – электромагниты развёртки, 6 – раструбы выпускного устройства, 7 – окна для выпуска пучка, 8 – коллекторы пучка, 9 – вентилятор обдува выпускных окон, 10 – местная радиационная защита, 11 – высокочастотный генератор, 12 – волновод обратной связи, 13 – волновод ввода высокочастотной мощности.

Для уменьшения габаритов местной радиационной защиты ВЧ генератор размещён снаружи радиационной защиты. Связь ВЧ генератора с резонатором ускорителя осуществляется через 2 волновода – обратной связи 12 и ввода ВЧ мощности 13. Рабочая частота резонатора ускорителя ИЛУ-8 – 180 МГц.

Устройство выпуска пучка для четырёхстороннего облучения крупным планом и более детально показано ниже на Рис. 2.

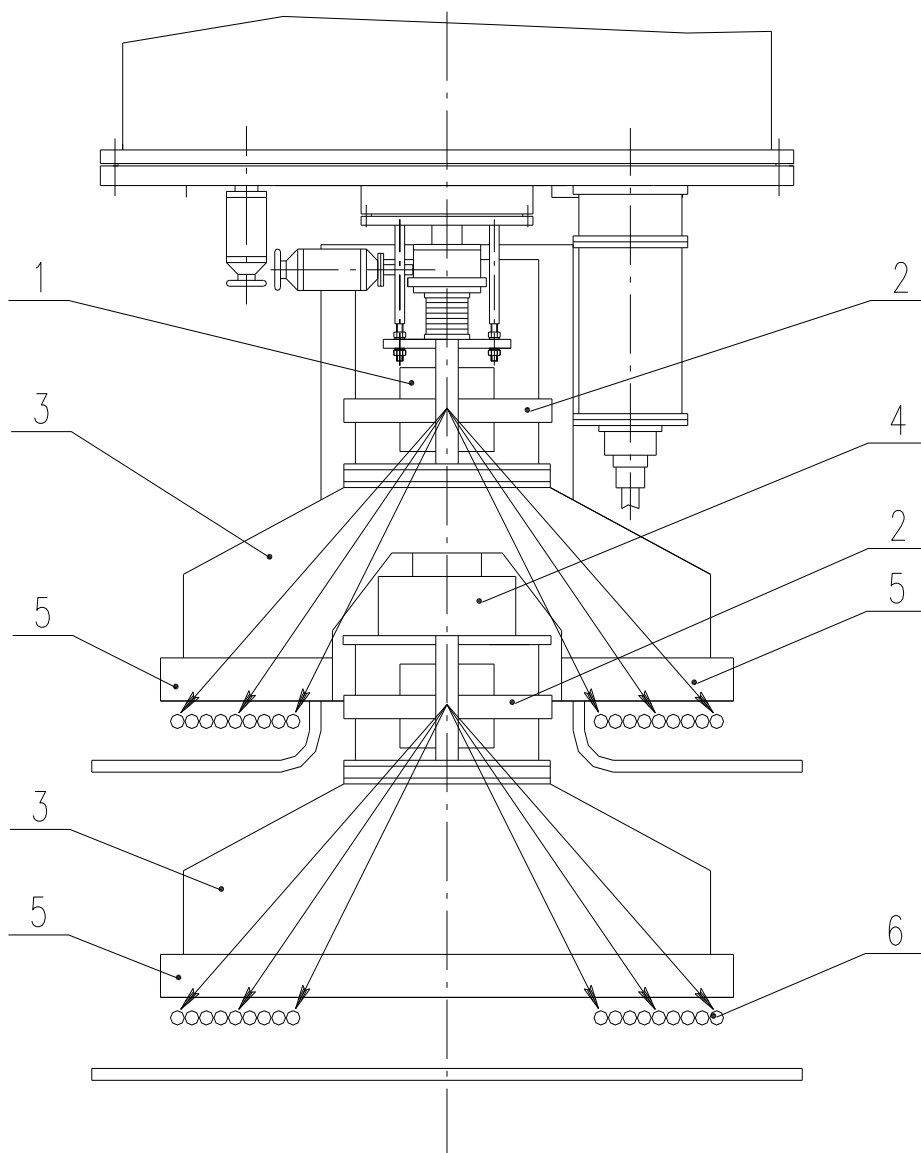


Рис. 2. Устройство выпуска пучка для четырехстороннего облучения.

- 1 – горловина развертки, 2 – отклоняющий электромагнит развертки,
 3 – раструбы, 4 – фокусирующая линза, 5 – выпускные окна,
 6 – облучаемое длинномерное изделие (провод или трубка).

Облучение с 4-х сторон позволяет обрабатывать провода и трубки с толщиной полимерного слоя практически равной глубине проникновения пучка.

На Рис. 3 показан вид ускоритель ИЛУ-8 в местной защите и приведена фотография перематывающего устройства внутри защиты, ниже на Рис. 4. показан ускоритель ИЛУ-8 в цеху кабельного завода, на заднем плане виден металлический короб радиационной защиты, рядом с ним стоит ВЧ генератор.

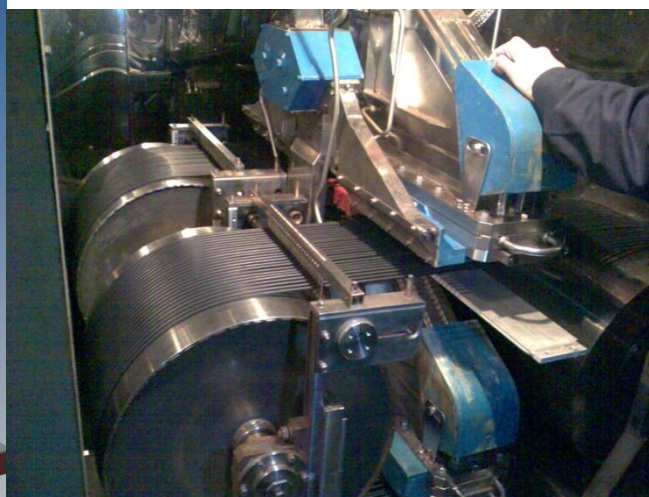
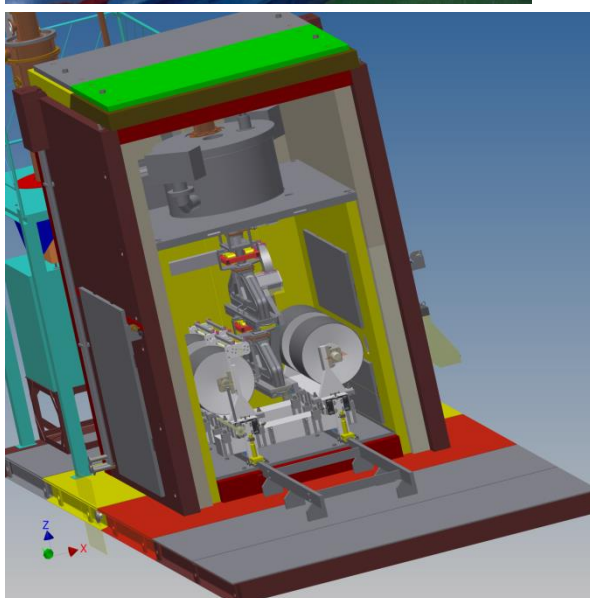
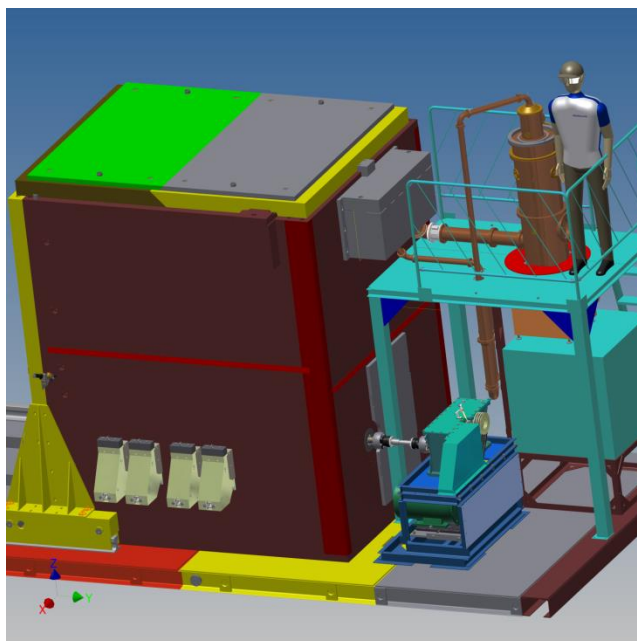


Рис. 3. Ускоритель ИЛУ-8 в местной защите – сверху вид защиты в закрытом состоянии с разных сторон, внизу показано размещение ускорителя и перематывающего устройства внутри короба защиты.

Ускоритель ИЛУ-10 и области его применения

Диапазон энергии – 4-5 МэВ

Средний ток пучка – до 10 мА

Основные применения – обработка проводов, кабелей, толстостенных трубок, полимерных труб для горячего водоснабжения, стерилизация и деконтаминация медицинских изделий и продуктов, пастеризация пищевых продуктов.



Рис. 4. Ускоритель ИЛУ-8 в цеху кабельного завода – короб радиационной защиты и ВЧ генератор видны на заднем плане.

Во всём мире развивается производство толстостенных полимерных изделий (трубки, трубы для водоснабжения и высоковольтные кабели), и эти изделия требуют энергии свыше 4 МэВ. Процессы радиационной стерилизации также требуют высокой энергии электронного пучка. Для обработки пищевых продуктов во всех странах, кроме США, существует законодательно установленный верхний порог энергии

электронного пучка при работе в режиме конверсии в тормозное излучения – 5 МэВ. Поэтому была поставлена задача создания мощного промышленного ускорителя типа ИЛУ с рабочим диапазоном энергии до 5 МэВ, так как при повышении энергии повышается коэффициент конверсии электронного пучка в тормозное излучение.

На Рис. 5 ниже показана конструкция ускорителя ИЛУ-10, который был разработан на основе ускорителя ИЛУ-6. Высота ускорителя вместе с генераторами составляет 2,4 м (высота ИЛУ-6 – 2 м). Конструктивных отличий между ИЛУ-10 и ИЛУ-6 немного – ускоритель ИЛУ-10 имеет резонатор большей высоты и два ВЧ генератора (вместо одного ВЧ генератора у ускорителя ИЛУ-6). ВЧ генераторы размещены одинаково – непосредственно на вакуумном баке ускорителя. ВЧ энергия передаётся из генераторов в резонатор при помощи петли связи, соединённой с анодом лампы ВЧ генератора через разделительный вакуумный конденсатор.

Ускоряющая система ускорителя ИЛУ-10 представляет собой медный тороидальный резонатор (см. Рис. 5), помещённый внутри вакуумного бака, сделанного из нержавеющей стали.

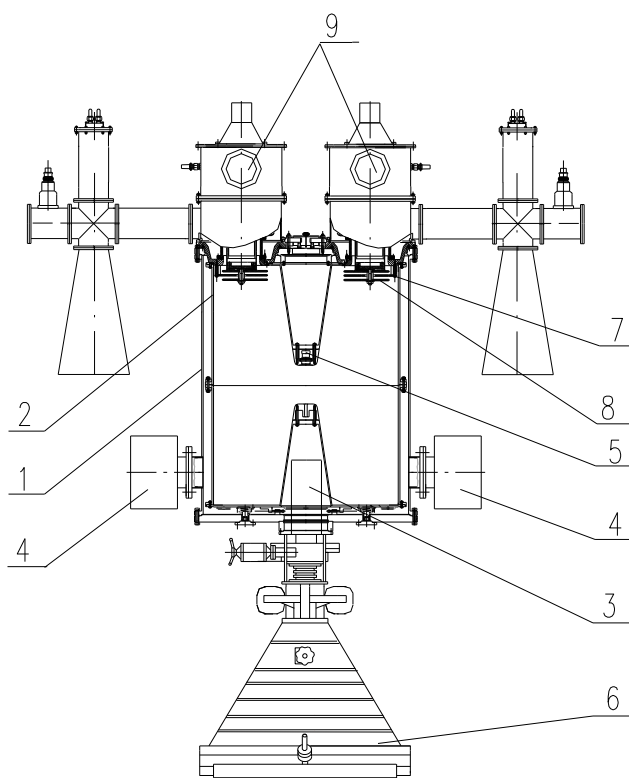


Рис. 5. Конструкция ускорителя ИЛУ-10.

- 1 – вакуумный бак, 2 – резонатор, 3 – фокусирующая линза, 4 – магниторазрядные насосы, 5 – инжектор электронов, 6 – выпускное устройство, 7 – петля связи, 8 – вакуумный конденсатор петли связи, 9 – ВЧ генератор.

Диаметры резонаторов ускорителей ИЛУ-6 и ИЛУ-10 и их рабочие частоты одинаковы – 118 МГц, но резонатор ускорителя ИЛУ-10 имеет большую высоту, благодаря этому его внутренний объем больше и у него выше добротность и шунтовое сопротивление (шунтовое сопротивление резонатора ИЛУ-6 составляет 4,5 МОм, а резонатора ИЛУ-10 – 9 МОм). Благодаря более высокой добротности и использованию двух ВЧ генераторов ускоритель ИЛУ-10 может работать на энергии вплоть до 5 МэВ. Ускоритель ИЛУ-10 имеет диапазон рабочей энергии 4-5 МэВ и средний ток электронного пучка до 10 мА.

Резонатор выполняется из двух частей, внутренние выступы которых образуют между собой ускоряющий промежуток. Триодная электронная пушка размещается в верхнем выступе. Нижний выступ, формирующий анодную часть ускоряющего промежутка, снабжен отверстием для выпуска пучка. Через это отверстие пучок ускоренных электронов проходит вниз в устройство выпуска пучка через магнитную линзу. Магнитная линза фокусирует пучок для минимизации потерь пучка внутри ускорителя и выпускного устройства.

На Рис. 5 показано стандартное выпускное устройство, которое обеспечивает развёртку пучка вдоль выпускного окна, закрытого тонкой титановой фольгой толщиной 50 мкм. Стандартная длина выпускного окна – 980 мм, ширина – 80 мм. Такие выпускные устройства применяются для обработки медицинской и пищевой продукции.

Для работы с длинномерными изделиями (кабелями, проводами, трубками) ускорители ИЛУ-10 снабжаются выпускными устройствами для четырехстороннего облучения, см. Рис. 2. Такие ускорители были поставлены в Китай и Польшу.

В последние годы ускорители ИЛУ-10 поставлялись в облучательные центры ориентированные на обработку широкого спектра продукции. Основную массу продукции составляют медицинские изделия – одноразовое медицинское бельё и одноразовые медицинские инструменты.

В 2013 г. были запущены в работу 2 ускорителя ИЛУ-10 в облучательном центре в Биотехнопарке г. Кольцово, Новосибирская область. Эти ускорители обеспечивают радиационный синтез медицинских препаратов и стерилизацию одноразового медицинского белья.

В 2013 г. был запущен ускоритель ИЛУ-10 в Парке Ядерных Технологий, г. Курчатова, Казахстан. На Рис. 6 показаны фотографии сделанные в этом облучательном центре. Центр предназначен для обработки медицинской продукции.



Рис. 6. Ускоритель ИЛУ-10 (сверху), его выпускное устройство и конвейер (снизу) в Парке ядерных технологий, г. Курчатов, Казахстан.



**Рис. 7. Ускоритель ИЛУ-10 (сверху)
и его выпускное устройство над конвейером (снизу),
Институт ядерной физики, Новосибирск.**

Работа по созданию этого центра была проведена совместно с НИИТФА. За основу конвейерной системы взят конвейер ранее разработанный для изотопного гамма-источника. Специалистами НИИТФА он был адаптирован к ускорителю ИЛУ-10 и смонтирован в бункере Корпуса Радиационной Стерилизации ПЯТ. Интегратором проекта выступила компания ”Роник-ускорительные технологии”.

В 2014 г. был запущен в работу ускоритель ИЛУ-10 в облучательном центре в Институте ядерной физики, г. Новосибирск. Этот ускоритель используется для стерилизации одноразового медицинского белья. Фотографии ускорителя ИЛУ-10 и размещённого над конвейером устройства выпуска пучка показаны выше на Рис. 7.

Конвейерные системы в облучательных центрах делаются с переменной скоростью транспортировки поддонов с продукцией – в зоне облучения поддоны идут

впритык друг к другу, в остальных местах скорость транспортировки поддонов выше, и между ними образуются промежутки, позволяющие спокойно проходить повороты и переходы с одного участка конвейера на другой. На Рис. 7 видно, что поддоны в зоне облучения идут без промежутков, а рядом на другой ветке конвейера между поддонами видны значительные промежутки.

На Рис. 8 и 9 показаны коробки с одноразовым медицинским бельём в зоне загрузки конвейера, видны значительные промежутки между поддонами.



Рис. 8. Коробки с одноразовым медицинским бельём в зоне загрузки конвейера.



Рис. 9. Коробки с одноразовым медицинским бельём в зоне загрузки конвейера.

Конвейерная система управляется единой системой управления облучательного центра, которая управляет ускорителем и контролирует радиационную обстановку в центре. Система блокировок и датчиков передвижения также передаёт данные в систему управления для остановки работы в случае возникновения нестандартных ситуаций.

Многозазорные ускорители ИЛУ-12 и ИЛУ-14

Диапазон энергии ИЛУ-12 – 5-7,5 МэВ

Средний ток пучка – до 12 мА при 5 МэВ и до 5,5 мА при 7,5 МэВ

Диапазон энергии ИЛУ-14 – 7,5-10 МэВ

Средний ток пучка – до 13 мА

Основные планируемые применения – стерилизация медицинских изделий и деконтаминация медицинских отходов, пастеризация пищевых продуктов.

Постоянный рост ассортимента и количества выпускаемой одноразовой медицинской продукции рождает спрос на мощные ускорители электронов с энергией до 10 МэВ и возможностью генерации тормозного излучения [4].

В настоящее время для генерации тормозного излучения на танталовом конвертере без ограничений допустимо использовать электронный пучок с энергией до 7,5 МэВ. Для обработки электронным пучком можно использовать энергии до 10 МэВ. Таким образом возникла необходимость разработки ускорителя мощностью до 100 кВт и диапазоном энергии 7,5-10 МэВ.

Увеличение максимальной энергии в однозазорных резонаторах выше значения 5 МэВ вызывает неприемлемый рост потерь в резонаторе и уменьшение КПД ускорителя. Для повышения энергии эффективнее использовать многорезонаторные ускоряющие системы с несколькими ускоряющими зазорами.

Был спроектирован и изготовлен прототип многорезонаторного ускорителя с рабочей частотой ускоряющей структуры около 176 МГц. На этом прототипе были проведены различные испытания, в том числе были проверены работа системы охлаждения резонаторов, работа вводов ВЧ мощности, работа инжектора электронов, проводка пучка по ускорительному тракту, и т.д.

После завершения испытаний прототипа был спроектирован и изготовлен ускоритель ИЛУ-12 с ускоряющей структурой, состоявшей из трёх полных и двух половинных (концевых) ускоряющих резонаторов и четырёх резонаторов связи.

Для ускорителя ИЛУ-12 был изготовлен двухкаскадный ВЧ генератор. Диапазон энергии ускорителя ИЛУ-12 – 5-7,5 МэВ, средний ток пучка – до 12 мА при 5 МэВ и до

5,5 мА при 7,5 МэВ (что соответствует мощности пучка до 60 кВт и до 40 кВт соответственно). Потенциальные применения ускорителя – стерилизация медицинских изделий, работа с конвертором для генерации тормозного излучения.

Ускоритель ИЛУ-12 был испытан в ИЯФе. Затем к его ускоряющей структуре добавили ещё 2 ускоряющих резонатора и 2 резонатора связи, поставили более мощный ВЧ генератор с 4-мя триодами в выходном каскаде, поставили более мощный модулятор, и таким образом был создан ускоритель ИЛУ-14 [5].

Его диапазон энергии 7,5-10 МэВ, средний ток пучка – до 13 мА. Для ускорителя ИЛУ-14 был изготовлен конвертер для генерации тормозного излучения, рассчитанный на работу с электронным пучком энергией 5-7,5 МэВ и мощностью до 100 кВт.

Потенциальные применения ускорителя ИЛУ-14 – стерилизация медицинских изделий, деконтаминация медицинских отходов и пастеризация пищевых продуктов. По проникающей способности излучения ускоритель ИЛУ-14 с конвертором является конкурентоспособной альтернативой изотопным источникам и способен обеспечить работу облучательного центра с существующим спектром продукции [6-8].

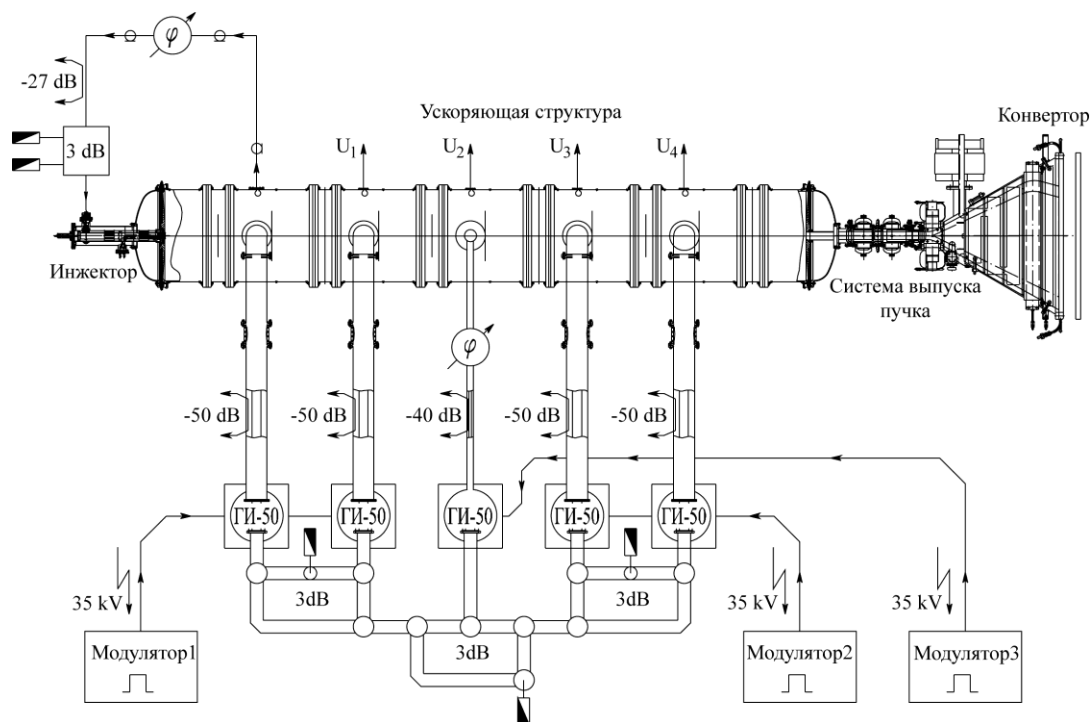


Рис. 10. Блок-схема ускорителя ИЛУ-14.

Мощный промышленный ускоритель ИЛУ-14, блок-схема которого представлена на Рис. 10, содержит: ускоряющую структуру, триодную электронную ВЧ пушку, двухкаскадный автогенератор, фидерную систему, вводы ВЧ мощности,

модуляторы, систему развертки и конвертер (при работе ускорителя в режиме тормозного излучения).

Ускоряющая структура ИЛУ-14, внутренняя конструкция которой показана на Рис. 11, состоит из пяти полных и двух половинных (концевых) ускоряющих резонаторов и шести резонаторов связи.

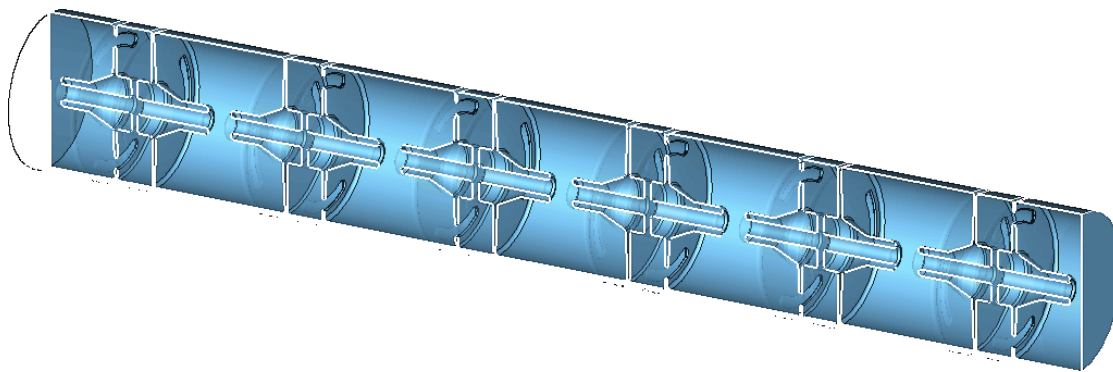


Рис. 11. Ускоряющая структура ИЛУ-14.

На Рис. 12 показана ускоряющая структура ускорителя ИЛУ-14. Первый ускоритель ИЛУ-14 был поставлен в облучательный центр в Федеральном медицинском биофизическом центре им. Бурназяна, г. Москва [2].



Рис. 12. Ускоритель ИЛУ-14

Заключение

Импульсные высокочастотные ускорители ИЛУ разработанные и выпускаемые в ИЯФе перекрывают диапазоном энергии от 0,8 до 10 МэВ и диапазоном максимальной мощности пучка от 10 до 100 кВт.

В последние годы в промышленность поставляются в основном ускорители типа ИЛУ-10 с энергией до 5 МэВ и током пучка до 10 мА и ускорители ИЛУ-8 с диапазоном энергии 0,8-1 МэВ и током пучка до 20 мА. Поставлен первый ускоритель ИЛУ-14 с энергией до 10 МэВ и током пучка до 13 мА.

Ускоритель ИЛУ-12 с энергией до 7,5 МэВ и током пучка до 5,5 мА (при 7,5 МэВ) может быть впоследствии модернизирован до ускорителя ИЛУ-14 с энергией до 10 МэВ и током пучка до 13 мА. Это открывает возможность для потенциальных заказчиков приобрести вначале ускоритель ИЛУ-12 за соответствующую цену, запустить его в работу, а потом позднее (когда это будет возможно) заплатить за модернизацию и получить более мощный ускоритель с повышенной максимальной энергией.

Вадим Викторович Безуглов, м.н.с., тел. +7 (383) 329 4342, V.V.Bezuglov@inp.nsk.su
Александр Альбертович Брызгин, заведующий лабораторией, тел. +7 (383) 329 4391, A.A.Bryazgin@inp.nsk.su
Александр Юрьевич Власов, м.н.с., +7 (383) 329 4578, A.Yu.Vlasov@inp.nsk.su
Леонид Александрович Воронин, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4097, L.A.Voronin@inp.nsk.su
Валентин Александрович Горбунов, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4097, V.A.Gorbunov@inp.nsk.su
Евгений Николаевич Кокин, ведущий инженер, тел. +7 (383) 329 4097, @inp.nsk.su
Михаил Васильевич Коробейников, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4344, M.V.Korobeynikov@inp.nsk.su
Анатолий Николаевич Лукин, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4344, A.N.Lukin@inp.nsk.su
Иван Григорьевич Макаров, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4764, I.G.Makarov@inp.nsk.su
Владислав Ефимович Нехаев, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4495, V.E.Nekhaev@inp.nsk.su
Сергей Адольфович Максимов, ведущий инженер, +7 (383) 329 4343, S.A.Maksimov@inp.nsk.su
Александр Дмитриевич Панфилов, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4355, A.D.Panfilov@inp.nsk.su
Вадим Митрофанович Радченко, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4070, V.M.Radchenko@inp.nsk.su
Евгений Андреевич Штарклев, м.н.с., тел. +7 (383) 329 4342, E.A.Shtrklev@inp.nsk.su
Алексей Вениаминович Сидоров, н.с., тел. +7 (383) 329 43447, sidor@bk.ru
Владимир Владимирович Тарнецкий, н.с., тел. +7 (383) 329 4554, V.V.Tarnetsky@inp.nsk.su
Вадим Олегович Ткаченко, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4097, V.O.Tkachenko@inp.nsk.su
Борис Лазаревич Факторович, с.н.с., тел. +7 (383) 329 4456, B.L.Faktorovich@inp.nsk.su
Константин Николаевич Чернов, н.с., тел. +7 (383) 329 4554, K.N.Chernov@inp.nsk.su.

Институт Ядерной Физики СОРАН, г. Новосибирск 630090, проспект академик Лаврентьева, 11.

Литература

1. Industrial Radiation Processing With Electron Beams and X-rays // International Atomic Energy Agency technical document, <http://www.cirms.org/pdf/Industrial%20Radiation%20Processing%20-%20May%202011%20-%20Revision%206.pdf>.

2. **Егоркин А.В., Степанов Г.Д.** Радиационные технологии и оборудование; достижения и перспективы // Вопросы атомной науки и техники, Серия: Техническая физика и автоматизация, Выпуск 64-65, 2010, с. 92-115.

3. **Ауслендер В.Л., Безуглов В.В., Брызгин, А.А., Воронин Л.А., Горбунов В.А., Панфилов А.Д., Подобаев В.С., Радченко В.М., Ткаченко В.О., Факторович Б.Л., Ческидов В.Г., Штарклев Е.А.** Импульсный высокочастотный линейный ускоритель электронов ИЛУ-8 // Приборы и техника эксперимента, 2009, №3, с. 98-103.

4. **Chmielewski, A.G. and Borejka, A.J.** Radiation sterilization centres world-wide // Trends in radiation sterilization of health care products. International Atomic Energy Agency, Vienna (2008) 49-62. at: http://www-pub.iaea.org/MTCD/publications/PDF/Pub1313_web.pdf

5. **Брызгин А.А., Безуглов В.В., Кокин Е.Н., Коробейников М.В., Кузнецов Г.И., Макаров И.Г., Острейко Г.Н., Панфилов А.Д., Радченко В.М., Сердобинцев Г.В., Сидоров А.В., Тарнецкий В.В., Тиунов М.А., Факторович Б.Л., Чернов К.Н., Ческидов В.Г., Ткаченко В.О.** Промышленный линейный ускоритель электронов модульного типа ИЛУ-14 // Приборы и техника эксперимента, 201, №3, с. 5-21.

6. **Cleland, M. R.** Industrial Applications of Electron Accelerators. CERN Accelerator School, Zeegse, The Netherlands (24 May to 2 June, 2005) at:

<http://cas.web.cern.ch/cas/Holland/PDF-lectures/Cleland/School-2.pdf>.

7. **Cleland, M. R.** Application of high power X-ray generators for processing bulk materials. Advances in radiation chemistry of polymers, IAEA-TEC-DOC-1420 (November 2002) 111-123.

http://www-pub.iaea.org/MTCD/publications/PDF/TE_1420_web.pdf9.

8. **Алёшин Н.А., Демский М.И., Кротов В.В., Трифонов Д.Е. и Штуковский О.А.** Радиационно-технологический ускорительный комплекс на базе ФГУ ЦНИРРИ (г. Санкт-Петербург) // Сборник докладов XI Международного совещания по применению ускорителей заряженных частиц в промышленности и медицине ИССАА05, г. Санкт-Петербург, 10-14 октября 2005г, Санкт-Петербург, СПбГУ, 2005, с. 69-71.

**ФГУП «НПП ТОРИЙ» - РАЗРАБОТЧИК И ИЗГОТОВИТЕЛЬ
ИСТОЧНИКОВ СВЧ СИГНАЛА ДЛЯ УСКОРИТЕЛЕЙ ЧАСТИЦ,
ДОСТИЖЕНИЯ И ПЕРСПЕКТИВЫ**

Акимов П.В.¹, Балабанов А.К.¹, Грызлов А.В.¹, Косарев Р.А.¹, Мельничук Г.В.¹,
Невский П.В.¹, Сигалаев В.Н.¹, Фрейдович И.А.¹, Чудин В.Г.¹, Шведунوف В.И.²

1 - ФГУП "Научно-производственное предприятие "Торий"

2 - ООО «ЛЭУ МГУ»

Рассмотрены характеристики и применение сверхмощных предельно-волноводных магнетронов и многолучевых клистронов, разработанных и выпускаемых ФГУП «НПП Торий», и предназначенных для систем СВЧ питания ускорителей частиц.

Определены наиболее перспективные направления развития источников СВЧ сигнала для ускорителей, а именно:

– малогабаритные низковольтные пакетированные многолучевые клистроны 5-см (X) диапазона с импульсной мощностью 2-3 МВт и средней мощностью 10 кВт:

– высоковольтные многолучевые клистроны 10-см (S) диапазона с импульсной мощностью 5 МВт и средней мощностью 60 – 120 кВт.

Ключевые слова: многолучевой клистрон, магнетрон, фокусирующая система, ускоритель.

Предприятие ФГУП «НПП «Торий» было образовано в 1959 году для разработки и производства мощных и сверхмощных электровакуумных приборов СВЧ диапазона (ЭВП СВЧ). С самого начала, одним из важнейших направлений его деятельности было создание сверхмощных ЭВП, предназначенных для питания ускорителей.

Магнетроны. Разработка первых ЭВП этого направления – длинно-анодных, предельно-волноводных магнетронов происходила параллельно с разработкой ускорителей, предназначенных для радиационных технологий, прежде всего технологий производства полупроводниковых приборов, научных исследований, стерилизации и прочих народно-хозяйственных отраслей.

Характеристики магнетронов, выпускаемых предприятием, представлены в таблице 1.

Таблица 1

Магнетроны, выпускаемые ФГУП «НПП «Торий»

Марка магнетрона	МИ-320	МИ-435	МИ-470
Частота, МГц	1885±3	1885±3	1885±3
Выходная импульсная мощность, МВт	9	10	10
Выходная средняя мощность, кВт	9	20	30
Напряжение катода, кВ	46	46	46

Аппаратура применения	ЭЛУ-5-1-5, ЭЛУ-4, ЭЛУ-6 У-003.	ЭЛУ-4, ЭЛУ-6, У-003, УЭЛВ-10-10.	ЭЛУ-4, ЭЛУ-6 . У-003, УЭЛВ-10-10.
-----------------------	--------------------------------------	--	---

Все представленные в таблице магнетроны являются последовательными модификациями одной базовой конструкции, отличающейся от отечественных и зарубежных аналогов следующими преимуществами:

- Значительным сроком службы 2000 – 3000 часов, обеспечиваемым относительно малой плотностью эмиссии с катодов, длина которых в несколько раз превышает длину рабочей волны, а также применением пакетированных магнитно-разрядных насосов (МРН).

- Пониженными требованиями к форме импульса анодного напряжения, достигаемыми путем использования встроенных в резонаторный блок фильтров, обеспечивающих значительное разнесение частот рабочего и паразитных видов колебаний.

- Повышенной стабильностью частоты генерируемого сигнала и возможностью механической подстройки частоты в пределах ± 3 МГц, с помощью специального охлаждаемого устройства.

Для создания постоянного магнитного поля в этих магнетронах используется соленоид. Внешний вид магнетрона МИ-470 представлен на рисунках 1, 2.



Рис. 1 Магнетрон в таре



Рис. 2 Магнетрон в соленоиде

Предприятием ФГУП «НПП «Торий» произведено около 100 ускорителей различных типов и примерно 300 образцов магнетронов.

Клистроны: В таблицах 2 и 3 представлены характеристики многолучевых клистронов (МЛК) импульсного режима и непрерывной работы соответственно, разработанных предприятием для систем СВЧ питания различных ускорителей. Переход от магнетронов к клистронам обусловлен широким распространением ускорителей, предъявлявших повышенные требования к стабильности амплитуды и частоты запитывающего СВЧ сигнала. Это – различные виды многосекционных ускорителей, ускорители для томографических установок, ускорители для радиационной терапии, разрезные микротроны и другие ускорители с магнитным поворотом ускоренного пучка заряженных частиц.

Таблица 2

Многолучевые клистроны (МЛК) импульсного режима

Марка	КИУ-40	КИУ-111	КИУ-168	КИУ-147	КИУ-147А
Частота, МГц	991	2450±5	2856±4	2450±5	2856±4
Выходная имп. мощность, МВт	4.7	5	6	5	6
Выходная ср. мощность, кВт	70	5	6	25	25
Напряжение катода, кВ	65	50	52	50	52
Коэффициент усиления, дБ	40	50	50	50	50
КПД%	45	45	50	45	50
Фокусировка	Соленоид	МРФС	МРФС	МРФС	МРФС
Аппаратура применения	«Мезонная фабрика». г. Троицк	ЛУЭР-20М ЛУЭР-40М УЭЛВ-10-2д УЭЛВ-15-2Д Мальва-2	УЭЛ-15-100Д УЭЛ-10-Д УЭЛ-8-Д УЭЛР-3-2.5С MIRRORCL E-6X	УЭЛВ-8-15С	УЭЛР-10-10С УЭЛР-10-10С РТМ-70

Все клистроны, разработанные ФГУП «НПП «Торий» для применения в ускорителях имеют многолучевую конструкцию.

Следует отметить клистроны КИУ-111, КИУ-168, КИУ-147, КИУ-147А, выпускаемые с 1986 года. Эти клистроны используют одинаковую базовую 40-лучевую конструкцию с кольцевыми резонаторами [1], работающими на виде

колебаний E_{010} . Для фокусировки электронных потоков в этих клистродах используется реверсная фокусирующая система (МРФС) на постоянных магнитах [2].

Таблица 3

Многолучевые клистроны (МЛК) непрерывной работы

Марка	КУ-400	КУ-399	КУ-399А
Частота, МГц	505.8	2450±3	2450±3
Выходная мощность, кВт	65	25	50
Напряжение катода, кВ	20	10	15
К-т усиления, дБ	43	40	42
КПД, %	60	55	65
Фокусировка	Соленоид	МРФС	МРФС
Аппаратура применения	Синхротрон CAT, Indor Индия.	CWL-1-25 MIRRORCLE-6X	CWL-1-25

Магниты выполнены из сплавов редкоземельных металлов, имеют кольцевую форму и намагничены в радиальном направлении. Магниты установлены на плоских дисковых полюсных наконечниках, разделяющих пространство дрейфа электронов на несколько частей, реверсов, причем в каждой следующей области магнитное фокусирующее поле изменяет направление на противоположное[3].

30-лучевые клистроны КУ-399 и КУ-399А, работающие в непрерывном режиме, также оснащены МРФС.

Многолучевая конструкция клистронов с МРФС имеет следующие преимущества перед отечественными и зарубежными однолучевыми аналогами[4]:

1. Низкое напряжение катода, в 2 – 2.5 раза ниже, чем у однолучевых аналогов.
2. Возможность эксплуатации клистронов без масляной изоляции и без «тяжелой» защиты от жесткого рентгеновского излучения
3. Малые габариты и вес клистронов с МРФС, в 4 – 6 раз ниже, чем у аналогов.
4. Отсутствие фокусирующих соленоидов и их источников питания.
4. Высокий КПД, на 10 – 20% выше, чем у однолучевых аналогов.
5. Способность работать в произвольном положении и в процессе движения, то есть в передвижных и мобильных установках. В зарубежной аппаратуре для таких установок используются только ускорители на магнетронах.

Таким образом, применение МЛК с МРФС существенно упрощает и удешевляет аппаратуру ускорителя, резко улучшает массо-габаритные характеристики аппаратуры и обеспечивает возможность создания передвижных и мобильных установок. В

особенности, эти клистроны востребованы при создании современных томографических комплексов, комплексов инспекционно – досмотрового контроля, обеспечивающих функции не только просветки inspected объектов, но и определения материала содержащихся внутри предметов. В подобных установках необходима подача импульсов тока ускоренного пучка с различными значениями энергии, что практически невозможно осуществить с помощью ускорителей, работающих на магнетронах.

На рисунках 4 и 5 представлены фотографии многолучевых клистронов с МРФС.



Рис. 4. Клистрон КИУ-168

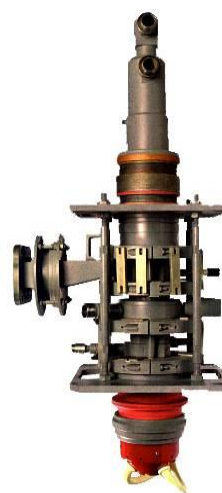


Рис. 5. Клистрон КИУ-399

Преимущества МЛК с МРФС обеспечили им значительный спрос как на внутреннем рынке, так и за рубежом [3]. Известная шведская фирма Scandy Nova, например, разработала малогабаритные источники питания специально для клистронов КИУ-168 и КИУ-147А. В общей сложности, предприятием выпущено более 250 МЛК для ускорителей. На таблицах 2, 3 указаны марки ускорителей, в которых используются наши клистроны. На рисунках 6, 7, 8 представлены фотографии некоторых моделей ускорителей, а именно:

- Дефектоскоп УЭЛ-15-100Д, НИИЭФА, Россия, клистрон КИУ-168 (рисунок 6);
- Синхротрон Mirrorcle-6X, Photon production, Япония, клистроны КИУ-111, КУ-399,(рисунок 7);
- Разрезной микротрон RTM-70, ООО «ЛЭУ МГУ», Россия, клистрон КИУ-147А, (рисунок 8).



**Рис. 6. Дефектоскоп
УЭЛ-15-100Д**



**Рис. 7. Синхротрон
Mirrorcle-6X**



**Рис. 8. Микротрон
RTM-70**

Таким образом, в настоящее время, источники СВЧ сигнала для ускорителей, разработанные и выпускаемые ФГУП «НПП «Торий», обеспечивают широкий спектр задач по изготовлению и разработке ускорителей прикладного и исследовательского радиационных направлений. Однако, дальнейшее развитие радиационной техники в России и за рубежом, диктует необходимость создания новых, перспективных источников СВЧ сигнала. Исследование современных тенденций, проведенное специалистами ООО «ЛЭУ МГУ», совместно со специалистами ФГУП «НПП «Торий» показало необходимость разработки приборов, характеристики которых приведены в таблице 4.

Клистрон «Белка» предназначен для стационарных ускорителей со средней мощностью ускоренного электронного пучка от 15 до 50 кВт. Характеристики питания клистрона приближены к характеристикам однолучевых аналогов, для обеспечения возможности использования стандартных западных модуляторов. 6-лучевая конструкция дает возможность увеличить КПД по сравнению с аналогами на 10 – 15 %. На рисунке 9 представлена фотография макетного образца клистрона, на рисунке 10 клистрон в соленоиде.

Таблица 4

Характеристики клистронов для стационарных ускорителей

Название НИОКР	«Белка»	«Балет»
Частота, МГц	2856±4	5712±4
Выходная импульсная мощность, МВт	6	2.5 - 3
Выходная средняя мощность, кВт	60 - 120	10
Напряжение катода, кВ	120	43
Коэффициент усиления, дБ	50	50
КПД%	60	50
Фокусировка	Соленоид	МРФС



Рис.9. Клистрон «Белка»



Рис. 10. Клистрон в соленоиде

Необходимость создания подобных МЛК обусловлена полным отсутствием в России, на данный момент, источников СВЧ сигнала со средней мощностью более 50 кВт. Между тем, они необходимы для высокопроизводительных установок радиационных технологий, терапии и стерилизации. Особенно надо отметить расширяющийся рынок радиотерапевтических протонных ускорителей.

Клистрон «Балет», (см. таблицу 4), предназначен для малогабаритных ускорителей, используемых в передвижных и мобильных установках инспекционно-досмотрового контроля, дефектоскопии и радиотерапии. Частота 5712 МГц является, как показал анализ, проведенный специалистами ООО «ЛЭУ МГУ», оптимальной для создания малогабаритных ускорителей с улучшенными массогабаритными характеристиками источника СВЧ, СВЧ трактов, ускорительной секции и всей аппаратуры в целом. Это качество особенно важно для ускорителей с «местной защитой».

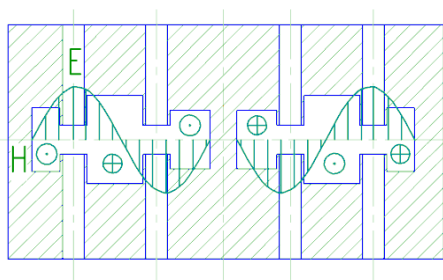


Рис. 11. Распределение электрического СВЧ поля в радиальном направлении

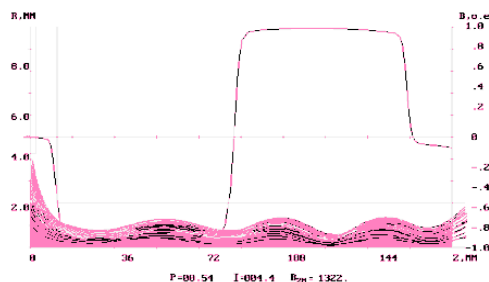


Рис. 12. Результат расчета траекторий электронов в однореверсной МРФС

«Балет» 26-лучевой клистрон с МРФС. Отличительной чертой этого клистрона является применение кольцевых резонаторов, работающих на высшем виде колебаний E_{020} . Рисунок 11 иллюстрирует распределение электрического СВЧ поля в радиальном направлении. Такое распределение обеспечивает равномерность поля по рядам

пролетных каналов, а, следовательно, высокий КПД клистрона. На рис. 12 показан результат расчета траекторий электронов в однореверсной МРФС.

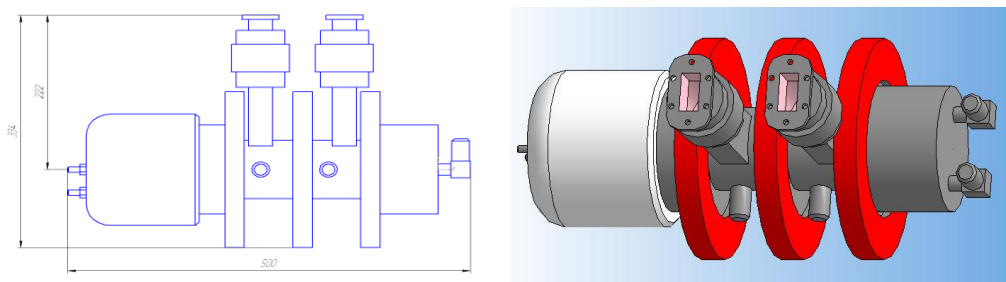


Рис. 13 Эскиз и габаритные размеры клистрона

Эскиз и габаритные размеры клистрона приведены на рисунке 13. Предполагаемый вес клистрона с МРФС 45 – 55 кг.

Разработка клистрона проводится параллельно с разработкой всего ускорителя, выполняемой силами ООО «ЛЭУ МГУ».

Литература

1. **Назаров С.Н., Пасманик В.И.** Изменение полей и амплитудно-частотных характеристик по углу в нагруженных кольцевых резонаторах. Электронная техника, Сер.1, Электроника СВЧ, 1983. Вып.4.
2. **Алямовский И.В.** Электронные пучки и электронные пушки, «Сов. радио», Москва, 1966г.
3. **Malykhin A.V., Nevsky P.V., Pasmannik V.I., Yakushkin E.P.**, “High-power multibeam klystron with reversive magnetic focusing system”// Proc. International University Conference “Electronics and Radiophysics of Ultra-High Frequences” St.Petersburg, 1999
4. **Frejdovich I.A., Nevsky P.V., Sakharov V.P., Vorob’ev M.Yu., Knapp E.A., Trower W.P., Yamada H., Kleev A., Alimov A.S., Shvedunov V.I., Chernousov Yu.D., Shebolaev I.V., Ivannikov V.I., Gavrish Yu.N., Nikolaev V.M.**, “ Multi-Beam Klystron With Reverse Permanent Magnet Focusing System as the Universal RF Power Sources for the Compact Electron Accelerator”// XX th Russian Conference on Charged Particle Accelerator (Ru PAC 2006), p.15.

ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЕ И РАДИОХИМИЧЕСКОЕ НЕЙТРОННО-АКТИВАЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ Pt, Pd, Re, Ir, Au И ДРУГИХ ЭЛЕМЕНТОВ В ГЕОЛОГИЧЕСКИХ ОБРАЗЦАХ КАРСКОЙ АСТРОБЛЕМЫ

**Зиновьев В.Г., Егоров А.И., Митропольский И.А., Шуляк Г.И.,
Сушков П.А., Тюкавина Т.М., Окунев И.С.**

«Петербургский институт ядерной физики им. Б.П.Константинова»
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»
Россия, 188300, Ленинградская обл., г. Гатчина, Орлова роща
pitzinovjev@yandex.ru

Разработаны методики инструментального и радиохимического нейтронно-активационного определения Pt, Au, Ir, Re, Pd и других элементов в геологических образцах, отобранных в районе Карской астроблемы, Ямало-Ненецкий автономный округ, Россия. В работе была использована катионообменная хроматографическая система С100 – HCl для отделения Au, Pt и других элементов платиновой группы от Ca, Sc, Fe и других неблагородных металлов. Комбинация инструментальной и радиохимической методик нейтронно-активационного анализа позволила определить в образцах содержание 31 элемента с пределами обнаружения на уровне $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-9}$ % масс.

1. Введение.

Астроблема – кратер, возникший в результате падения большого метеорита на поверхность земли. Таких объектов на поверхности земли немало, например кратер Одесса (США) диаметром 168 м. Астроблема Дип Бэй (Канада) диаметром 9 км. Два метеоритных кратера Клируотер (Канада) диаметром 25 км. Садбери (Канада) диаметром 58 км. Уникальная природа возникновения астроблемы, высокая температура (15000°C) и высокое давление ($5 \cdot 10^6$ атм) создаваемые ударной волной, приводит к тому, что в ней образуется ударнометаморфизованная стекловидная порода (тагамит) уникального геологического состава. В перегретом выше 1700°C расплаве происходит выделение (ликвационное обособление) сульфидных и золото-медных расплавов и их гравитационная аккумуляция (купроауридная минерализация) в виде мелких вкраплений в тагамиты. Купроауриды кроме Au и Cu могут содержать элементы платиновой группы и редкоземельные элементы. Так палладистый купроаурид Талнахского месторождения обогащен платиноидами Pd 8%; Rh 2,5%; Pt 2%; Au 62%; Cu 25%; Ag 0,7%; Bi 0,6% [1]. Купроаурид из месторождения Карабаш в Челябинской области содержит Au 74,33%; Cu 20,39%; Ag 4,49% [2]. Порода из

рудника Виктор на астроблеме Садбери в Канаде содержит металлов платиновой группы в количестве до 100 г/т.

Карская астроблема (Ямало-Ненецкий автономный округ, Россия), диаметром 60 км, является интересным объектом для исследования в силу ее доступности и малой изученности. По предварительным исследованиям [3] установлено что тагомитовые жилы содержат вкрапления циркона (ZrO_2 до 65%, HfO до 2,5%), монацита и апатита (La_2O_3 до 21%, Ce_2O_3 до 35,5%, Pr_2O_3 до 4,3%, Nd_2O_3 до 13,6%, Sm_2O_3 до 1,7%, ThO_2 до 0,8%). Содержание Fe_2O_3 и TiO_2 в тагомитах может достигать до 17% и 2% соответственно. Купроауриды Карской астроблемы содержат 6 – 9% масс серебра в тоже время элементы платиновой группы (ЭПГ) в них пока не были обнаружены [4,5]. В работе были использованы образцы, полученные от экспедиции ЗАО ПОЛЯРГЕО. Геологическая схема района и места отбора проб представлены на рис 1.

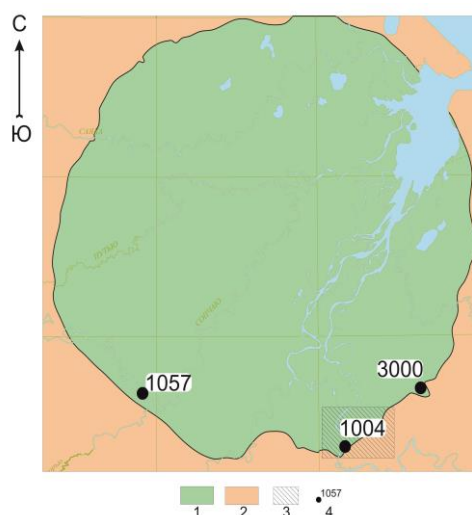


Рис.1. Места отбора проб зювита и тагамита экспедицией «ПОЛЯРГЕО».

Отметка 1057 – зювит (река Сопчаю), отметка 1004 – зювит (река Кара), отметка 3000 – тагамит (река Анарога). Условные обозначение: 1 — породы Карского коптогенного комплекса; 2 — породы мишени; 3 — участок «Карский»; 4 — точка отбора пробы и ее номер.

Предварительный нейтронно-активационный анализ показал, что во всех образцах содержится скандий до $10^{-3}\%$ и кальций до 5%. Аналитической линией гамма-излучения для количественного определения Pt является линия полного поглощения ^{199}Au с $E_\gamma=158,4$ кэВ ($T_{1/2}=3,15$ сут). Изотоп ^{199}Au образуется по реакции радиационного захвата теплового нейтрона ядром ^{198}Pt в результате которого образуется β -радиоактивный изотоп платины ^{199}Pt . Схема распада ядра ^{199}Pt представлена на рисунке 2.

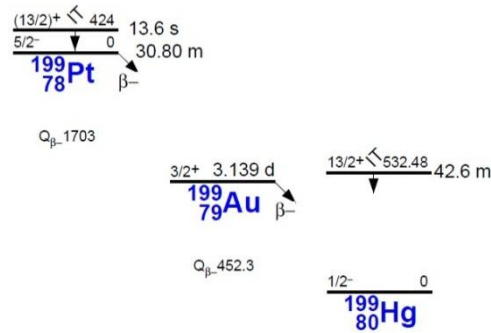


Рис. 2.Схема распада ядра ^{199}Pt .

Определить платину по данной аналитической линии $E_{\gamma}=158,4$ кэВ в геологических образцах, содержащих в большом количестве Са (до 5%) и Sc (до $10^{-3}\%$), практически не представляется возможным. При облучении ^{48}Ca в ядерном реакторе по ядерной реакции (n,2n) образуется β -радиоактивный изотоп кальция ^{47}Ca ($T_{1/2}=4,54$ сут) распадающийся в ^{47}Sc ($T_{1/2}=3,34$ сут). Линия гамма-излучения ^{47}Sc с энергией 159,4 кэВ при больших содержаниях кальция в образце и энергетическом разрешении HPGe детектора гамма-излучения 1,7 кэВ практически не разрешается с линией платины. Аналогичная ситуация складывается и при облучении ^{46}Sc тепловыми нейтронами в результате чего по реакции радиационного захвата нейтрона (n, γ) образуется все тот же изотоп скандия ^{47}Sc . Кроме того, большое содержание железа в образцах (до 12%) приводит к тому, что жесткие и интенсивные линии гамма-излучения ^{59}Fe ($T_{1/2}= 44.5$ сут) с энергией 1099,2 кэВ и 1291,6 кэВ создают интенсивное комптоновское излучение. Это комптоновское излучение значительно ухудшает соотношение сигнал-фон при регистрации слабых пиков в спектре гамма-излучения исследуемого образца. Единственным вариантом определения Pt в таких образцах является ее радиохимическое отделение от Sc, Са и Fe.

2. Экспериментальная часть.

2.1. Реактивы и образцы сравнения. В работе использованы растворы хлористо-водородной (HCl) и азотной (HNO_3) кислот которые готовили из концентрированных кислот квалификацией х.ч., сильноокислый катионит **Purolite C100 Н**. Смола Purolite C100 Н представляет собой катионит в H^+ - форме, в виде сферических частиц диаметром 1 мм на основе сульфированного сополимера стирола и дивинилбензола высокой обменной емкости. Радиоизотопы отдельных исследуемых

элементов получали облучением чистых металлов или их соединения в ядерном реакторе.

В качестве образцов сравнения Au, Pt, Ir, Re и Pd использовали их растворы в царской водке или концентрированных кислотах. Для приготовления стандартных растворов золота и палладия брали навески этих металлов весом 10 - 20 мг и растворяли в 50 мл смеси концентрированных кислот HCl и HNO₃ взятых в соотношении 3:1 при слабом нагревании для увеличения скорости реакции. Для приготовления стандартных растворов Pt и Ir брали 30 мг платиноиридиевого сплава содержащего менее 15% иридия и растворяли в 50 мл царской водки при слабом нагревании. После растворения металла растворы выпаривали до удаления паров азотной кислоты. К остатку добавляли дважды по 2 мл концентрированной HCl и выпаривали до влажных солей. Остаток растворяли в 5 мл 0,2 М HCl при нагревании до 50 – 60⁰С и переносили в мерные колбы на 100 мл. После этого в каждую колбу доливали дистиллированную воду до метки [6]. Для приготовления стандартного раствора рения брали 30 мг ReO₂ и растворяли в концентрированной соляной кислоте.

Таким образом, были приготовлены стандартные растворы, содержащие 0,081 мг/мл золота, 0,203 мг/мл платины, 0,0124 мг/мл иридия, 0,1 мг/мл рения и 0,15 мг/мл палладия. Для проведения радиохимического анализа 200 мкл раствора каждого стандартного образца запаивали в кварцевую ампулу и облучали вместе с образцами. После облучения ампулы вскрывали и обрабатывали растворы стандартных образцов так же как образцы исследуемой породы. Для инструментального нейтронно-активационного анализа в качестве образцов сравнения использовали ампулы из высокочистого кварцевого стекла Suprasil фирмы Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG. в которые были запаены стандартные растворы в объеме 100 мкл. В качестве многоэлементного стандартного образца использовали стандарт МАГАТЭ IAEA-433, который в количестве 30 – 50 мг также был запаен в кварцевую ампулу.

2.2. Аппаратура. Гамма-излучение от облученных исследуемых образцов и образцов сравнения регистрировали HPGe детектором (эффективность регистрации 15%, энергетическое разрешение 1,7 кэВ по линии гамма-излучения ⁶⁰Co с E_γ=1332,5 кэВ) в комплекте с многоканальным анализатором Lynx (Canberra, США). Обработку спектров гамма-излучения исследуемых образцов проводили при помощи пакета программ “Genie-2000”.

2.3. Подготовка образцов. Перед проведением анализа образцы измельчались и перетирались в агатовой ступке до однородного состояния, после чего высушивались в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 40 – 50⁰С.

Для инструментального нейтронно-активационного анализа образцы и стандарт IAEA-433 весом 30 – 100 мг запаивались в ампулы из высокочистого кварцевого стекла и передавались на облучение.

Для проведения радиохимического определения содержания Au, Pt, Re, Ir и Pd в исследуемых образцах их высушенные, до постоянной массы навески весом 0.3 – 0.5 г, переносили в керамические тигли и прокаливались при 600⁰С в муфельной печи в течение 1 часа для удаления органической составляющей исследуемой породы. После остывания образцы запаковывали в алюминиевые конверты и вместе с образцами сравнения золота, платины, рения, палладия и иридия запаивали в кварцевую ампулу и облучали 2 часа в мокром канале реактора ВВР-М при потоке тепловых нейтронов $5 \cdot 10^{13} \text{ с}^{-1} \text{ см}^{-2}$. Через одни сутки после облучения проводили химическое разложение образцов.

2.4. Подготовка хроматографических колонок. Катионит Purolite C100 Н с размером зерна 1 мм перед началом его использования замачивался в дистиллированной воде в течение 24-х часов. Перед использованием катионит в течение 60 минут переводили в Н⁺-форму 4 М раствором HCl, объем которой составлял шесть объемов катионита. Для хроматографического отделения элементов платиновой группы от матричных элементов образца, таких как Fe, Sc, Ca, Na, Mn, Cr и др. использовали стеклянные колонки с внутренним диаметром 15 мм и длиной 20 – 25 см. Заполнение хроматографических колонок смолой осуществляли суспензионным методом. Высота слоя смолы в колонке 10 см. Непосредственно перед использованием колонки через нее пропускали последовательно 3 М раствор соляной кислоты и дистиллированную воду каждый в количестве равном двум объемам смолы со скоростью 1 – 2 мл/мин. Свободный объем колонки определяли по проскоку ⁷⁶As [7].

2.5. Методика инструментального нейтронно-активационного анализа. Для определения содержания Ni, Ta, Cs в образцах их помещали в кадмиевый стакан с крышкой и облучали в течение 24 часов в мокром канале реактора ВВР-М. Толщина стенки кадмиевого стакана 1 мм. Через 10 дней после облучения регистрировали спектры гамма-излучения исследуемых образцов. Содержание никеля определяли по гамма-линии ⁵⁸Co с $E_{\gamma}=810.8$ кэВ. Содержание тантала определяли по гамма-линиям ¹⁸²Ta с энергиями 1221.4 кэВ и 1231.0 кэВ. Содержание цезия определяли по гамма-

линиям ^{134}Cs с энергиями 604.7 кэВ и 795.8 кэВ. Для определения содержания As, Ba, Br, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Gd, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Tb, Th, Zn, U, Yb, Zr в образцах облучение проводили без кадмиевого экрана в мокром канале реактора ВВР-М в течение 2 часов. Регистрацию спектров гамма-излучения облученных образцов проводили через 2, 10 и 20 дней после окончания облучения. Время регистрации спектров 600 – 3600 секунд.

2.6 Методика радиохимического нейтронно-активационного анализа (РХНАА). Облученный образец весом 0,3 – 0,5 г распаковывали на следующий день после облучения. Образец переносили в термостойкий стакан и растворяли в 20 мл смеси концентрированных кислот HCl и HNO₃ смешанных в соотношении 3 : 1 при нагревании до 50⁰-70⁰С (без кипения). Раствор выпаривали до влажных солей. Влажный остаток заливали 10 мл концентрированной соляной кислоты и выпаривали до влажных солей для удаления следов азотной кислоты. Последнюю операцию повторяли два раза. Сухой остаток в стакане растворяли в 2 мл 0,2 М раствора HCl при слабом нагревании, после чего переносили в хроматографическую колонку. Раствор пропускали через хроматографическую колонку до уровня смолы со скоростью 0.5 – 1 мл/мин. После этого элюировали Au, Pt, Re, Pd и Ir в объем 35 – 40 мл 0,2 М раствором соляной кислоты с той же скоростью. Элюат собирали в стеклянный бюкс и регистрировали спектр гамма-излучения радиоактивных изотопов Au, Pt, Re, Pd и Ir. Образцы сравнения обрабатывали аналогичным способом, после чего их спектры гамма-излучения так же регистрировались с помощью HPGe детектора.

2.7. Метрологическое тестирование методики. Тестирование методики провели по методу внутреннего стандарта. Для этого в три из четырех параллельных навесок образца породы P932/2, весом 0,3 г, было внесено по 100 мкл стандартных растворов платины. В первую навеску был внесен раствор содержащий платину в количестве 0,1376 мг/мл, во вторую 0,2104 мг/мл и в третью 0,3072 мг/мл. В четвертую навеску раствор платины не вносили. Все четыре навески образца породы P932/2 были облучены и обработаны согласно вышеизложенной методике. После регистрации спектров гамма-излучения образцов был построен график зависимости интенсивности счета I в пике полного поглощения платины от внесенного в навеску количества m платины (рисунок 3). В качестве аналитической линии платины было использовано гамма-излучение ^{199}Au с энергией $E_{\gamma}=158,3$ кэВ. Время регистрации спектров гамма-излучения 1800 секунд.

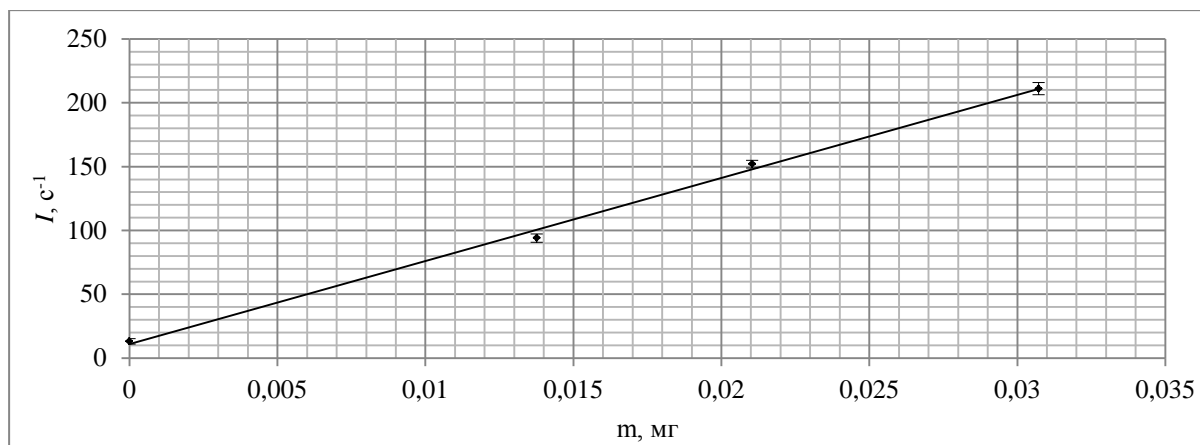


Рис. 3. Зависимость интенсивности счета I в пике полного поглощения платины от ее количества в навеске.

Как видно из рисунка 3 экспериментальные данные хорошо описываются линейной зависимостью $I = 6511,3m + 10,921$ при погрешности измерения от 2 до 7% в зависимости от содержания платины.

3. Результаты и их обсуждение.

Для расширения круга определяемых элементов образцы облучали нейтронами с разным энергетическим спектром. Основная радиоактивность образца обусловлена ядерными реакциями на тепловых нейтронах. Облучение образца в кадмиевом экране позволяет значительно снизить его общую радиоактивность даже при длительном облучении в течение 1 суток. При этом снижается не только интенсивность отдельных линий гамма-излучения от сравнительно долгоживущих радиоактивных изотопов Fe, Sc, Gd, Co, но так же снижается на 2 – 3 порядка фон комптоновского излучения, ухудшающего статистику регистрации аналитических линий гамма – излучения определяемых элементов. Поскольку Ni активируется с образованием аналитического нуклида ^{58}Co ($E_{\gamma}=810,8$ кэВ) нейтронами, энергия которых более 1 МэВ в этом случае создаются оптимальные условия для его определения. Время выдержки после облучения составляло 10 – 20 суток.

Для определения элементов по короткоживущим изотопам ($12 \text{ ч} < T_{1/2} < 3 \text{ сут}$) и элементов имеющих большие сечения активации на тепловых нейтронах облучение образцов проводили без кадмиевого экрана. Время облучения 2 часа. Время выдержки после облучения 2, 10 и 20 дней. Инструментальная методика нейтронно-активационного анализа позволила определить 28 элементов с пределами обнаружения

в диапазоне от $n \cdot 10^{-4}\%$ до $n \cdot 10^{-8}\%$. Пределы обнаружения (ПО) элементов инструментальной методики нейтронно-активационного анализа (ИНАА), а также результаты инструментального нейтронно-активационного анализа образцов пород Карской астроблемы приведены в таблице 1. В таблице 1 представлены радиоактивные нуклиды (РН), энергия основной линии гамма-излучения (E_γ), выход гамма-излучения (γ -*abn*) по этой линии на один распад дочернего ядра, период полураспада ($T_{1/2}$) аналитического радионуклида, концентрация определяемого элемента (C) и ее ошибка (dC).

Для определения Pt и улучшения пределов обнаружения Au, Re, Pd и Ir в образцах, необходимо их радиохимическое выделение из образца. Как показали предварительные исследования, разрабатываемая радиохимическая методика должна обеспечивать факторы очистки по Sc, Fe и Ca не менее 10^2 , а коэффициенты распределения Au, Pt, Re и Ir должны быть близки к 1. Только в этом случае можно получить пики полного поглощения гамма излучения аналитических изотопов Au, Pt, Re, Pd и Ir с приемлемой статистической достоверностью. Измеренные факторы очистки для Sc, Fe, Ca и некоторых других элементов в хроматографической системе сильноокислый катионит Purolite C100 в H^+ -форме – 0.2 М HCl даны в **таблице 2**.

При растворении Au, Pt и Pd в царской водке образуются анионные гекса- и тетрахлорат ионы этих металлов $[AuCl_4]^-$, $[PtCl_4]^{2-}$, $[PtCl_6]^{2-}$, $[PdCl_4]^{2-}$. Иридий частично растворяется в царской водке с образованием смеси соединений Ir(III) и Ir(IV), но при спекании с Na_2O_2 или BaO_2 (содержание которых достаточно велико в исследуемых образцах) возможно его растворение в соляной кислоте. В результате такого растворения образуются анионные комплексы $[IrCl_6]^{2-}$ и $[IrCl_6]^{3-}$. Что касается рения, при температуре $600\text{ }^\circ\text{C}$, он интенсивно окисляется. При растворении ReO_2 в концентрированной соляной кислоте образуется гекса-хлороренат-анион $[ReCl_6]^{2-}$. Таким образом, эти комплексы можно отделить в ионообменной хроматографической системе на основе катионитной смолы от всех неблагородных металлов.

Коэффициент распределения для золота слабо зависит от концентрации соляной кислоты. Как следует из рисунка 4, коэффициент D для Au равен 2 при 0.2 М HCl и увеличивается до 4 при 8 М HCl. Коэффициент распределения платины изменяется от 0.5 до 2 при изменении концентрации соляной кислоты от 0.2 М до 8 М соответственно (рисунок 5).

Таблица 1.

Результаты ИНАА образцов тагамита и зювита Карской астроблемы

Тип элемента	Элемент	РН	E_γ , кэВ	γ -abn, %	$T_{1/2}$, сут	C, % мас зювит (1057)	C, % мас зювит (1004)	C, % мас тагамит (3000)	ПО, % мас
Щелочные металлы	Na	^{24}Na	1368,63	99,99	0,62	$1,24 \pm 5,47 \cdot 10^{-4}$	$2,51 \pm 1,53 \cdot 10^{-3}$	$1,87 \pm 7,85 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-6}$
	K	^{42}K	1524,60	18,08	0,52	$1,9 \pm 9,61 \cdot 10^{-3}$	$1,5 \pm 2,58 \cdot 10^{-2}$	$1,71 \pm 1,27 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-4}$
	Rb	^{86}Rb	1077,00	8,64	18,63	$6,01 \cdot 10^{-3} \pm 1,19 \cdot 10^{-3}$	$4,90 \cdot 10^{-3} \pm 7,96 \cdot 10^{-4}$		$5 \cdot 10^{-4}$
	Cs	^{134}Cs	604,72	97,62	754,20	$1,22 \cdot 10^{-4} \pm 1,46 \cdot 10^{-5}$	$6,13 \cdot 10^{-4} \pm 1,58 \cdot 10^{-5}$	$4,03 \cdot 10^{-4} \pm 3,74 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
Щелочноземельные металлы	Sr	^{85}Sr	514,01	95,71	64,84	$2,90 \cdot 10^{-2} \pm 1,16 \cdot 10^{-3}$	$2,02 \cdot 10^{-2} \pm 2,15 \cdot 10^{-3}$	$3,35 \cdot 10^{-2} \pm 2,33 \cdot 10^{-3}$	$3,1 \cdot 10^{-3}$
	Ba	^{131}Ba	496,32	48,00	11,50	$7,24 \cdot 10^{-2} \pm 1,86 \cdot 10^{-3}$	$5,01 \cdot 10^{-2} \pm 2,94 \cdot 10^{-3}$	$6,00 \cdot 10^{-2} \pm 3,21 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-4}$
Переходные металлы	Sc	^{46}Sc	889,28	99,98	83,79	$3,29 \cdot 10^{-4} \pm 1,40 \cdot 10^{-6}$	$1,71 \cdot 10^{-3} \pm 3,39 \cdot 10^{-6}$	$2,15 \cdot 10^{-3} \pm 3,65 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-5}$
	Cr	^{51}Cr	320,08	9,91	27,70	$2,19 \cdot 10^{-3} \pm 3,89 \cdot 10^{-5}$	$3,19 \cdot 10^{-2} \pm 1,36 \cdot 10^{-4}$	$2,23 \cdot 10^{-2} \pm 1,16 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-5}$
	Fe	^{59}Fe	1099,25	56,50	44,50	$7,5510^{-1} \pm 1,78 \cdot 10^{-2}$	$5,51 \pm 5,04 \cdot 10^{-2}$	$5,4 \pm 4,20 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-8}$
	Co	^{60}Co	1173,23	99,85	1925,0	$6,02 \cdot 10^{-4} \pm 8,38 \cdot 10^{-6}$	$2,01 \cdot 10^{-3} \pm 1,63 \cdot 10^{-5}$	$2,74 \cdot 10^{-3} \pm 1,82 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-8}$
	Ni	^{58}Co	810,80	68,27	70,80	$2,00 \cdot 10^{-3} \pm 6,68 \cdot 10^{-4}$	$1,28 \cdot 10^{-2} \pm 1,62 \cdot 10^{-3}$	$1,36 \cdot 10^{-2} \pm 1,73 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-5}$
	Zn	^{65}Zn	1115,54	50,60	244,30	$2,67 \cdot 10^{-2} \pm 2,83 \cdot 10^{-4}$	$1,28 \cdot 10^{-2} \pm 1,60 \cdot 10^{-3}$		$1 \cdot 10^{-4}$
	Zr	^{97}Zr	756,70	54,50	0,70	$2,00 \cdot 10^{-2} \pm 7,96 \cdot 10^{-4}$		$1,16 \cdot 10^{-2} \pm 2,43 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
	Lu	^{177}Lu	208,37	10,36	6,73	$2,09 \cdot 10^{-5} \pm 1,19 \cdot 10^{-6}$	$3,72 \cdot 10^{-5} \pm 2,19 \cdot 10^{-6}$	$4,77 \cdot 10^{-5} \pm 2,29 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-7}$
	Hf	^{181}Hf	482,18	80,50	42,39	$9,15 \cdot 10^{-4} \pm 1,60 \cdot 10^{-5}$	$3,36 \cdot 10^{-4} \pm 2,29 \cdot 10^{-5}$	$5,11 \cdot 10^{-4} \pm 1,46 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-6}$
	Ta	^{182}Ta	1189,05	16,23	114,40	$2,96 \cdot 10^{-5} \pm 3,13 \cdot 10^{-6}$	$6,92 \cdot 10^{-5}$	$6,93 \cdot 10^{-5} \pm 6,16 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-7}$

							$\pm 5,12 \cdot 10^{-6}$		
Лантаноиды	La	^{140}La	1596,21	95,40	1,68	$1,37 \cdot 10^{-3} \pm 3,78 \cdot 10^{-5}$	$1,80 \cdot 10^{-3}$ $\pm 4,85 \cdot 10^{-5}$	$2,33 \cdot 10^{-3} \pm 4,95 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-7}$
	Ce	^{141}Ce	145,44	48,29	32,50	$2,85 \cdot 10^{-3} \pm 2,35 \cdot 10^{-5}$	$4,75 \cdot 10^{-3}$ $\pm 3,70 \cdot 10^{-5}$	$5,04 \cdot 10^{-3} \pm 3,52 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-7}$
	Nd	^{147}Nd	91,11	28,08	10,98	$1,30 \cdot 10^{-3} \pm 1,41 \cdot 10^{-4}$	$2,03 \cdot 10^{-3}$ $\pm 2,31 \cdot 10^{-4}$	$2,50 \cdot 10^{-3} \pm 4,28 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$
	Eu	^{154}Eu	344,28	26,56	4944,00	$6,66 \cdot 10^{-5} \pm 3,95 \cdot 10^{-6}$	$1,38 \cdot 10^{-4}$ $\pm 6,51 \cdot 10^{-6}$	$1,47 \cdot 10^{-4} \pm 1,05 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-7}$
	Gd	^{153}Gd	97,43	27,60	1,93	$1,89 \cdot 10^{-4} \pm 3,32 \cdot 10^{-5}$		$5,79 \cdot 10^{-4} \pm 5,55 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
	Tb	^{160}Tb	298,58	26,13	72,30	$8,62 \cdot 10^{-5} \pm 2,92 \cdot 10^{-6}$	$7,06 \cdot 10^{-5}$ $\pm 4,33 \cdot 10^{-6}$	$9,73 \cdot 10^{-5} \pm 5,82 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$
	Yb	^{177}Yb	197,96	35,93	32,03	$5,17 \cdot 10^{-4} \pm 2,03 \cdot 10^{-5}$	$2,12 \cdot 10^{-4}$ $\pm 1,66 \cdot 10^{-5}$	$2,44 \cdot 10^{-4} \pm 1,41 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$
Актиноиды	Th	^{233}Th	311,90	38,50	26,97	$3,23 \cdot 10^{-4} \pm 2,68 \cdot 10^{-5}$	$4,44 \cdot 10^{-4}$ $\pm 6,17 \cdot 10^{-5}$	$7,81 \cdot 10^{-4} \pm 4,58 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-6}$
	U	^{239}U	106,12	26,30	2,36	$1,56 \cdot 10^{-4} \pm 1,36 \cdot 10^{-5}$	$2,11 \cdot 10^{-4}$ $\pm 1,61 \cdot 10^{-5}$	$3,37 \cdot 10^{-4} \pm 1,76 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-6}$
Металлы	Sb	^{124}Sb	602,73	97,79	60,20	$5,95 \cdot 10^{-5} \pm 2,47 \cdot 10^{-6}$	$4,84 \cdot 10^{-5}$ $\pm 4,26 \cdot 10^{-6}$	$7,88 \cdot 10^{-5} \pm 4,80 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-7}$
Неметаллы	As	^{76}As	559,10	45,00	1,08	$6,12 \cdot 10^{-4} \pm 5,34 \cdot 10^{-6}$	$8,57 \cdot 10^{-4}$ $\pm 9,17 \cdot 10^{-6}$	$1,12 \cdot 10^{-3} \pm 7,00 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$
	Br	^{82}Br	554,35	71,06	1,47		$3,73 \cdot 10^{-4}$ $\pm 3,24 \cdot 10^{-5}$	$1,55 \cdot 10^{-4} \pm 1,72 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-7}$

Таблица 2.

Факторы очистки для катионообменной хроматографической системы Purolite C100 в H⁺-форме – 0.2 М HCl

Элемент	Фактор очистки	Элемент	Фактор очистки
Sc	360	Rb	>360
Fe	250	Zn	>150
Ca	1000	Co	40
Cs	>670		

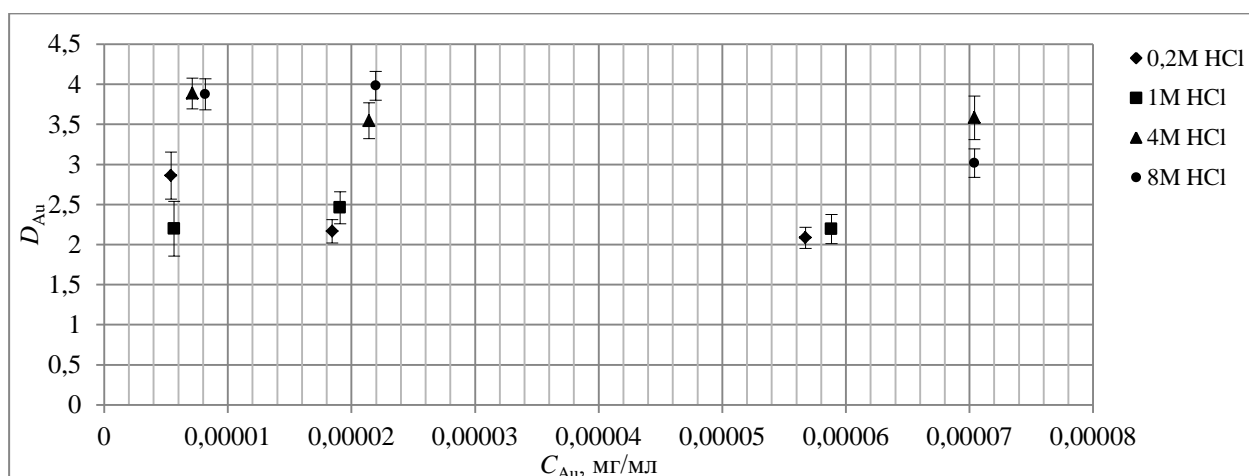


Рис. 4. Зависимость коэффициента распределения Au в системе сильноокислый катионит Purolite C100 в H⁺-форме – HCl в зависимости от концентрации соляной кислоты и содержания золота.

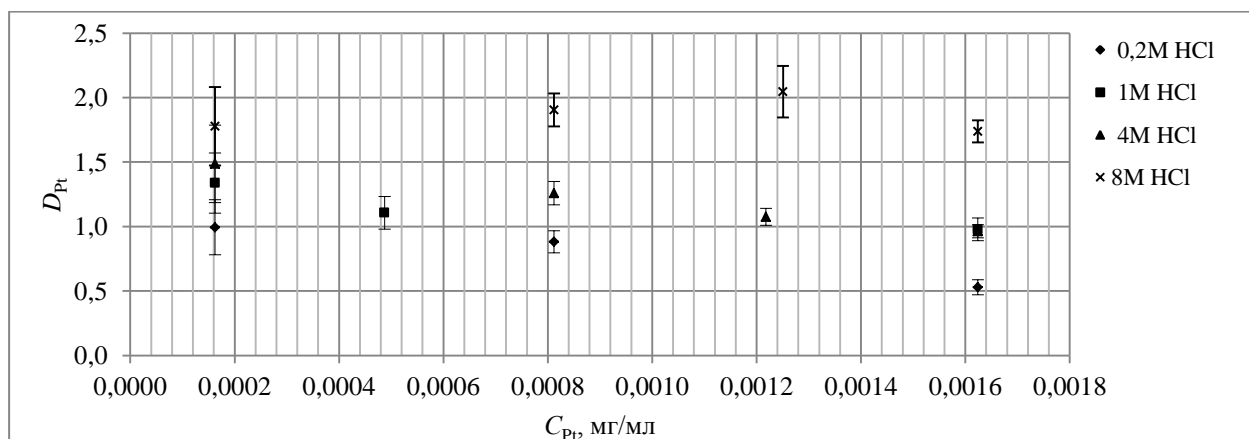


Рис. 5. Зависимость коэффициента распределения Pt в системе сильноокислый катионит Purolite C100 в H⁺-форме – HCl в зависимости от концентрации соляной кислоты и содержания платины.

Как оказалось, система Purolite C100 в H⁺-форме – HCl более селективно отделяет золото от всех неблагородных металлов во всем диапазоне концентраций соляной кислоты по сравнению с традиционными в таких случаях сильнокислотными катионными смолами Dowex 50W×8 и КУ 2 8. Dowex 50W×8 и КУ 2 8 являются аналогами Purolite C100. Эти смолы изготовлены из прошитого дивинилбензолом полистирола с функциональной SO₃-группой при содержании дивинилбензола 8%. Как известно [6,8], в катионообменных хроматографических системах Dowex 50W×8 – HCl и КУ 2 8 – HCl коэффициент *D* для золота равен 10 при 0,2 М HCl. При этом коэффициент *D* увеличивается до 100 при увеличении концентрации соляной кислоты до 4 М, после чего остается неизменным.

Коэффициенты распределения Fe и Sc в данной ионообменной хроматографической системе зависят как от концентрации соляной кислоты, так и от содержания этих элементов в исследуемом образце. Из **таблицы 3** видно, что коэффициент *D* для Fe и Sc изменяется от 2 до 660 и от 3,7 до 186 соответственно при изменении концентрации соляной кислоты от 8 М до 0,2 М. Что касается кальция он полностью сорбируется в первом трех сантиметровом слое смолы хроматографической колонки и его химический выход практически равен 0. Таким образом, в системе сильнокислотный катионит Purolite C100 в H⁺-форме – 0,2 М HCl создаются наиболее оптимальные условия для отделения золота и элементов платиновой группы от Sc, Ca, Fe и других неблагородных металлов.

Таблица 3.

Коэффициенты распределения *D* матричных элементов в ионообменной хроматографической системе сильнокислотный катионит Purolite C100 в H⁺-форме – 0,2 HCl при разных значениях концентрации элементов *C* (мг/мл) и соляной кислоты

Элемент	<i>C</i> , мг/мл	<i>D</i> 0,2М HCl	<i>D</i> 1М HCl	<i>D</i> 4М HCl	<i>D</i> 8М HCl
Th	6,23 10 ⁻⁷	69,32±14,37	8,55±0,78	3,26±1,33	4,17±0,81
Th	1,04 10 ⁻⁶	40,85±5,15	9,77±0,79	3,54±0,35	6,25±0,81
Th	5,19 10 ⁻⁶	43,92±3,44	10,37±0,52	1,48±0,13	11,53±0,70
Eu	6,46 10 ⁻⁸	457,00±52,03	22,94±5,76	3,12±0,45	5,05±0,64
Eu	1,08 10 ⁻⁷	390,30±73,36	14,70±3,24	4,56±0,58	5,76±0,58
Eu	5,39 10 ⁻⁷	600,91±60,81	22,32±1,88	3,36±0,21	6,21±0,27
Ba	2,59 10 ⁻⁵	214,40±23,71	6,07±2,25	5,91±2,20	3,92±2,12

Ba	4,32 10 ⁻⁵	198,15±13,36	5,94±1,49	4,47±1,79	5,06±1,75
Ba	2,16 10 ⁻⁴	186,40±10,83	7,98±1,48	2,91±0,60	7,02±1,10
Ce	4,19 10 ⁻⁶	4988±213	47,97±14,01	2,69±0,41	4,74±0,38
Ce	6,99 10 ⁻⁶	10403±324	34,65±4,82	5,51±0,47	4,49±0,36
Ce	3,49 10 ⁻⁵	50432±966	45,00±3,35	4,25±0,19	5,90±0,15
Fe	3,59 10 ⁻³	483±136	23,58±1,18	2,29±0,11	4,13±0,12
Fe	5,99 10 ⁻³	663±127	16,13±0,51	2,27±0,06	4,37±0,10
Fe	2,99 10 ⁻²	490±31	15,08±0,28	1,73±0,03	4,99±0,06
Cr(II,IV)	7,82 10 ⁻⁶	63,53±13,82	8,03±0,67	2,25±0,37	4,33±0,43
Cr(II,IV)	1,30 10 ⁻⁵	38,34±4,34	8,62±0,57	2,69±0,21	4,54±0,31
Cr(II,IV)	6,51 10 ⁻⁵	31,94±1,49	9,75±0,42	1,68±0,09	5,74±0,18
Sb(III,V)	2,11 10 ⁻⁷	11,39±2,73	4,90±1,20	3,98±2,37	3,17±1,13
Sb(III,V)	3,52 10 ⁻⁷	7,96±1,41	5,69±1,11	1,40±0,42	4,82±1,39
Sb(III,V)	1,76 10 ⁻⁶	6,79±0,64	6,34±0,89	1,40±0,25	6,33±1,08
Cs	2,92 10 ⁻⁷	61,15±27,65	16,06±4,21	2,23±0,66	0,42±0,03
Cs	4,86 10 ⁻⁷	65,53±18,83	22,51±4,26	3,89±0,75	0,48±0,03
Cs	2,43 10 ⁻⁶	37,16±3,13	15,12±1,41	4,00±0,35	0,47±0,02
Sc	1,32 10 ⁻⁶	111,71±5,50	16,44±0,31	4,24±0,21	7,28±0,11
Sc	2,19 10 ⁻⁶	99,37±2,96	19,34±0,36	3,69±0,09	7,71±0,11
Sc	1,10 10 ⁻⁵	186,06±4,15	21,30±0,24	3,82±0,04	9,23±0,06
Rb	5,93 10 ⁻⁶	23,54±9,57	11,80±4,03	3,42±0,26	1,74±0,13
Rb	9,89 10 ⁻⁶	27,49±2,26	9,48±2,71	2,99±1,38	1,35±0,22
Rb	4,94 10 ⁻⁵	35,63±5,84	11,07±2,18	3,85±0,66	1,94±0,09
Zn	1,54 10 ⁻⁵	181,38±42,31	14,54±2,24	3,57±0,41	1,53±0,26
Zn	2,56 10 ⁻⁵	294,17±34,22	11,52±1,23	3,46±0,28	1,67±0,17
Zn	1,28 10 ⁻⁴	188,56±15,27	11,07±0,73	4,96±0,23	1,42±0,09
Co	1,05 10 ⁻⁶	59,36±8,72	14,04±1,31	3,70±0,25	2,61±0,27
Co	1,75 10 ⁻⁶	91,67±14,79	10,83±0,70	3,94±0,20	2,74±0,17
Co	8,74 10 ⁻⁶	88,52±5,50	11,98±0,49	4,14±0,10	2,03±0,08

Данные из **таблицы 3** согласуются с данными приведенными в [6,8] для смол Dowex 50W×8 и КУ 2 8. Исключение составили Th и Fe. Торий в системе сильнокислотный катионит – соляная кислота (Dowex 50W×8, КУ 2 8) имеет коэффициенты распределения 10⁴, 5·10³, 20 и 40 при концентрации соляной кислоты 0,2 М, 1 М, 4 М, 8 М соответственно [6,8]. У железа коэффициент $D=100$ при 8 М соляной кислоте [6,8]. Это, по-видимому, связано с тем, что в условиях данного образца, образуются гидроксокомплексы тория и железа которые хуже сорбируются на смоле Purolite C100H.

Для оптимизации объема элюата были получены кривые элюирования для Au, Pt, Re, Pd и Ir в хроматографической системе сильнокислый катионит Purolite C100 в H⁺-форме – 0,2 М HCl. С этой целью было взято по 200 мкл стандартных растворов

золота (81 мкг/мл), платины (203 мкг/мл), иридия (12,4 мкг/мл), рения (100 мкг/мл), палладия (150 мкг/мл) и в присутствии 100 мг облученного образца переведены, согласно вышеизложенной методики, в 2 мл 0,2 М соляной кислоты. На рисунке 6 видно, что основная масса выделяемых Au, Pt, Re, Pd и Ir элюируется в первых 30 мл элюента.

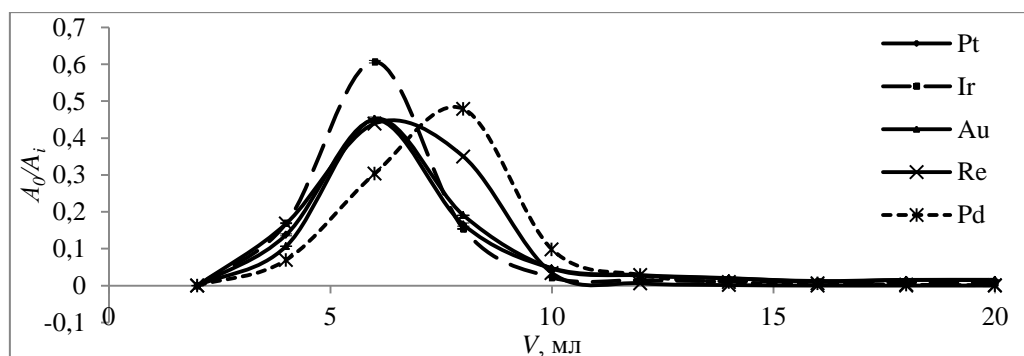


Рис. 6. Кривые элюирования Au, Pt, Re, Pd и Ir в хроматографической системе сильноокислый катионит Purolite C100 в H⁺-форме – 0,2 М HCl полученные в присутствии 100 мг облученного образца. A₀ – радиоактивность в исходном растворе, A_i – радиоактивность в i-й аликвоте элюата (V_i=2 мл).

Оптимальная высота слоя сорбента была определена по профилям распределения по длине колонки осажденных на смоле радионуклидов матричных элементов. Профили распределения Ca, Sc, Fe и других элементов представлены на рисунке 7. Как видно из рисунка, матричные элементы задерживаются в первых 4 – 6 см хроматографической колонки.

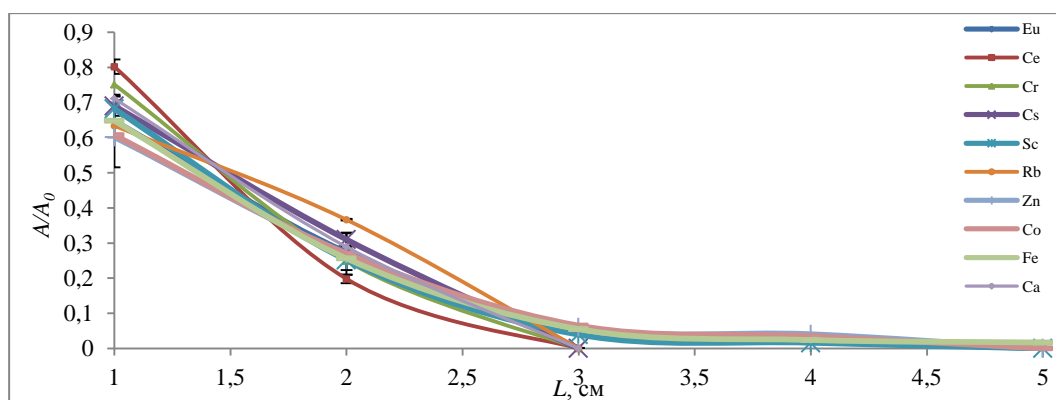


Рис. 7. Распределение осажденных элементов по длине хроматографической колонки.

Химические выходы (ХВ) для Au, Pt, Re, Pd и Ir в данной хроматографической системе, определенные методом введено – найдено, близки к 100%. Так при объеме элюента 5 мл и элюата 25 мл ХВ для Au, Pt и Ir получились равными 88,6%, 88,8% и 100% соответственно, а у Re и Pd химический выход 95,9% и 96,7% соответственно. Таким образом объем элюата 40 – 50 мл обеспечивает практически полное выделение этих элементов из образца. В качестве примера в **таблице 4** даны результаты определения содержания Pt, Re, Ir и Au в образцах породы из Карской астроблемы, полученные с помощью РХНАА.

Таблица 4

Содержание Pt, Re, Ir, Au (% масс) в образцах породы Карской астроблемы

Образец	Pt	Re	Ir	Au
зювит 1057	$3,1 \cdot 10^{-6} \pm 1,2 \cdot 10^{-6}$	$3,1 \cdot 10^{-5} \pm 5,5 \cdot 10^{-6}$	$3,2 \cdot 10^{-7} \pm 8 \cdot 10^{-8}$	$7,5 \cdot 10^{-9} \pm 1,9 \cdot 10^{-9}$
зювит 1004	$9,7 \cdot 10^{-6} \pm 2,1 \cdot 10^{-6}$		$7,8 \cdot 10^{-8} \pm 2 \cdot 10^{-8}$	$1,5 \cdot 10^{-6} \pm 1,4 \cdot 10^{-8}$
тагамит 3000		$4,6 \cdot 10^{-5} \pm 3,8 \cdot 10^{-6}$	$2,9 \cdot 10^{-8} \pm 6,3 \cdot 10^{-9}$	$9,2 \cdot 10^{-6} \pm 1,6 \cdot 10^{-7}$

Таким образом, катионообменная-хроматографическая система Purolite C100 в H⁺-форме – 0,2 М HCl может быть использована для отделения Pt, Re, Ir, Pd и Au от большого количества неблагородных металлов. Пределы обнаружения радиохимической методики по определению Pt, Re, Ir, Au и Pd лежат в пределах от n·10⁻⁹% до n·10⁻⁴% с погрешностью измерения 3 – 25%. Инструментальный нейтронно-активационный анализ позволил определить 28 элементов с пределом обнаружения в пределах от n·10⁻⁸% до n·10⁻⁴% и погрешностью измерения 3 – 20%.

В заключении авторы выражают благодарность руководителю ЗАО ПОЛЯРГЕО Зархидзе Д.В. за предоставленные образцы и полезные обсуждения.

Литература

1. **Гадавилов А.А.** Минералогия. М.: Недра, 1983. 647 с.
2. **Чивлёва Т.Н., Безсмертная М.С., Спиридонов Э.М.** Справочник-определитель рудных минералов в отраженном свете. М.: Недра, 1988. 504 с.
3. **Мальков Б.А.:** Теория, история, философия и практика минералогии: Материалы IV Международного минералогического семинара. Сыктывкар: Геопринт, 2006. 328 с. ISBN 5-98491-019-5.
4. **Зиновьев В.Г. , Митропольский И.А. , Окунев И.С. , Шуляк Г.И. /** Исследования проявления золото оруднения в углеродистых породах методом инструментального нейтронного активационного анализа (ИНАА) в ПИЯФ КНЦ. Золото фенноскандинавского щита: Материалы Международной конференции. Отв. ред. Голубев А.И. Петрозаводск: Карельский научный центр РАН, 2013. 202 с. ISBN 978-5-9274-0585-5.

5. Сушков П.А., Зиновьев В.Г., Митропольский И.А., Окунев И.С., Шуляк Г.И. / Особенности нейтронно-активационного анализа платины и РЗЭ в графитизированных породах. Золото фенноскандинавского щита: Материалы Международной конференции. Отв. ред. Голубев А.И. Петрозаводск: Карельский научный центр РАН, 2013. 202 с. ISBN 978-5-9274-0585-5
6. ГОСТ 12559.1-82 Сплавы платино-иридиевые. Методы анализа.
7. Мархол М. Ионнообменники в аналитической химии. М.: Мир. 1985. т. 2. 308 с.
8. Никольский. Б.П. Справочник химика. М.: Химия. 1966г. т. 4. 920 с.

УДК 579.64+639.2.068+635.078

РАДИАЦИОННАЯ ОБРАБОТКА ПРОДУКТОВ ЖИВОТНОГО И РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ В ЦЕЛЯХ МИКРОБИОЛОГИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

Санжарова Н.И., Павлов А.Н., Пименов Е.П., Козьмин Г.В., Кобялко В.О., Саруханов В.Я.

Государственное научное учреждение Всероссийский научно-исследовательский институт сельскохозяйственной радиологии и агроэкологии Российской академии сельскохозяйственных наук,
г. Обнинск, E-mail: 49434@mail.ru

Представлены результаты экспериментальных исследований по апробации различных режимов γ -облучения для стерилизации продукции растительного и животного происхождения (пряности, сушеные и свежие овощи, рыбные пресервы). Показана возможность вовлечения в технологический процесс стерилизации исследовательских установок небольшой мощности.

Введение

Увеличение производства агропромышленной продукции и улучшение ее качества являются одной из важнейших задач обеспечения продовольственной безопасности Российской Федерации, решение которой невозможно без внедрения инновационных технологий, обеспечивающих рост производства продукции, снижение потерь при ее хранении и переработке. Согласно данным Российского продуктового портала ежегодные безвозвратные потери продукции агропромышленного производства составляют: до 25% пшеницы, 40% картофеля и до 30% мяса от суммарной мировой продукции [1]. Основные причины потерь связаны с поражением зерновых культур насекомыми-вредителями, преждевременным прорастанием корнеплодов, бактериальной порчей муки, мяса, рыбы и других продуктов питания при складском хранении. В современных технологических процессах, как правило, применяют химическую обработку сельскохозяйственной и пищевой продукции, использование которой сопряжено с негативными побочными явлениями (отрицательное влияние на здоровье людей, загрязнение вредными веществами, сложность хранения токсических препаратов, высокая стоимость обработки). Это вызывает необходимость внедрения более эффективных и экологически безопасных технологий, среди которых перспективными являются агробiotехнологии на основе применения ионизирующих излучений. В соответствии с «Решениями по итогам заседания президиума Совета при Президенте России по модернизации экономики и инновационному развитию» от 11 декабря 2014 года поставлена задача по внедрению

радиационной обработки сельскохозяйственного сырья и готовой продукции в агропромышленное производство.

Проведенные в 50-80-е гг. прошлого века радиобиологические исследования и конструкторские разработки заложили основы применения РТ в агропромышленном производстве [2]. Основное внимание разработок тех лет было связано с созданием радиационных технологий по стерилизации продуктов питания и увеличения сроков их хранения.

Цель настоящих исследований заключалась в экспериментальной апробации режимов γ -облучения продуктов растительного и животного происхождения и разработке технологических регламентов облучения, обеспечивающих микробиологическую безопасность и сохранение пищевой ценности облученных продуктов.

Материалы и методы исследований

Объектом исследований явилось высушенное сельскохозяйственное растительное сырье: специи (черный и красный перец; кориандр), ароматические травы (укроп, петрушка, базилик), свежие овощи (морковь, лук), рыбные пресервы. Основной проблемой при радиационной обработке сельскохозяйственного сырья с помощью изотопных источников является обеспечение равномерного облучения объектов. Этот фактор в значительной мере влияет на производительность процесса облучения материала [3].

Облучение объектов растительного происхождения проводили на γ -установке исследовательского типа ГУР-120, радиационную обработку рыбных пресервов выполняли на радиационно-химической установке КСВ-500 [4]. Распределение поглощенных гамма-излучения в воздухе в объеме облучательского зала установки ГУР-120 и в материале продукции получали с использованием прямых дозиметрических измерений. Использование метода термолюминесцентной дозиметрии позволило получить детальное распределение поглощенной дозы в облучаемых биологических объектах путем размещения детекторов ионизирующего излучения на поверхности и в объеме тех объектов, которые проходят радиационную обработку. Дозиметрические характеристики позволили определить оптимальные варианты размещения облучаемой продукции, ее объем и режимы облучения, обеспечивающие заданную равномерность облучения и максимальную производительность.

Для контроля безопасности пищевых продуктов определяли следующие группы микроорганизмов [5-7]: санитарно-показательные - количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов (КМАФАнМ), колиформные бактерии, бактерии семейства *Enterobacteriaceae*, энтерококки; условно-патогенные - *Eshcherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, бактерии рода *Proteus*, сульфитредуцирующие клостридии, *Vibrio parahaemolyticus*; патогенные микроорганизмы - бактерии родов *Salmonella*, *Yersinia*, *Listeria monocytogenes*; микроорганизмы возбудители порчи пищевых продуктов - плесневые грибы, дрожжи. Органолептические исследования рыбных пресервов проводились согласно ГОСТ 7453-86, определение кислотности мяса рыбы в пересчете на уксусную кислоту по ГОСТ 27082-89, определение содержания биогенных аминов (гистамин) по МУ 4274-87. Для контроля изменения качества масла в рыбных пресервах определяли жирно-кислотный состав по ГОСТ 30418-96, ГОСТ Р 51483-99, ГОСТ Р 51486-99 «Масла растительные. Метод определения жирно-кислотного состава».

Результаты исследований и обсуждение

Исследованы показатели радиочувствительности микроорганизмов, присутствующих в специях и свежих овощах, в диапазоне доз облучения от 30 Гр до 10 кГр, а также показатели микробиологической безопасности, сенсорных и физико-химических свойств рыбных пресервов в течение 3 месяцев после радиационной обработки в дозах от 0,5 до 6 кГр.

В специях исходное количество мезофильных аэробных и факультативных анаэробных микроорганизмов (КМАФАнМ) варьировало от 0 до 10^8 микроорганизмов на грамм. Установлено, что LD_{50} КМАФАнМ находится в диапазоне доз от 0.5 до 1 кГр, практически полная инактивация микроорганизмов наблюдается при облучении с поглощенной дозой 10 кГр (рис.1).

В свежеприготовленных рыбных пресервах были обнаружены дрожжи и плесневые грибы (плесени). Все остальные показатели микробиологической безопасности находились в пределах нормы для данного вида продукции. После радиационной обработки в исследованных образцах отмечали зависящее от дозы снижение количества обнаруженных микроорганизмов (табл. 1). Облучение в дозе 6 кГр приводило к полному подавлению активности патогенной микрофлоры. Органолептические и физико-химические показатели, а так же содержание биогенных аминов (гистамин) соответствовало норме и не изменялось при облучении во всех использованных дозах.

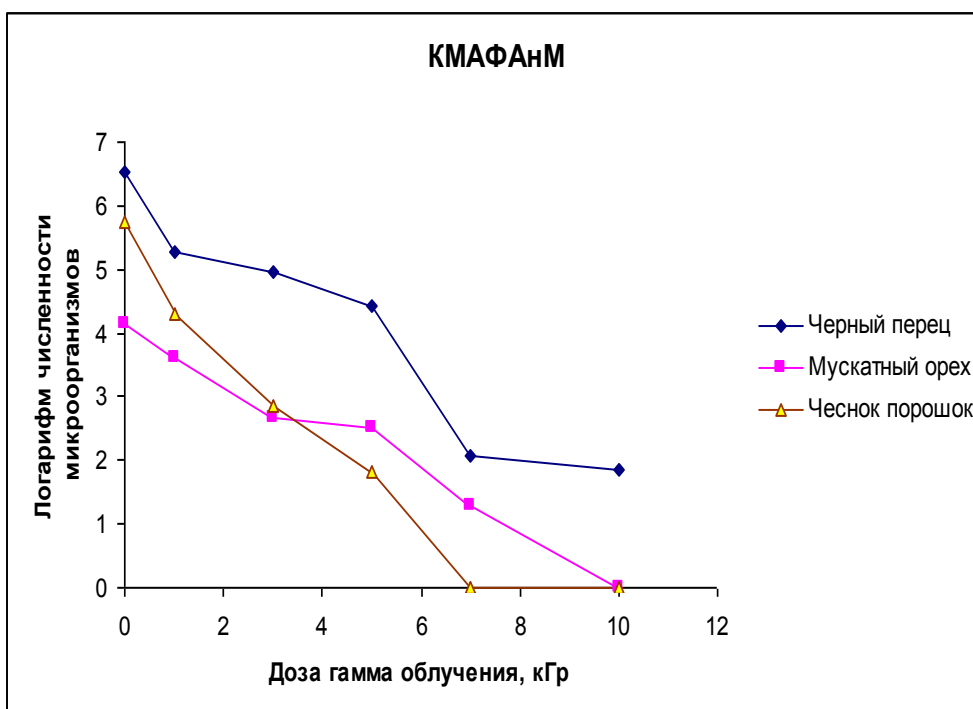


Рис. 1. Влияние гамма облучения специй на количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов

Количество дрожжей и плесневых грибов варьировало в пределах от 0 до 10^7 . Установлено, что LD_{50} дрожжей и плесневых грибов 0.5 кГр, и полная гибель наступала у дрожжей - 5 кГр, у плесневых грибов - 7 кГр (рис.2, 3).

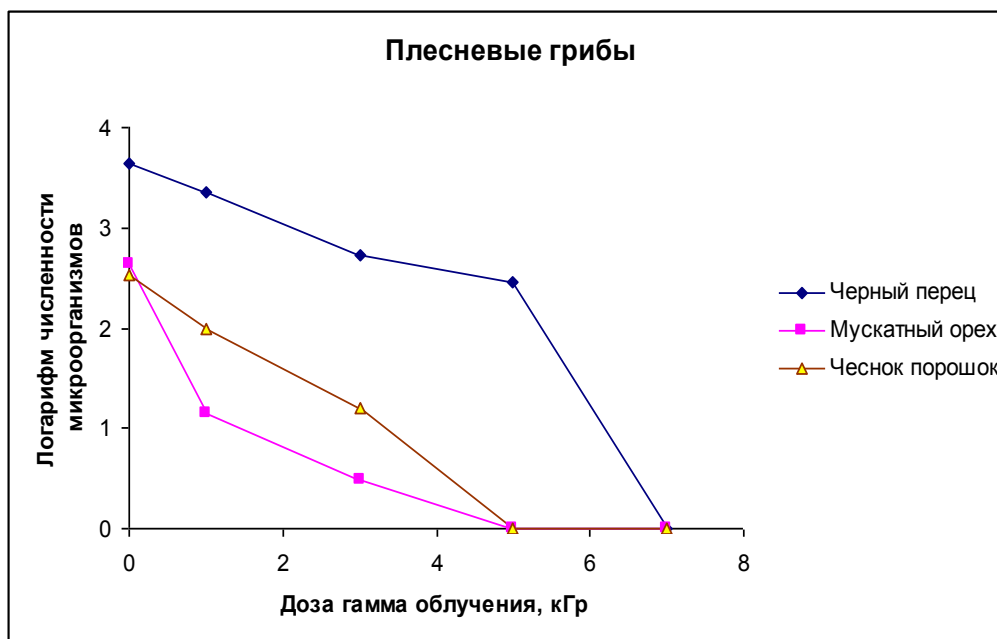


Рис. 2. Влияние гамма облучения специй на число плесневых грибов

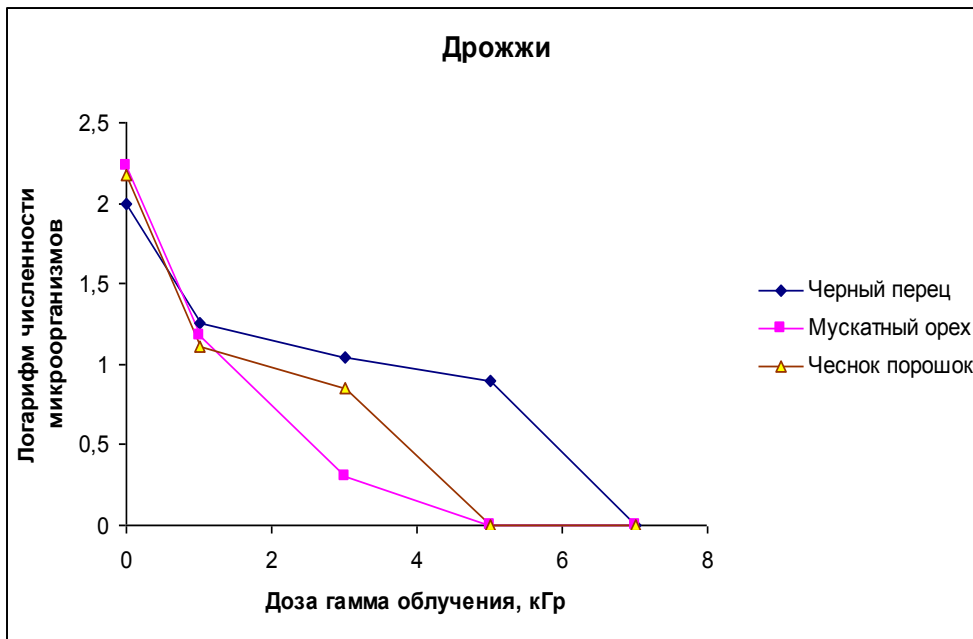


Рис. 3. Влияние гамма облучения специй на количество дрожжей

Количество бактерий кишечной палочки (*Escherichia coli*) составляло от 0 до 10^4 на грамм. Установлено, что $LD_{50} \sim 30-50$ Гр, полная гибель происходит при дозе в 1 кГр (рис.4).

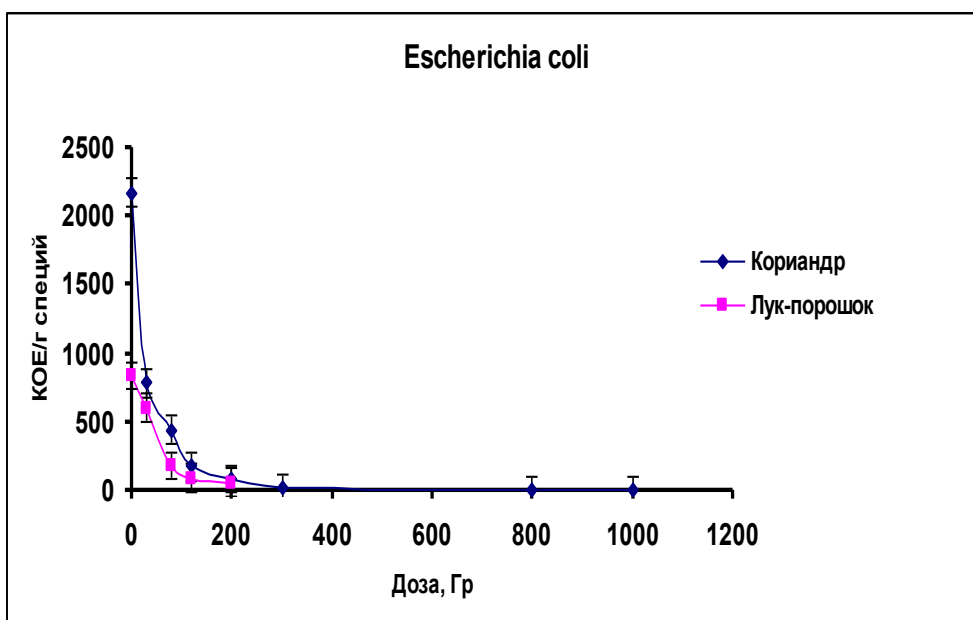


Рис. 4. Влияние гамма облучения специй на численность бактерий кишечной палочки (*Escherichia coli*).

Таблица 1

Микробиологические показатели рыбных пресервов

Микробиологические показатели	Доза облучения, кГр				
	контроль	0,5	1,5	3,0	6,0
Дрожжи, КОЕ в 0,1 см ³	$2 \cdot 10^3$	$3,5 \cdot 10^2$	$2 \cdot 10^2$	$2 \cdot 10^2$	1
Плесени, КОЕ в 0,1 см ³	$5 \cdot 10^2$	$2,5 \cdot 10^2$	$1,5 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^2$	1
КМАФАнМ, КОЕ в 1 см ³	$4,5 \cdot 10^3$	$3,5 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^3$	1

В процессе 3-х месячного хранения при $t = +3^\circ\text{C}$ отмечали подавление роста плесени во всех образцах, что можно объяснить анаэробными условиями в герметичной и залитой подсолнечным маслом упаковке рыбных пресервов. В то же время наблюдали возобновление активности роста дрожжей через месяц после облучения во всех образцах, которое сохранялось в течение всего времени хранения. Причины отмеченного явления нуждаются в дополнительных исследованиях. Нарушения сенсорных и физико-химических показателей не регистрировали.

Проведен эксперимент по облучению свежих овощей (резаной моркови и перца сладкого резаного) двумя дозами - 0,5 и 2 кГр. В продуктах до обработки и после определяли (табл. 2):

1. КМАФАнМ - количество мезофильных аэробных и факультативно-анаэробных микроорганизмов.

2. Количество плесневых грибов и дрожжей.

3. Количество бактерий семейства *Enterobacteriaceae*.

Таблица 2

Результаты облучения свежих овощей

Доза ионизирующего излучения	Определённые микробиологические показатели			
	Количество КМАФАнМ, КОЕ на 1 г продукта	Количество плесневых грибов, КОЕ на 1 г продукта	Количество дрожжей, КОЕ на 1 г продукта	Количество Бактерий семейства <i>Enterobacteriaceae</i> , КОЕ на 1 г продукта
	Морковь резаная			
Контроль	$1,4 \cdot 10^8$	Менее 5	$1,7 \cdot 10^5$	$1,7 \cdot 10^7$
0,5 кГр	$4,1 \cdot 10^5$	6	$1,5 \cdot 10^3$	$8,2 \cdot 10^4$
2,0 кГр	$1,2 \cdot 10^3$	2	$2,2 \cdot 10^1$	$9,7 \cdot 10^2$
Кол-во выживших микроорганизмов, %	Менее 1	40	Менее 1	Менее 1

	Перец резаный			
Контроль	$2,0 \cdot 10^7$	$2,8 \cdot 10^1$	$1,1 \cdot 10^6$	$1,8 \cdot 10^7$
0,5 кГр	$1,2 \cdot 10^6$	$1,1 \cdot 10^1$	$3,1 \cdot 10^1$	$1,3 \cdot 10^6$
2,0 кГр	Менее 7	7	$1,7 \cdot 10^1$	Менее 7
Кол-во выживших микроорганизмов, %	Менее 1	25	Менее 1	Менее 1

Полученные данные показывают, что применение ионизирующего облучения в дозе 2 кГр снижает обсеменённость свежих овощей (болгарский перец, морковь) с 10^8 - 10^7 КОЕ на грамм продукта до 10^4 и даже единичных клеток. Применение радиационной технологии не ухудшает сенсорные свойства и качество продукции. В частности, в облученной моркови сохраняется исходное содержание каротиноидов, а в свежем перце - концентрация натурального красителя Е 140.

Выводы

Представленные результаты демонстрируют актуальность исследований, направленных на расширение рынка стерилизации продукции животного и растительного происхождения, в особенности пряностей, сушеных овощей. На примере γ -установки ГУР-120 показана возможность вовлечения в технологический процесс стерилизации исследовательских установок небольшой мощности.

Работа поддержана грантом регионального конкурса РФФИ «ЦЕНТРАЛЬНАЯ РОССИЯ», проект №14-44-03095 «Изучение радиационно-химических и биологических эффектов, определяющих компетенции радиационных агротехнологий и разработка научно-методической базы их внедрения в АПК РФ».

Литература

1. Санжарова Н.И., Гераськин С.А., Исамов Н.Н., Козьмин Г.В и др. Научные основы применения радиационных технологий в сельском хозяйстве. Обнинск: ВНИИСХРАЭ. 2013. 133с. ISBN 978-5-903386-31-4.
2. Каушанский Д.А., Кузин А.М. Радиационно-биологическая технология. М.: Энергоатомиздат, 1984. 151 с.
3. Национальный стандарт Российской Федерации ГОСТ Р ИСО/АСТМ 51900-2013 «Руководство по дозиметрии при исследовании влияния радиации на пищевые и сельскохозяйственные продукты».
4. Козьмин Г.В., Кобялко В.О., Саруханов В.Я., Лыков И.Н. Методика γ -облучения рыбных пресервов. Обнинск: ВНИИРАЭ.2014. 22 с.

5. **Пименов Е.П., Павлов А.Н., Козьмин Г.В., Спирин Е.В., Санжарова Н.И.** Исследование эффективности радиационной стерилизации растительного сырья с использованием установки ГУР-120 // Радиация и риск. 2013. Т. 22, № 4. С. 37-42.
6. Технический Регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции» ТР ТС 021/2011.
7. Standard Guide for Irradiation of Dried Spices, Herbs, and Vegetable Seasonings to Control Pathogens and Other Microorganisms. ASTM F1885–2004.

РАДИАЦИОННОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОНОВ НА СУСПЕНЗИИ МИКРООРГАНИЗМОВ

Грачева А.Ю.¹, Завьялов М.А.¹, Павлов Ю.С.², Прокопенко А.В.³, Филиппович В.П.¹

1 - ВНИИ Технологии консервирования, Видное, Моск. обл., vit_fill@rambler.ru

2 - Институт физической химии и электрохимии имени А.Н. Фрумкина РАН

3 - Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

В работе показаны современные тенденции развития радиационных технологий обработки пищевой продукции с помощью ускорителей заряженных частиц в России. Обозначена актуальность создания нормативно-правовой документации и определен круг задач для дальнейших исследований. Проанализирована возможность использования существующих радиационно-ускорительных комплексов для облучения пищевых продуктов. Проведены экспериментальные исследования по радиационному облучению суспензий микроорганизмов пучками электронов на ускорителе УЭЛВ-10-10-С-70 дозами 3 кГр, 5 кГр, 7 кГр и 10 кГр и определены параметры радиационной устойчивости для водных суспензий микроорганизмов *E coli* и *Staphylococcus aureus*.

1. Введение. Перспективы использования ускорителей для радиационной обработки продуктов питания

В последнее время в России отмечается возрождение интереса к радиационным технологиям, как к основе для развития инновационной экономики. Использование радиационных технологий в сельском хозяйстве и пищевой промышленности является общемировой тенденцией [1]. Радиационные технологии стерилизации и обработки пищевых продуктов, отличаются высокой степенью эффективности, высокой производительностью, точностью дозирования излучения, возможностью облучения упакованных продуктов, отсутствием высокого нагрева продукта и как следствие возможность стерилизации термолабильных объектов, а также низкими эксплуатационными расходами и соответствием принятым экологическим нормам. По сведениям международной комиссии по радиологической защите, только в Европе ежегодно на рынок поступает более 200 тысяч тонн облученных продуктов.

В СССР исследования по изучению возможностей радиационной обработки пищевых продуктов стартовали в начале 60-ых годов прошлого века. Исследования проводились в Институте биохимии им. А.Н. Баха АН, в научных институтах Всесоюзной академии сельскохозяйственных наук СССР, в НИИ питания АМН и в НИИ гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана. В то время ведущей организацией по исследованию

радиационного воздействия на продукты питания являлся ВНИИ Консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИ Технологий консервирования), который имел гамма установку на основе ^{60}Co с активностью облучателя 300 Кюри. Выполненные исследования [2,3] показали перспективность применения радиационного метода для пролонгации сроков годности пищевых продуктов. В исследованиях подчеркивалась актуальность использования электронно-лучевой технологии стерилизации [4].

В отличие от методов стерилизации гамма-излучением, электронное излучение не использует радиоактивные изотопы. Ускорители электронов появились ещё в 50-х годах прошлого века, но их использование в то время было экономически не оправданным. С развитием технологий создания сильноточных линейных ускорителей частиц (увеличение энергии, тока пучка и длительности импульса), стоимость электронно-лучевой стерилизации понизилась до вполне приемлемого уровня. Это вызвало интерес к электронно-лучевой технологии со стороны пищевой промышленности. Облучение происходит при энергии электронов, находящихся в диапазоне от 3 до 10 МэВ. При таких энергиях электронов отсутствует образование изотопов в пищевых продуктах и глубина проникновения электронов оказывается достаточной для их проникновения в продукт, упакованный в готовую к отгрузке тару.

Высокая мощность дозы электронного облучения позволяет воздействовать им в течение нескольких секунд, в отличие от многочасового воздействия на продукт гамма-излучением. Кратковременность воздействия ускоренных электронов снижает возможные эффекты окисления продукта, сводя к минимуму нарушения в материале, как продукта, так и упаковочного материала. На ускорителях имеется возможность варьировать энергию электронов и тормозного излучения. Снижение энергии приводит к минимизации повреждения продуктов при радиационной обработке. Кроме того, стоимость эксплуатации ускорителя и капитальные затраты на создание радиационно-ускорительного центра гораздо меньше.

В России с 1980 года разработаны и созданы для осуществления промышленных радиационно-технологических процессов более 200 ускорителей (без учета ускорителей для медицины, дефектоскопии и томографии). На сегодняшний момент в эксплуатации находятся более 60 линейных электронных ускорителей. В работе [5] представлен обзор разработанных и используемых электронных ускорителей для радиационно-технологических установок и показано экономическое преимущества использования ускорителей электронов для радиационных технологий.

2. Тенденции развития радиационных технологий в пищевой промышленности

В настоящее время на международном уровне принят ряд документов регламентирующих радиационную обработку пищевых продуктов. Это ускорило внедрение радиационной обработки за рубежом. В настоящее время Россия, в отличие от Европы и США, находится на начальном этапе формирования рынка продуктов, обработанных с помощью использования радиационных технологий. Одной из существенных проблем в развитии данной отрасли является недостаточно развитая и устаревшая нормативно-правовая база, а также частичное или полное отсутствие необходимых стандартов для облучения определённых продуктов питания. Также не разработаны технические регламенты и технические условия радиационной обработки. Подготовкой современной нормативно правовой базы в России занимается ООО «Центр «Атоммед» [6].

Потребность в развитии и совершенствовании нормативной базы в сфере радиационных технологий обработки пищевых продуктов обусловлено следующими факторами:

- наличием и ростом объема распространения типовых радиационных технологий на рынке потребления пищевых и сельхозпродуктов;
- необходимостью введения нормирующих требований к продуктам, получаемым с применением радиационных технологий (определяемых общими медицинскими, санитарными, гигиеническими, потребительскими и иными требованиями);
- необходимостью обеспечения воспроизводимых типовых радиационных технологий в процессинге (требования к воспроизводимости дозы, условий облучения, режимов хранения продукции и т.п.)
- необходимостью обеспечения радиационной безопасности облучательных радиационных установок, технологических линий,
- требованиями унификации проектов, дизайна и оснащения радиационных установок, систем мониторинга и контроля облучения.

Жёсткие требования к регулированию процесса вызвали необходимость принятия генерального международного стандарта ISO 14470:2011. Новый стандарт обеспечивает соблюдение самых последних требований при облучении пищевых продуктов, которое используется для улучшения качества и безопасности технологий обработки пищевых продуктов. Основными целями стандарта ISO 14470:2011 являются: обеспечение требований по облучению пищевых продуктов в соответствии с

действующими нормами и практикой; обеспечение направлений технического соглашения между клиентом и оператором по облучению; создание системы документации для поддержки управления на процесс облучения продуктов питания. Таким образом, появляется возможность создания оптимальной нормативно-правовой базы по облучению продуктов питания.

В России нормативно-правовая база промышленных радиационных технологий делится на следующие уровни: правовой уровень регулирования (внесение изменений в ряд федеральных законов, подготовку постановлений правительства и технические регламенты), технический уровень (лицензирование, стандартизация и подготовка СанПин) и технологический уровень (разработка приказов, руководств, технических инструкций, регламентов и комплектов документов). Основным стандартом по радиационной обработке продуктов питания разрабатываются в рамках разрешительной документации для таможенного союза Россия, Белоруссия и Казахстан на основе существующих ранее норм обеспечения радиационной безопасности и стандартов, принятых в Евросоюзе.

3. Экспериментальные исследования по радиационному облучению суспензий микроорганизмов пучками электронов

Один из промышленных электронных ускорителей для радиационной обработке электронами находится в Институте физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской Академии Наук (ИФХЭ РАН). Ускоритель УЭЛВ-10-10-С-70 является многоцелевым источником ионизирующего излучения и предназначен для применения в промышленных радиационно-технологических процессах [7, 8]. В рамках подготовки к созданию проектов технических регламентов с 2013 года на данном ускорителе совместно с ВНИИ Технологий консервирования проводится серия исследований по облучению запаянных ампул с модельными водными растворами микроорганизмов электронным пучком с различными дозами облучения. Модельные среды позволяют определиться с предполагаемыми дозами воздействия и установить радиоустойчивость D10 для традиционных микроорганизмов. Большой интерес вызывает облучение сравнительно небольшими дозами до 10 кГр.

Ускоритель УЭЛВ-10-10-С-70 имеет энергию пучка электронов $10 \pm 0,4$ МэВ и мощность дозы электронного излучения на расстоянии 1 м от фланца выпускного окна 3 кГр/с. Для транспортировки облучаемых образцов перед сканирующим пучком электронов в ускорителе используется круговой конвейер. Контроль за дозой

облучения осуществляется с помощью детекторов на основе полимерных плёнок однократного использования и спектрофотометра. Диапазон измерения поглощённой дозы варьируется в интервале от 5 до 50 кГр, погрешность не превышает 12%. Меньшие дозы можно оценить при интерполяции полученных результатов.

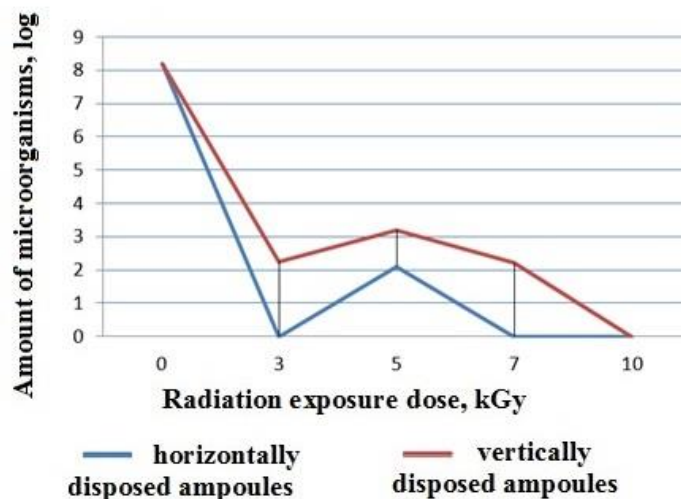


Рис. 1. Выживаемость E. coli при обработке электронами

(Зависимость количества микроорганизмов от поглощенной дозы облучения в кГр для горизонтально и вертикально расположенных ампул)

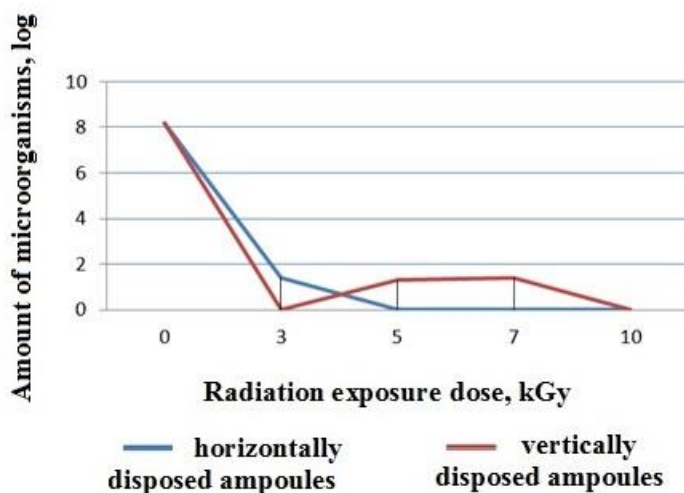


Рис. 2. Выживаемость Staphylococcus aureus при обработке электронами

(Зависимость количества микроорганизмов от поглощенной дозы облучения в кГр для горизонтально и вертикально расположенных ампул)

В четвёртом квартале 2013 года в ИФХЭ РАН на ускорителе УЭЛВ-10-10-С-70 совместно проводилось облучение запаянных ампул с модельными растворами микроорганизмов диаметром 10 мм и высотой 60 мм различными дозами облучения. В исследовании использовалась грамотрицательная палочковидная бактерия E. coli с

размерами 1,1-1,5 × 2,0-6,0 мкм и гаммоположительные коки *Staphylococcus aureus* сферической формы диаметром 0,5-1,5 мкм. При исследовании использовались суточные культуры этих микроорганизмов растворенные в мясо-пептонном бульоне. Однократное облучение микроорганизмов проводили электронами с дозами 3, 5, 7, 10 кГр в двух положениях обрабатываемых ампул. Для уменьшения статистической ошибки в каждом эксперименте использовали по три образца культуры. Микробиологическое исследование облученных и контрольных образцов выполнялись на следующий день после облучения. Контрольные ампулы хранились в таких же условиях что и облученные. Микробиологические исследования проводили по ГОСТ 30726-2011 для *E. coli* и ГОСТ 10444.2-94 для *S. aureus* согласно которым, время культивирования микроорганизмов на сухом питательном агаре должно составлять 24 часа при температуре 37°C. Исследования проводились методом определения наиболее вероятного числа микроорганизмов. Результаты учитывались в каждом исследуемом образце для двух повторений. Результаты исследования представлены на рис. 1 для *E. coli* и рис.2 для *S. aureus*. На рисунках представлено в логарифмическом масштабе содержание выживших микроорганизмов от поглощённой дозы. Установлено, что культуры *E. coli* и *S. aureus*, подвергшиеся радиационному облучению отмирают на 80-100%. Горизонтальное положение образцов, при радиационном облучении наиболее эффективно по сравнению с вертикальным.

4. Заключение

В работе показаны современные тенденции развития радиационных технологий обработки пищевой продукции с помощью ускорителей заряженных частиц в России. Показана актуальность создания нормативно-правовой документации и определен круг задач для дальнейших исследований. Проанализирована возможность использования существующих радиационно-ускорительных комплексов для облучения пищевых продуктов. В ходе выполнения исследований на ускорителе УЭЛВ-10-10-С-70 установлены летальные доза для суспензий микроорганизмов бактерия *E. Coli* и *S. aureus*. Это позволяет оценивать дозу требуемую при облучении продуктов питания для радиационной стерилизации.

Литература

1. Food preservation by radiation // Radiation and agriculture, URL: <http://www.iaea.org/Publications/Magazines/Bulletin/Bull233/23305783336.pdf> – 2011, (дата обращения 13.12.13).

2. **Метлицкий Л.В., Рогачев В.И., Хрущев В.Г.** Радиационная обработка пищевых продуктов. – М.: «Экономика», 1967. – 159 с.
3. **Фрумкин М.Л., Ковальская Л.П., Гельфанд С.Ю.** // Технологические основы радиационной обработки пищевых продуктов. М: Пищевая промышленность, 1973. 408 с.
4. **Гельфанд С.Ю., Завьялов М.А., Петров А.Н. и др.** Современные аспекты радиационной обработки пищевых продуктов. Хранение и переработка сельхозсырья, №2, 2013, с. 25-31.
5. **Павлов Ю.С.** Российские электронно-лучевые технологии в 2013г. Научная сессия МИФИ-2013. Том 2. Проблемы фундаментальной науки. М., МИФИ, 2013, с. 126.
6. Проекты стандартов облучения // Фирма Атоммед, корпорация Росатом. [Москва, 2013]. URL:<http://Atommedcenter.ru> (дата обращения 28.11.2013).
7. **Павлов Ю.С., Ершов Б.Г., Фоменко Ю.Л., Поляков А.А.** Реализованные и разрабатываемые радиационные технологии в ИФХЭ РАН. Вопросы атомной науки и техники. Сер. Техническая физика и автоматизация. Выпуск 67 (часть 1). М., ОАО «НИИТФА», 2013, с. 27-41.
8. **Павлов Ю.С., Ершов Б.Г., Доброхотов В.В., Павлов В.А.** Радиационный комплекс для изучения радиационно-химических превращений материалов и разработки радиационных технологий в ИФХЭ РАН. V Всероссийская конференция "Актуальные проблемы химии высоких энергий". Материалы конференции. М., РХТУ, 2012, с. 80-82.

РАДИАЦИОННО - ХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНОЙ ЭЛЕКТРОЛИТНОЙ МЕМБРАНЫ НА ОСНОВЕ ПОЛИВИНИЛИДЕНФТОРИДА ДЛЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ТОПЛИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Головков В.М., Сохорева В. В.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
sokhoreva@tpu.ru

Представлены результаты получения полимерной электролитной мембраны (ПЭМ) для низкотемпературных топливных элементов (ТЭ), путем облучения пленки из поливинилиденфторида (ПВДФ) ионами гелия с энергией 27 МэВ и последующего введения ионообменных сульфогрупп посредством радиационной прививки стирола и его сульфирования. Приведены также результаты испытаний полученной ПЭМ, в составе мембранно-электродного блока, каталитические слои в котором были получены путем одновременного магнетронного нанесения платины и углерода на поверхность мембраны или газодиффузионного углеродной бумаги. При содержании на поверхности мембраны 0,05 мг/см² платины получена удельная мощность топливного элемента – 240 мВт/см².

1. Введение

Ключевым материалом низкотемпературных ТЭ, которые наиболее широко применяются в водородной энергетике, является полимерный электролит с нанесенным на его поверхность каталитическим слоем, содержащий платину как катализатор. Низкотемпературные ТЭ имеют ряд привлекательных технических характеристик, таких как высокий КПД преобразования энергии, отсутствие вредных выбросов в окружающую среду, бесшумность, компактность и некоторые другие. Потенциальные области применения ТЭ на основе ПЭМ – автономные источники электроэнергии, децентрализованная энергетика киловаттного и мегаваттного классов, на транспорте.

Поиск новых подходов, которые позволят радикально снизить стоимость на единицу мощности низкотемпературных ТЭ является актуальной задачей, поскольку их широкое применение ограничивается в значительной степени их более высокой стоимостью по сравнению с традиционными источниками энергии.

Одним из перспективных направлений получения ПЭМ является радиационно-химическая обработка коммерчески доступных полимерных материалов с целью придания им необходимого комплекса характеристик [1-3]. В этом случае имеется возможность широкого выбора материала полимерных пленок и функциональных мономеров для радиационной прививки. Радиационная обработка имеет высокую

производительность и позволяет потенциально получить ПЭМ с низкой стоимостью. Кроме того создание каталитического слоя на поверхности мембраны методом плазменного осаждения позволяет уменьшить удельное содержание платины без ухудшения электронной и протонной проводимости каталитического слоя.

Цель - данной работы - получение ПЭМ с использованием радиационно-химических методов обработки полимерных пленок и мембранно-электродных блоков (МЭБ) ТЭ на их основе с помощью плазменных методов создания каталитического слоя с низким содержанием платины.

2. Материалы и методы

В экспериментах использовали полимерную пленку из фторопласта-2 (поливинилдифторида, ПВДФ), толщиной – 50 мкм производства ОАО «Пластполимер» (Санкт-Петербург, Россия), этилен хлористый (Экос-1), ацетон (99,5 %), изопропанол (99.0%), хлорсульфоновую кислоту, толуол (99.50%), диметилформамид (хч), пиролитический графит марки ПМГ, металлическую платину (99,99%), стирол (Бельгия, 99.55%).

Перед облучением образцы Ø80 мм из ПВДФ пленки, промывали в ультразвуковой ванне в растворе толуола в течение 1,5 ч, высушивали в термостате в течение 3 часов при 50 °С и помещали в контейнер, конструкция которых приведена в работе [4]. В предварительно откачанные при помощи безмаслянного форвакуумного насоса контейнеры напускали либо аргон, либо прививочный раствор, состоящий из смеси стирола с толуолом в соотношении 1:1.

Облучение образцов проводили на выведенном пучке ионов гелия с энергией около 27 МэВ, ускоренном в циклотроне типа Р-7М. Контейнер, при помощи специального устройства, крепили на диске, который вращался со скоростью - 8 об/мин. Схема облучения образцов представлена на рис.1. Поглощенную в полимере дозу рассчитывали на основе плотности тока пучка i и времени облучения t по формуле $D = i[\text{мкА/см}^2]t[\text{сек}] \frac{dE}{dx} \left[\text{МэВ} \frac{\text{см}^2}{\text{мг}} \right], \text{МГр}$, где $\frac{dE}{dx}$ – удельные потери энергии ионов в материале. Кроме того флюенс прошедших через образец ионов определяли, независимым методом – по плотности треков ионов гелия, которые они создавали в пленке “свидетеле” из полиэтилентерефталата (ПЭТФ), размещенной за образцом. Образец ПЭТФ после облучения ионами травили в 6N NaOH. На рис. 2 приведена микрофотография поверхности пленки ПЭТФ после облучения ионами гелия и травления. Изучали два метода прививки.

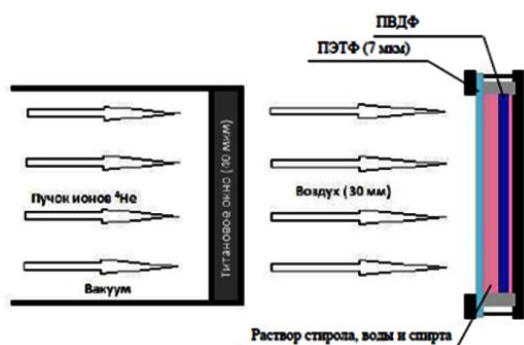


Рис.1. Схема прямого метода прививки образцов.

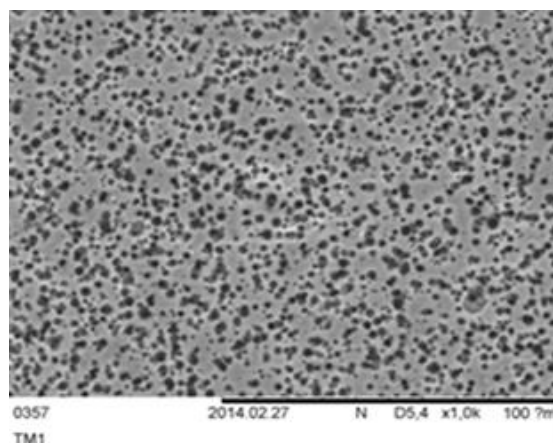


Рис.2. Следы треков ионов гелия в ПЭТФ пленке после травления в 6N NaOH.

В первом методе образец, находящийся в прививочном растворе, облучали пучком ионов с плотностью $0,05 \text{ мкА/см}^2$ от 1 до 5 минут. При облучении образцы под действием энергии пучка ионов нагревались до температуры около 70°C . В этом случае прививка стирола к пленке происходила уже в процессе облучения и заканчивалась после окончания облучения при нагреве в прививочном растворе.

Во втором методе образцы облучали на воздухе или в атмосфере аргона (без контакта с мономером стирола) и затем проводили прививку. После окончания облучения образцы вынимали из контейнера и помещали в кварцевую колбу, откачивали из неё воздух и заливали прививочный раствор, из которого предварительно удаляли растворенный кислород путем пробулькивания аргона, через раствор в течение 40 минут. В свободное пространство колбы (с образцами и раствором) заполняли аргоном. Затем колбу помещали в ультразвуковую ванну при температуре $T = 60^\circ\text{C}$ на время прививки, которое было от нескольких часов до 60 часов.

После прививки образцы промывали в деионизованной воде, затем в толуоле и снова в деионизованной воде при $T = 50^\circ\text{C}$, высушивали в термостате при $T = 40^\circ\text{C}$ три часа и взвешивали. Степень прививки рассчитывали по формуле:

$$R_g = \frac{W_f - W_i}{W_i} \cdot 100\% , \text{ где } W_i \text{ и } W_f - \text{ масса образца до и после прививки соответственно.}$$

Для сульфирования отбирали образцы с $R_g \geq 70\%$. Сульфирование проводили в растворе хлорсульфоновой кислоты с добавлением 5% дихлорэтана. Степень сульфирования контролировали также гравиметрическим методом. Отмечено, что вес

образцов увеличивался после сульфирования прямо пропорционально степени прививки R_g . С помощью метода титрования была измерена также обменная емкость (ОЕ) полученных после сульфирования образцов ПЭМ [2]. Для образцов ПЭМ толщиной 50 мкм и площадью 3,6 см² ОЕ = 2 - 3,5 мг·экв/г.

Формирование каталитического слоя производили путем совместного напыления платины и углерода на образцы ПЭМ. В качестве катода для магнетронного распыления была изготовлена мишень из пиролитического графита марки МПГ, на котором затем располагали небольшие платиновые пластинки толщиной 200 мкм. Каталитический слой в одном случае наносили на образцы ПЭМ, изготовленные описанным выше методом радиохимической обработки ПВДФ пленки [2], а в другом, на материал газодиффузионного слоя – углеродную бумагу «Toray TGRH-120». Формирование платино-углеродного слоя осуществляли с использованием комплекса вакуумного оборудования кафедры водородной энергетики и плазменных технологий ТПУ. На Рис. 3 представлен катод с пластинками платины.

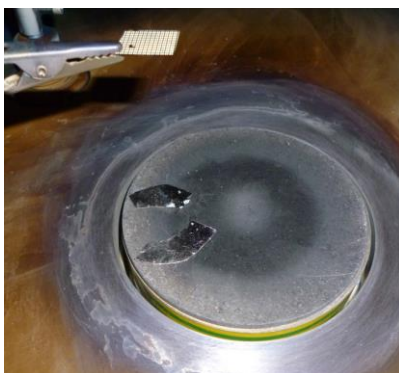


Рис. 3. Графитовый катод с Pt фольгами в камере установки магнетронного распыления.

Образец ПЭМ размещали на расстоянии 7 см от катода, общая площадь платины на катоде была 2 см². Осаждение проводили при следующем режиме работы магнетрона: давление аргона – 120 Па, анодное напряжение – 963 В, ток – 0,53 А, время нанесения пленки – 90 с/

3. Результаты и обсуждение

На Рис. 4 приведены зависимости степени прививки R_g от дозы ионов и среды, в которой образец облучался. При облучении образцов на воздухе происходит образование пероксидных радикалов или гидропероксидных групп, которые могут взаимодействовать с мономерами исключительно при высоких температурах [3] и только тогда инициировать образование свободных радикалов и прививку мономера.

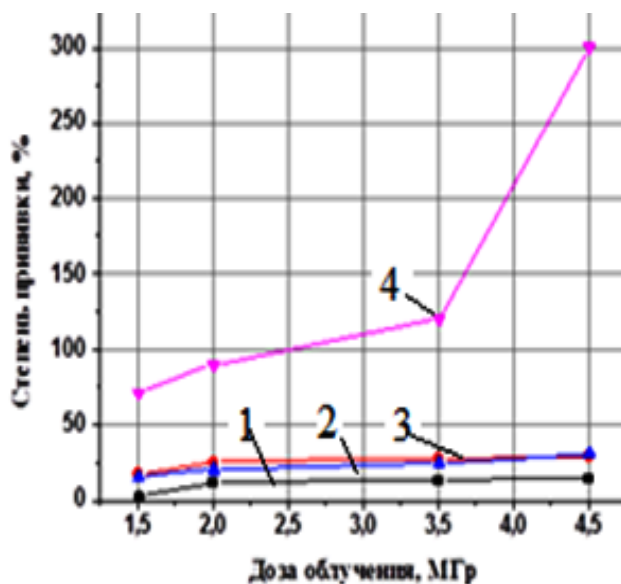


Рис. 4. Зависимость степени прививки стирола к пленкам ПВДФ от дозы и среды облучения.

- 1 – прививка после облучения на воздухе;
- 2 – облучение в вакууме;
- 3 – облучение в аргоне;
- 4 – облучение в прививочном растворе.

Рис.5. Образец пленки после прививки, $R_g = 200\%$

Этим фактором можно объяснить различную степень прививки после облучения в среде воздуха и аргона. При повышении дозы облучения в прививочном растворе > 4 МГр и последующей химической обработки образцы сильно увеличивались в объеме (Рис. 5), степень прививки достигала 300% и образцы просто разрушались от набухания. Из данных приведенных на Рис. 4 следует, что лучшие результаты прививки можно получить при прямом методе прививки.

Изучали также влияние состава реакционной смеси. В прививочный раствор добавляли некоторое количество воды. Результаты оказались не хуже, чем в представленном эксперименте, однако, скорость прививки уменьшилась, и время прививки увеличилось до ~ 58 часов. Сульфирование образцов проводили в хлорсульфоновой кислоте с добавлением 5% диметилформаида при температуре около 0°C в течение 10 часов. Результаты взвешивания сульфированных образцов и измерение стехиометрического состава методом резерфордовского обратного рассеяния [4] показали, что практически степень сульфирования около 100% привитых мономеров стирола.

Каталитический слой в МЭБ формировали двумя способами: В первом случае слой Pt-C наносили, непосредственно на протонопроводящую мембрану для создания плотного контакта с поверхностью мембраны. Однако, в этом случае из-за нагрева мембраны происходит её деформация и происходит растрескивание каталитического слоя (Рис. 6). Для предотвращения деформации необходимо охлаждение подложки, либо очистка плазмы от вторичных рассеянных электронов, которые разогревают подложку.

Во втором случае каталитический слой создавали на углеродной бумаге газодиффузионного слоя. При этом каталитический слой Pt-C повторял рельеф бумаги, что увеличивало эффективную площадь катализатора, но контакт с протонообменной мембраной был несколько хуже, чем в случае нанесения слоя на пленку. На Рис. 6 и Рис.7 представлены микрофотографии нанесенного слоя на ПЭМ и на углеродную бумагу соответственно.

Толщину каталитического слоя измеряли с помощью сканирующего нанотвердомера. Результаты измерений показали, что толщина пленок была около 30 нм. Элементный состав пленки определяли с помощью микроанализатора микроскопа Hitachi TM – 1000, а также при помощи метода Резерфордского обратного рассеяния с использованием ионов He на электростатическом генераторе ЭГ-2,5 ФТИ ТПУ. Пленка содержит по массе 28,4% углерода и 71,6 % платины.

Углерод, входящий в состав каталитического слоя обеспечивает электронный перенос, а также создает пористую структуру, которая необходима для транспорта газов.

С использованием полученных ПЭМ были изготовлены два мембранно – электродных блока (МЭБ): МЭБ-1 – с Pt-C слоем, нанесенным на мембрану и МЭБ-2 – с каталитическим слоем нанесенным на углеродную бумагу. В МЭБ-1 на поверхность мембраны, с напыленным с двух сторон слоем Pt-C, наносили тонкий слой жидкого протонопроводящего полимера (раствор «Nafion»). Полученный образец размещали между слоями углеродной бумаги. В сборке МЭБ-2 на мембрану, при помощи распылителя, наносили раствор «Nafion» и также размещали ее между пластинками углеродной бумаги с напыленным на неё слоем Pt-C. После сборки оба МЭБ подвергали горячему прессованию в течение 90 секунд при температуре 120 °С и давлении 10 кг/см². Измерения вольт-амперных характеристик проводили с помощью системы тестирования топливных элементов SMART 2 (WonaTech, Корея).

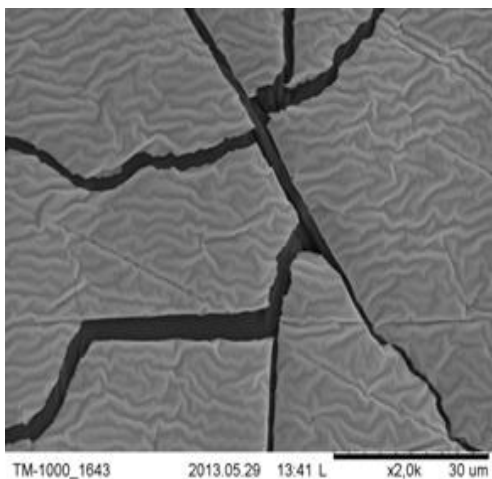


Рис. 6. Микрофотографии каталитического слоя на ПЭМ.

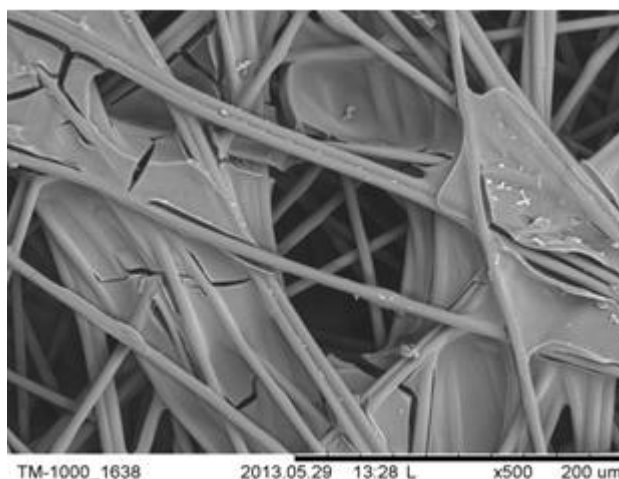


Рис. 7. Микрофотографии каталитического слоя на углеродной бумаге «Toray»

Вольт-амперная характеристика МЭБ представлена на Рис. 8, где кривая 1 – МЭБ-1, кривая 2 – МЭБ-2.

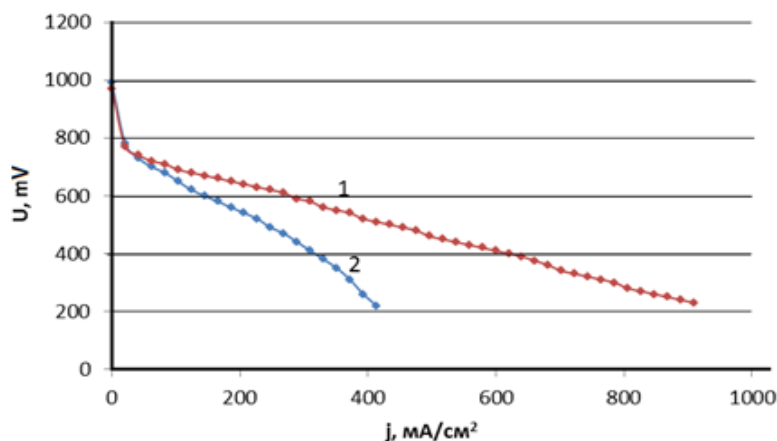


Рис. 8. Вольт-амперная характеристика МЭБ: 1 –МЭБ1, 2 –МЭБ2.

Из рисунка хорошо видно, что МЭБ-1 демонстрирует лучшую нагрузочную характеристику по сравнению с МЭБ-2.

4. Заключение

Показана принципиальная возможность получения ПЭМ с помощью радиационно-химической обработки пленки ПВДФ путем её облучения ионами гелия, прививки мономера стирола его сульфирования.

Методом магнетронного распыления углерода и платины получен каталитический слой Pt-C и мембранно-электродный блок с низкой загрузкой платины. При содержании на поверхности мембраны 0,05 мг/см² платины получена удельная мощность топливного элемента – 240 мВт/см².

Авторы выражают благодарность сотрудникам кафедры ВЭП НИ ТПУ Янину Сергею Николаевичу и Юрьеву Юрию Николаевичу за помощь при магнетронном нанесении каталитических слоев.

Работа выполнена при финансовой поддержке в рамках реализации государственного задания Минобрнауки России на 2014-2016 годы по темам № 1750 и ВИУ-ФТИ-86-2014.

Литература

1. **Betz N., Le Mod A., and Duraud J. P., Balanzat E., Darnez C.** Grafting of Polystyrene in Poly(vinylidene fluoride) Films by Means of Energetic Heavy Ions // *Macromolecule*, v. 25, 1992,. – P. 213-219.
2. **Joon-Yong Sohn, Hae-Jun Sung, Joo-Myung Song, Junhwa Shin, Young-Chang Nho** Radiation-grafted proton exchange membranes based on co-grafting from binary monomer mixtures into poly(ethylene-co-tetrafluoroethylene) (ETFE) film // *Radiation Physics and Chemistry*. – v. 81(2012). – P. 923 – 926.
3. **Головков В.М., Сигфуссон Т.И., Сохорева В.В, Тюрин Ю.И.** Получение протонообменной полимерной мембраны для топливного элемента при помощи радиационно-химического воздействия // *Известия вузов. Физика*. – т. 55, № 11/2, 2012 .– С.383 – 386.
4. **Головков В.М., Сохорева В.В., Тюрин Ю.И., Сигфуссон Т.И.** Получение полимерной электролитной мембраны для топливного элемента методом радиационно-химической обработки пленки ПВДФ Вузов. *Физика* т.54, № 11/3 (2013). – С.120 – 125.
5. **Golovkov V.M., Sokhoreva V.V., and Sigfusson T.I.** Formation of Chemically resistant Track Membranes Based on Polyvinylidene Fluoride // *J. Petroleum Chemistry* Vol. 52 No.7 (2012) . – P. 462 – 464.
6. **Добровольский Ю.А., Волков Е.В., Писарева А.В. , Федотов Ю.А., Лихачев Д.Ю. , Русанов А.Л.** Протонообменные мембраны для водородно-воздушных топливных элементов // *Российский химический журнал*. – том L, 2006. – С. 95 – 103.

УСТРОЙСТВО ДЛЯ РАННЕГО ОБНАРУЖЕНИЯ РАДИОНУКЛИДОВ, ИНКОРПОРИРОВАННЫХ В КИСТИ РУК ПЕРСОНАЛА

**Вострухов В.Е., Стародубцев А.А., Хайруллин Д.Р., Кулишов Ю.В., Сметанин
М.Ю., Волкова Л.П., Попова Л.В., Левин Е.В., Пилюгин С.А.,
Барышников А.В., Дакука М.В.**

ФГУП «ПО «Маяк», г. Озерск, e-mail: mayak@po-mayak.ru

В настоящем докладе описывается текущее состояние радиационного мониторинга персонала ФГУП «ПО «МАЯК» на инкорпорирование радионуклидов внутрь организма путем раневого проникновения и вновь разработанное оборудование, используемое при выполнении третьего уровня данного мониторинга.

Введение

Существующие проблемы оценки поступления актинидов в организм человека через повреждённые кожные покровы во многом связаны с тем, что долгое время основное внимание уделялось решению проблемы дозиметрии ингаляционного поступления. Однако для персонала ядерной отрасли, непосредственно работающего с ядерными материалами, кроме ингаляционного способа поступления нуклидов в организм немаловажную роль играет перкутанное (через поврежденную и неповрежденную кожу) проникновение. В связи с этим существует необходимость создания надёжных методов контроля для перкутанного пути поступления, поскольку своевременное обнаружение загрязненных микротравм с подкожным залеганием радионуклидов позволит как можно раньше начать мероприятия по их выведению из организма.

Как правило, радиационный мониторинг внутреннего облучения от инкорпорированных радионуклидов включает три уровня прямых измерений, каждому из которых соответствует один из трех классов спектрометров излучения человека (далее – СИЧ).

Первый уровень, к которому относятся образцовые, или экспертные, СИЧ, базируется на стационарных компьютеризированных комплексах, как правило, многодетекторных и многоцелевых, обладающих высокой чувствительностью и энергоселективностью.

Второй уровень базируется на СИЧ класса «оперативных», которые дислоцируются на АЭС и других ядерных объектах. Основное назначение данного уровня – получение текущей достоверной информации о содержании основных дозообразующих радионуклидов в организме человека.

Третий уровень представлен классом индикаторных СИЧ, которые при низкой стоимости и портативности обеспечивают уровень качества измерений, приемлемый для получения достаточно объективной оценки содержания некоторых дозообразующих радионуклидов в организме человека. Из-за ограниченной чувствительности и высоких погрешностей измерений эти устройства могут применяться для предварительной оценки уровней содержания радионуклидов в теле человека. Индикаторные СИЧ в настоящее время применяются достаточно редко.

В настоящем докладе описывается текущее состояние радиационного мониторинга персонала ФГУП «ПО «МАЯК» на инкорпорирование радионуклидов внутрь организма путем раневого проникновения и вновь разработанное оборудование, используемое при выполнении третьего уровня данного мониторинга.

1 Текущее состояние радиационного мониторинга раневого проникновения радионуклидов в организм персонала на ФГУП «ПО «Маяк»

Радиационный контроль персонала химико-металлургического завода ФГУП «ПО «МАЯК» до недавнего времени не предусматривал выявления загрязненных микротравм с подкожным залеганием альфа-излучающих радионуклидов, что не вполне соответствует требованиям ОСПОРБ 99/2010. Причина этого – отсутствие технических средств контроля подкожного загрязнения альфа-излучающими радионуклидами. Кроме того, на ФГУП «ПО «МАЯК» отсутствуют соответствующие методики измерения и методические указания.

В настоящее время дозиметрическое обследование персонала ФГУП «ПО «МАЯК» на наличие раневых поступлений проводится во ФГУП «ЮУрИБФ» ФМБА России, расположенном на значительном удалении от ФГУП «ПО «МАЯК». Из-за этого мероприятия по радиационной защите персонала в случае внезапных значительных поступлений радионуклидов в ткани организма проводятся несвоевременно, иногда с недопустимым запаздыванием.

При организации дозиметрического обследования персонала ФГУП «ПО «МАЯК» на наличие раневых поступлений радионуклидов в организм во ФГУП «ЮУрИБФ» был разработан гамма-спектрометрический метод измерения содержания плутония и америция в местах ранений кожи, основанный на регистрации выходящего из тела гамма-излучения и характеристического рентгеновского излучения сцинтилляционным детектором с тонким кристаллом из йодистого натрия и описанный в [1]. Количественная оценка содержания

изотопов плутония и радионуклида ^{241}Am в местах ранений выполнялась по результатам измерений на установке «Пальцемер», расположенной во ФГУП «ЮУрИБФ» и представляющей собой спектрометр рентгеновского излучения на основе сцинтиллятора NaI(Tl) (25x1 мм), помещённого в свинцовую защиту толщиной 50 мм. Нижний предел диапазона измерений (НДПИ) установки «Пальцемер» для изотопов ^{239}Pu и ^{241}Am составлял 11 и 2 Бк соответственно при времени измерения 10 минут. Расчёт содержания радионуклидов при проведении измерений на данной установке выполнялся при допущении, что плутоний в ране представлен изотопом ^{239}Pu [1].

Выходы фотонного излучения на один акт распада для всех изотопов Pu и для радионуклида ^{241}Am чрезвычайно малы. Для реальных измерений наиболее целесообразно выбрать для регистрации фотонного излучения только диапазон энергий до 60 кэВ, где расположены две заметные линии гамма-излучения радионуклида ^{241}Am 59,5 кэВ и 26,4 кэВ и диапазон энергий L-серий рентгеновского излучения Am и Pu от 13 до 21 кэВ. Суммарный выход L_x -излучения составляет от 0,05 до 0,11 на один распад.

Линии характеристического L_x -излучения L_α , L_β и L_γ и в тканях человека имеют очень малую величину пробега – 5,3 мм, 10,2 мм и 16,7 мм соответственно, а пробег для линии 59,5 кэВ радионуклида ^{241}Am в мягких тканях составляет 54 мм.

Средняя глубина залегания может быть достоверно оценена для плутония лишь при условии отсутствия америция-241, поскольку здесь измерения необходимо проводить для линий L_x -излучения, а линия вылета для энергии 59,5 кэВ, вместе с ее рассеянным в тканях излучением, а также гамма линия 26,4 кэВ америция-241 будут мешать измерениям в диапазоне L_x -излучения.

При раневом поступлении измеряется участок спектра от 7 кэВ до 28 кэВ. Энергетическое разрешение NaI(Tl) не позволяет различить L_α , L_β и L_γ -линии характеристического излучения.

На рисунке 1 представлен спектр излучения указанных линий.

Интервал между группами линий энергетического спектра, изображенного на рисунке 1, составляет около 3,5 кэВ, а энергетическое разрешение NaI(Tl) детектора составляет около 8 кэВ. Если глубина залегания радионуклида равна 1 см, центр тяжести распределения (суммарного пика) смещается всего на 0,9 кэВ по сравнению с поверхностным загрязнением, и при невысокой статистике измерений, которая

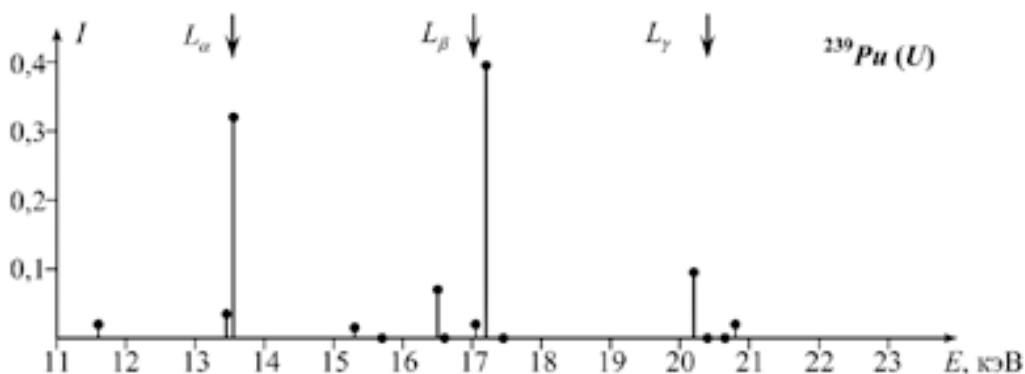


Рис. 1. Линии характеристического излучения L_x радионуклида ^{239}Pu (стрелками указаны положения математических ожиданий для групп линий L_α , L_β и L_γ)

характерна для типичных случаев контроля персонала, точность определения глубины по смещению распределения или по разложению спектра на отдельные пики будет невелика.

Систематическая регистрация и обследование случаев ранений кожи у персонала ФГУП «ПО «Маяк» проводились во ФГУП «ЮУрИБФ» с 1976 года.

Большая часть ранений кожи обследованного персонала (84 %) была зарегистрирована у работников плутониевого производства ФГУП «ПО «Маяк». Анализ случаев раневых поступлений радионуклидов через поврежденную кожу у персонала ФГУП «ПО «МАЯК», приведенный в [2], показал, что общее количество зарегистрированных на предприятии случаев ранения кожи составило 385. У персонала были зафиксированы различные виды повреждений, большая часть из которых приходилась на колотые (74%) и резаные (16%) раны кожи, при этом 97% случаев всех ранений приходилось на кисти рук. При этом персонал в основном повреждал пальцы, наиболее часто указательные, как показано в таблице 1.

Таблица 1

Анатомическое расположение зарегистрированных ранений кожи кистей рук

Место локализации раневого поступления	I палец (большой)	II палец (указательный)	III палец (средний)	IV палец (безымянный)	V палец (мизинец)	Остальная часть кисти руки
Доля от всего количества повреждений, %	23	35	18	11	7	6

Величины измеренных в местах ранений активностей ^{239}Pu и ^{241}Am находились в широких пределах: от уровней, не превышающих НПДИ установки «Пальцемер», до нескольких МБк.

Распределение суммарной активности ^{239}Pu и ^{241}Am для наиболее часто встречающихся видов повреждений кожи кистей рук (колотых ран) приведено в таблице 2.

Таблица 2

Содержание плутония и америция в местах колотых ранений кожи кистей рук у персонала ФГУП «ПО «Маяк»

Суммарное содержание изотопов ^{239}Pu и ^{241}Am , Бк	Менее 13	13-70	71-350	351-1480	1481-7400	Более 7400
Частота случаев, %	23	19	33	13	10	2

В 77 % случаев колотые раны пострадавших были загрязнены радиоактивными нуклидами, причём в 60 % случаях у пострадавших содержание радионуклидов в местах ранений превышало 70 Бк, что близко к уровню 75 Бк, при котором эксперты МАГАТЭ рекомендуют рассматривать вопрос об иссечении загрязнённого места.

2 Устройство для раннего обнаружения радионуклида, инкорпорированного в кисти рук персонала, разработанное и изготовленное на ФГУП «ПО «МАЯК»

На основе результатов анализа случаев раневых поступлений радионуклидов через поврежденную кожу персонала ФГУП «ПО «МАЯК» было принято решение об оснащении химико-металлургического производства средствами для оперативной фиксации фактов попадания радионуклидов в организм работников через повреждения кожных покровов, и в рамках ОКР были разработаны и изготовлены два опытных образца радиометров-спектрометров РИРГ-102 (далее радиометры-спектрометры).

Радиометр-спектрометр является развитием установки «Пальцемер» ФГУП «ЮУрИБФ» и состоит из устройства детектирования и ПЭВМ типа IBM PC/AT, на которую установлена управляющая программа. Устройство детектирования подключается к ПЭВМ соединительным кабелем.

Устройство детектирования содержит:

- измерительную камеру, в которую помещается кисть руки работника. Стенки измерительной камеры выполнены из свинца для защиты от внешнего фонового излучения;

- устройство регистрации на основе сцинтилляционного блока детектирования фотонного излучения рентгеновского диапазона, преобразующее фотонное излучение от объекта измерения в импульсы напряжения с амплитудой, пропорциональной энергии фотона. Устройство регистрации выполнено на основе сцинтилляционного блока СБН-46.2 производства ОАО «Кристалл» (г. Усолье-Сибирское), который содержит бериллиевое окно толщиной 0,2 мм, кристалл сцинтиллятора толщиной 2 мм диаметром 46 мм из йодистого натрия, активированного таллием, и фотоэлектронный умножитель Hamamatsu R1306 с диаметром колбы 51 мм;

- пассивную свинцовую защиту устройства регистрации от внешнего фонового излучения;

- устройство накопления и обработки, осуществляющее управление устройством регистрации и связь с ПЭВМ.

Изображение устройства детектирования в разрезе приведено на рисунке 2.

В ПЭВМ установлен многоканальный анализатор, в качестве которого используется процессор импульсных сигналов SBS-79 производства ООО «Гринстар Технолоджиз» (Москва), в котором происходит преобразование импульсов от устройства регистрации в цифровую форму и получение их амплитудного распределения.

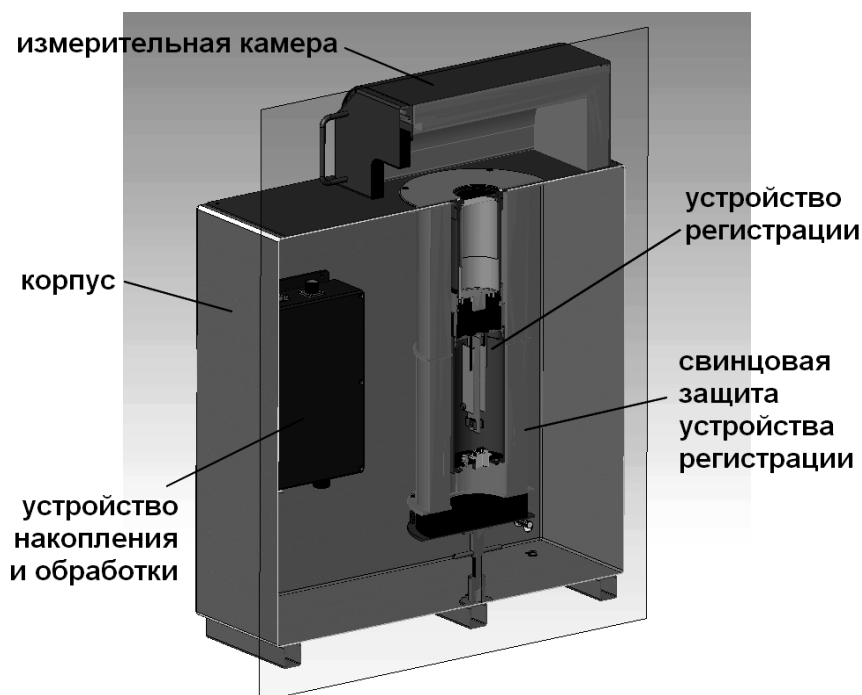


Рис. 2. Вид устройства детектирования в разрезе

Установленное на ПЭВМ программное обеспечение, разработанное на ФГУП «ПО «Маяк», обеспечивает представление информации об амплитудном распределении импульсов в виде энергетического спектра, позволяет выделить в энергетическом спектре диапазоны, в которых будет производиться регистрация фотонного излучения, и по интенсивности сигнала в выделенных диапазонах с учетом собственного фона радиометра-спектрометра (далее – фона) сделать вывод о наличии или отсутствии подкожного загрязнения.

Основные технические характеристики радиометра-спектрометра приведены в таблице 3.

Таблица 3

Основные технические характеристики

Характеристика	Значение
диапазон регистрируемых энергий	от 3 до 100 кэВ
площадь чувствительной области (входного окна устройства детектирования)	16,5 см ²
максимальная загрузка измерительного тракта	$2 \cdot 10^6 \text{ с}^{-1}$
масса устройства детектирования	120 кг
габаритные размеры устройства детектирования	510 x 325 x 660 мм
время непрерывной работы	8 ч
время измерения источника с активностью 3 Бк до превышения порогового уровня индикации наличия загрязнения	10 мин

Структурная схема устройства детектирования радиометра-спектрометра приведена на рисунке 3.

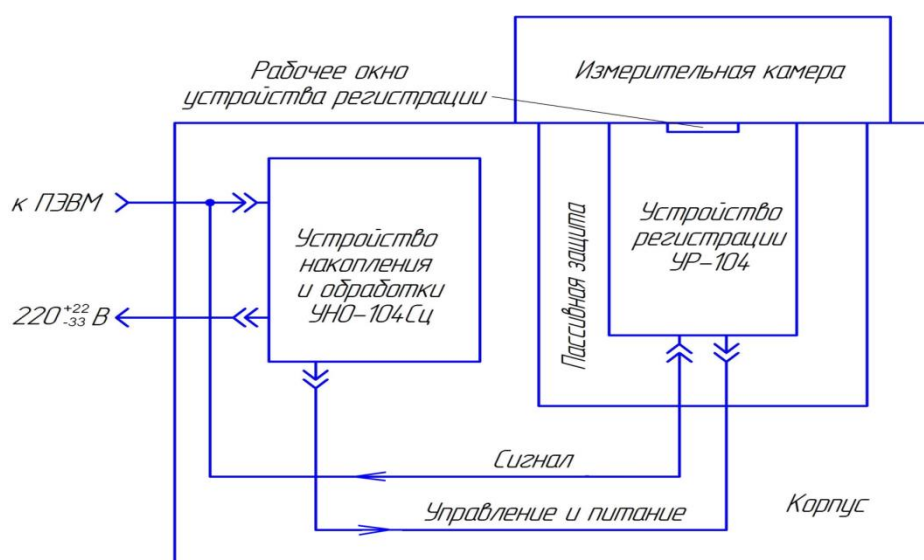


Рис. 3. Структурная схема устройства детектирования

Радиометр-спектрометр работает следующим образом. При возникновении подозрения о возможном наличии подкожного загрязнения кистей рук радионуклидами работник, в отношении которого возникло такое подозрение, моет и сушит кисти рук, надевает на кисть руки чистую одноразовую полиэтиленовую перчатку и помещает кисть руки в измерительную камеру устройства детектирования таким образом, чтобы место предполагаемого подкожного загрязнения находилось непосредственно над рабочим окном устройства регистрации. Далее оператор запускает цикл измерения.

В процессе измерения энергия фотонов источника излучения преобразуется в устройстве регистрации в импульсы напряжения с амплитудой, пропорциональной энергии фотона.

Импульсы напряжения с выхода устройства регистрации подаются в ПЭВМ на вход процессора импульсных сигналов SBS-79, в котором происходит преобразование амплитуд импульсов в цифровую форму и получение амплитудного распределения.

Информация об амплитудном распределении импульсов при помощи установленного на ПЭВМ программного обеспечения представляется в виде энергетического спектра. По интенсивности и характеру расположения линий в энергетическом спектре программное обеспечение делает вывод о наличии или отсутствии подкожного загрязнения.

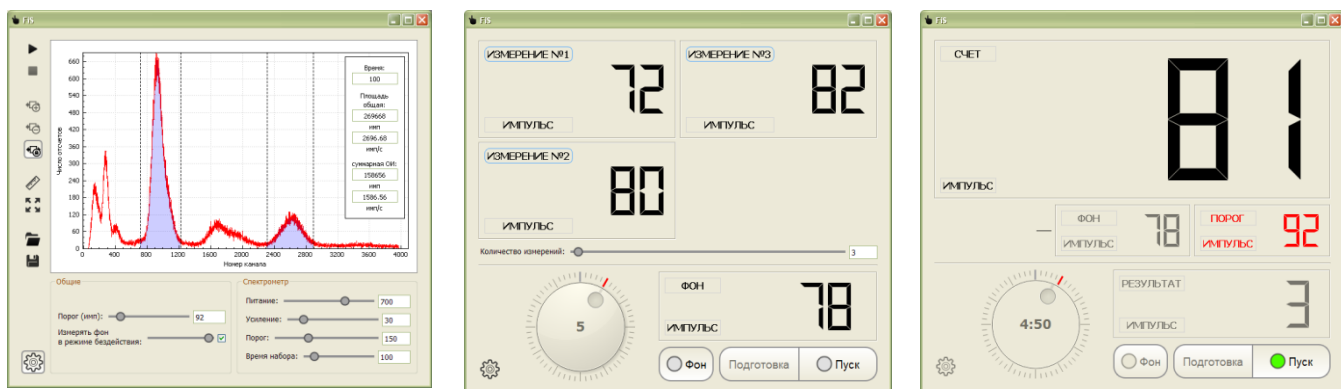
Программное обеспечение радиометра-спектрометра может работать в одном из трех режимов: в режиме настройки, режиме измерения фона и в рабочем режиме, являющемся основным.

В режиме настройки оператор устанавливает в измерительную камеру калибровочный источник ионизирующего излучения, производит набор спектра и по данному спектру выбирает энергетические области, в которых будет производиться в дальнейшем регистрация фотонного излучения.

В режиме измерения фона несколько раз подряд производится регистрация фонового фотонного излучения в заданных энергетических областях, определяется средняя величина фонового уровня и его среднее квадратическое отклонение.

В рабочем режиме в течение заданного времени производится измерение фотонного излучения от кисти руки работника, и по величине превышения зарегистрированным фотонным излучением фонового уровня делается вывод о наличии или отсутствии подкожного загрязнения радионуклидом.

Внешний вид интерфейса пользователя программного обеспечения в режимах настройки, измерения фона и рабочем режиме в соответствии с рисунком 4.



Режим настройки

Режим измерения фона

Рабочий режим

Рис. 4. Режимы работы программного обеспечения

На рисунке 5 приведены энергетические спектры, полученные в процессе предварительных испытаний радиометров-спектрометров при регистрации в течение 10 мин фотонного излучения от аэрозольных фильтров с разной активностью, содержащих аэрозольные частицы, в составе которых присутствует смесь радионуклидов ^{239}Pu и ^{241}Am .

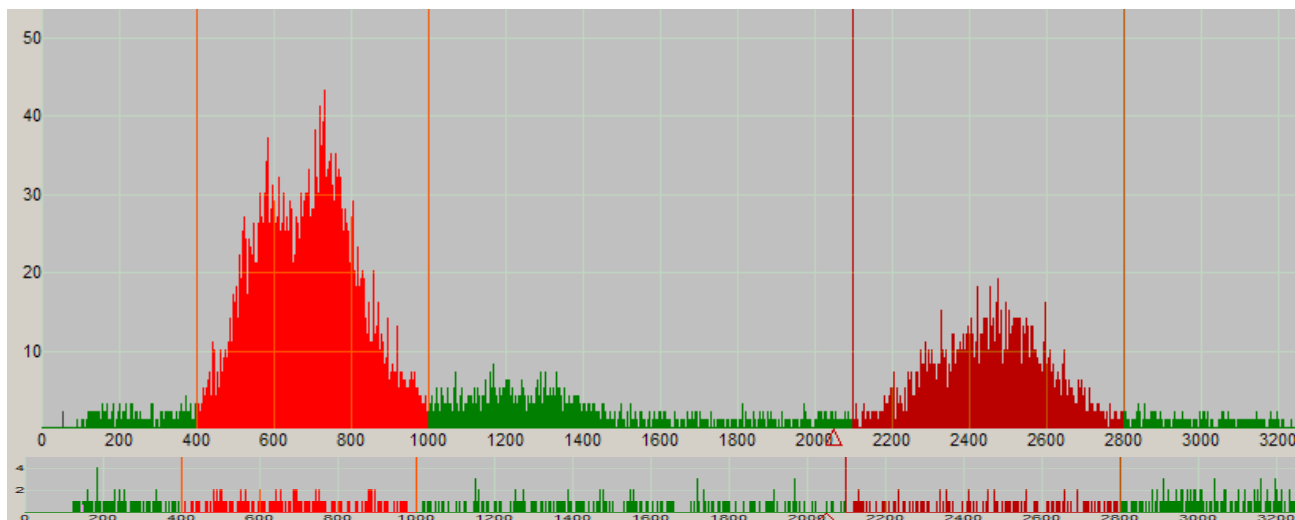


Рис. 5. Спектры от аэрозольных фильтров с активностью 1600 Бк (вверху) и 5 Бк (внизу).

В процессе испытаний установлено, что значение минимально детектируемой активности для изготовленных радиометров-спектрометров не превышает 3 Бк (для радионуклида ^{241}Am). В качестве имитаторов загрязненных тканей персонала использовались помещенные в полиэтиленовую оболочку для имитации поверхностного слоя кожи пробы загрязнения поверхности на фильтровальной бумаге,

альфа-активность которых была перед этим определена на аттестованной пересчетной установке.

После проведения испытаний радиометры-спектрометры были переданы на металлургический завод ФГУП «ПО «МАЯК» в опытную эксплуатацию.

3 Результаты опытной эксплуатации устройства для раннего обнаружения радионуклида, инкорпорированного в кисти рук персонала

В ходе опытной эксплуатации была выполнена градуировка радиометров-спектрометров с использованием источников, содержащих радионуклиды ^{239}Pu и ^{241}Am . В качестве источников использовались мишени из нержавеющей стали, на поверхность которых в аналитической лаборатории химико-металлургического завода ФГУП «ПО «Маяк» в соответствии с методикой приготовления [3] наносились радионуклиды. Источники были помещены в полиэтиленовую оболочку толщиной 100 мкм для имитации поверхностного слоя кожи. Параметры применяемых источников и результаты градуировки для одного из радиометров-спектрометров приведены в таблицах 3, 4. Градуировочные характеристики приведены на рисунке 6. Погрешность активности источников не более 5 % (обеспечивается методикой приготовления [3]).

Таблица 3

Градуировка для набора источников с радионуклидом ^{241}Am

Номер источника	Активность источника, Бк	Измеренная скорость счета, имп./мин
1	5	60
2	25	266
3	100	779
4	250	2061
5	500	4755
6	1000	8859
7	8800	115648

Таблица 4

Градуировка для набора источников с радионуклидом ^{239}Pu

Номер источника	Активность источника, Бк	Измеренная скорость счета, имп./мин
1	5	8
2	16	20
3	96	80
4	1082	1011
5	9745	8399

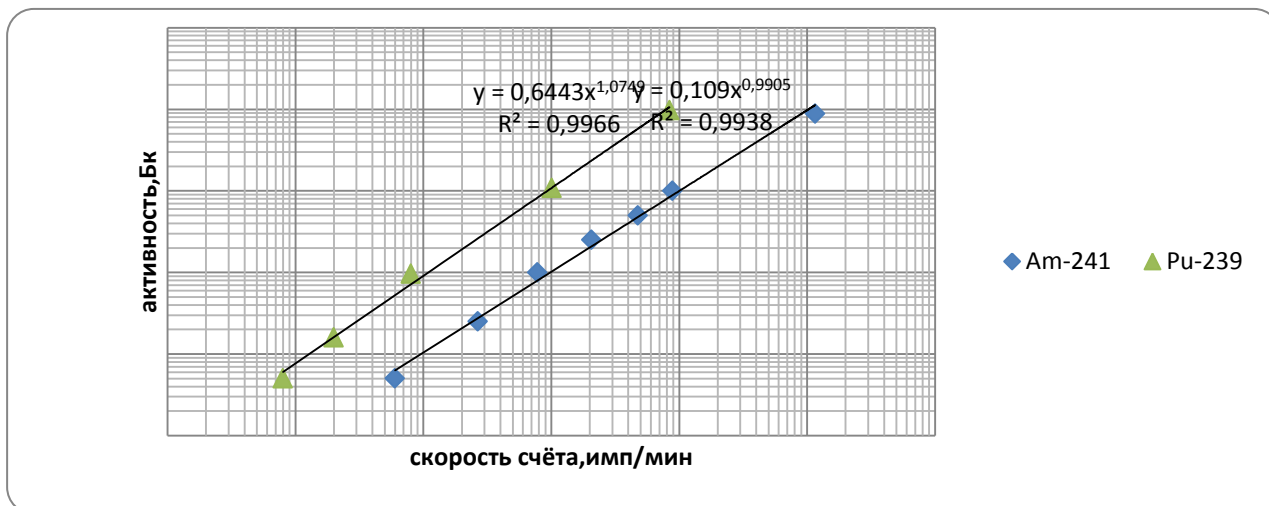


Рис. 6. Градуировочные характеристики радиометра-спектрометра по радионуклидам ^{241}Am и ^{239}Pu

В процессе опытной эксплуатации была проведена отработка режимов радиометров-спектрометров, в ходе которой определено, что при измерении источника с радионуклидом ^{241}Am или ^{239}Pu , имеющего активность 5 Бк, для превышения порогового уровня, величина которого равна сумме среднего уровня фона и утроенного среднего квадратического отклонения фона, достаточно проводить измерение в течение одной минуты.

Кроме того, был проведен ряд организационных мероприятий:

- составлен список персонала радиационно-опасного производства химико-металлургического завода для прохождения контроля на радиометрах-спектрометрах;
- данный персонал направлен нахождение периодического контроля на радиометрах-спектрометрах;
- внесены изменения в действующие инструкции по обеспечению радиационной безопасности, учитывающие наличие в службе дозиметрического контроля радиометров-спектрометров.

В целом, по итогам опытной эксплуатации было отмечено, что после начала периодического контроля на радиометрах-спектрометрах произошло повышение культуры обращения с радиоактивными материалами, о чем свидетельствует снижение инкорпорации радионуклидов в кисти рук среди контролируемого персонала. Данный эффект проявился как снижение средних и медианных величин интенсивностей регистрируемого радиометром-спектрометром сигнала от кистей рук работников от

начала к концу периода опытной эксплуатации радиометров-спектрометров, как это показано на рисунке 7.

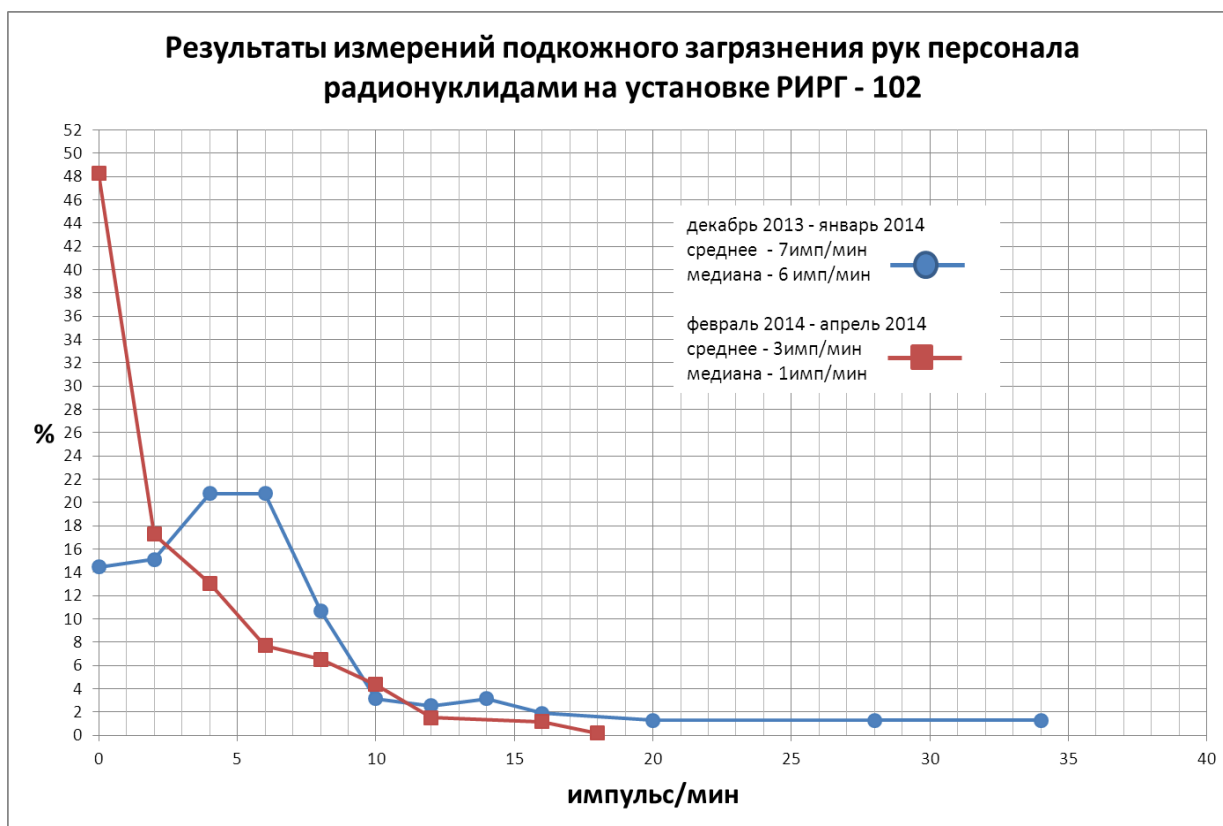


Рис. 7. Гистограммы интенсивностей сигнала, регистрируемого на одном из радиометров-спектрометров, за начальный и конечный периоды опытной эксплуатации

Определены следующие направления по усовершенствованию радиометра-спектрометра при доведении его до промышленного образца:

- увеличение площади чувствительного элемента блока детектирования (сцинтилляционного датчика) для повышения чувствительности;
- аттестация радиометра-спектрометра как средства измерения (утверждение типа);
- доработка программного обеспечения (добавление энергетической градуировки и возможности ведения базы данных результатов контроля персонала);
- разработка и аттестация методики измерений активности радионуклидов при раневых поступлениях через поврежденную кожу рук персонала.

Заключение

Разработано и введено в эксплуатацию устройство для определения наличия подкожного загрязнения кистей рук радионуклидами радиометр-спектрометр РИРГ-102.

В ходе опытной эксплуатации устройства подтверждена целесообразность его применения для раннего обнаружения радионуклидов, инкорпорированных в кожные покровы и подкожные ткани кистей рук персонала. Кроме того, выполнена градуировка устройства по наборам источников с трансураниевыми радионуклидами и проведена отработка режимов, позволившая сократить время измерения и увеличить производительность.

Повышена культура обращения с радиоактивными материалами.

Определены направления по усовершенствованию устройства при последующих реализациях.

Литература

- 1 **Исаков А.П. и др.** Спектрометр излучений человека для определений содержания плутония и америция в некоторых органах и тканях человека/ Проблемы прикладной спектрометрии и радиометрии ППСР-2004: VIII Международное совещание. Тезисы докладов. Юрмала, Латвия, 2004.- С. 8-9.
2. **Щадилов А.Е.** Обмен плутония при поступлении через поврежденную кожу человека с учетом влияния ДТПА-терапии/ Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата биологических наук. ЮУрИБФ. Москва, 2010. С.14.
3. И.ЦЗЛ.МИ.140.1-2012. Методика приготовления источников для измерения активности и энергетического спектра альфа - излучения прямым нанесением раствора на подложку или электролитическим осаждением из растворов.

ПЕРСПЕКТИВЫ СНИЖЕНИЯ ДИНАМИКИ НАПОПЛЕНИЯ ЖИДКИХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ НА АЭС

Акимов А.М., Котельникова С.А.

Севастопольский институт ядерной энергии и промышленности, Севастополь, E-mail: cvetlana.83@inbox.ru

Рассматриваются источники образования ЖРО на АЭС Украины с реакторами ВВЭР-1000 и на АЭС с реакторами PWR Германии (АЭС Эмсланд) и перспективные направления очистки низкоактивных солевых растворов.

Жидкие радиоактивные отходы (ЖРО) на АЭС образуются в результате переработки радиоактивных вод первого контура на установках спецводоочистки (СВО).

К ЖРО на АЭС относятся:

- регенерационные воды систем спецводоочистки;
- отработанные дезрастворы;
- отработанные растворы химпромывок парогенераторов и технического обслуживания оборудования реакторного отделения;
- воды спецпрачечной;
- ионообменные смолы систем СВО и блочной обессоливающей установки.

Вышеперечисленные ЖРО сбрасываются в спецканализацию (кроме ионообменных смол), образуя трапные воды.

В таблице 1 приведен объем образования трапных вод и кубового остатка на один блок АЭС Эмсланд и ВВЭР.

Таблица 1

Образование трапных вод и кубового остатка

Один энергоблок	Электрическая мощность энергоблока, МВт	Годовое образование трапных вод, м ³	Годовое образование кубового остатка ЖРО, м ³	Образование кубового остатка ЖРО на мегаватт установленной мощности, м ³
АЭС Эмсланд (PWR)	1400	5500	10	0,007
ЗАЭС (3 блок) (ВВЭР)	1000	12100	160	0,2

Разница в объемах образующихся ЖРО на АЭС Украины и АЭС Германии объясняется особенностями организации водно-химического режима первого контура. На АЭС Украины применяются регенерируемые иониты, а их взрыхляющие, регенерационные, отмывочные воды являются прямыми жидкими радиоактивными отходами. На АЭС Эмсланд используются не регенерируемые иониты [1].

Баланс расхода химических реагентов (без борной кислоты) на один энергоблок за 2012 год представлен в таблице 2 [2].

Образовавшиеся ЖРО по системе спецканализации направляются в прямки трапных вод. Солесодержание не переработанных трапных вод составляет в среднем 5 г/л. Пройдя ряд технологических процессов на установке СВО-3 (система переработки трапных вод), освободившийся частично от водной фазы концентрат с солесодержанием ~400 г/л направляется в емкости хранилища жидких отходов (ХЖО). После ХЖО жидкие радиоактивные отходы методом ступенчатого упаривания на установке УГУ-500-1 перерабатываются в солевой плав, который заливается в специальные металлические контейнеры КРО-200. Контейнеры направляются в специальное хранилище для временного хранения (30 лет).

Таблица 2

**Баланс расхода химических реагентов на один энергоблок за 2012 год
(без борной кислоты)**

Реагенты	На один энергоблок АЭС (ВВЭР-1000)		На один энергоблок АЭС Эмсланд	
	Количество затраченных хим. реагентов, т	Количество реагентов в ЖРО (кубовом остатке), т	Количество затраченных химических реагентов, т	Количество реагентов в ЖРО (кубовом остатке), т
Гидроокись натрия (NaOH)	11,59	11,01	0,5	0,5
Гидроокись калия (KOH)	1,17	1,05		
Кислота азотная (HNO ₃)	7,82	6,62		
Аммиак (NH ₃)	1,905	0,1		
Гидразин (N ₂ H ₂)	1,240	–	0,004	0,004
Гидроксид лития (LiOH)	–	–	0,002	0,002
Водород газообразный H ₂	–	–	0,1163 – 6600 л (200 бар)	
Дезактивационное	2	2	2	2

средство (ПАВ и т.д.)				
Серная кислота (H ₂ SO ₄)	2	1,9	1,1	1,0
Σ	27,725	22,68	3,722	3,506

Образующийся солевой плав согласно номенклатуре РАО считается ЖРО. В дальнейшем солевой плав должен быть извлечен из контейнеров и переработан в отходы, подлежащие постоянному хранению.

Отработанной технологии переработки солевого плава на сегодняшний день в атомной энергетике нет. Происходит постепенное заполнение хранилищ твердых радиоактивных отходов (ХТРО), при этом запасы свободных объемов для хранения контейнеров исчерпываются [2].

Вопросам сокращения объемов ЖРО, поиску перспективных технологий и модернизации систем обращения с РАО во всем мире уделяется большое внимание. Рассмотрим наиболее перспективные направления (схемы) переработки ЖРО.

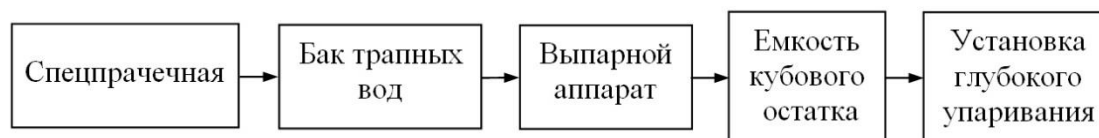
Специалисты Германии, России и Украины начинают менять идеологию переработки ЖРО.

Предлагается отказаться от концентрирования ЖРО, т.к. концентрирование ведет к увеличению удельной активности.

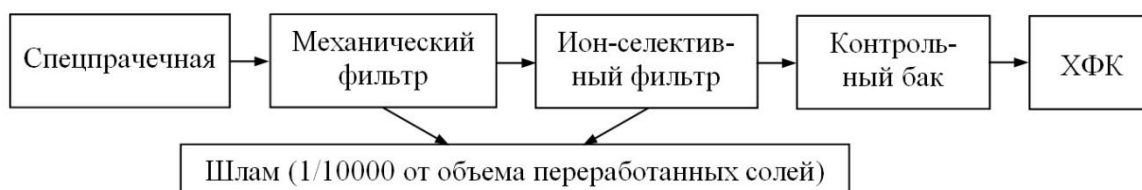
Перспективным является направление очистки низкоактивных солевых растворов, очистка которых от радионуклидов позволит, как минимум на 50% снизить солесодержание ЖРО, предназначенных для спецобработки и захоронения в дорогостоящих ХТРО [1].

Отработавшие воды спецпрачечной

Существующая схема переработки:



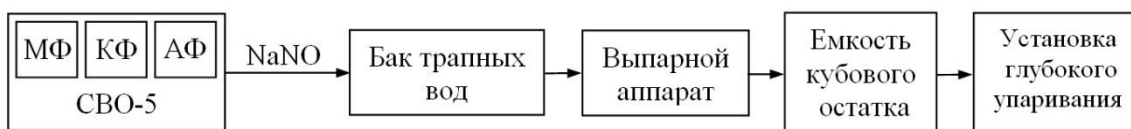
Перспективная схема переработки:



Регенерационные воды СВО-5

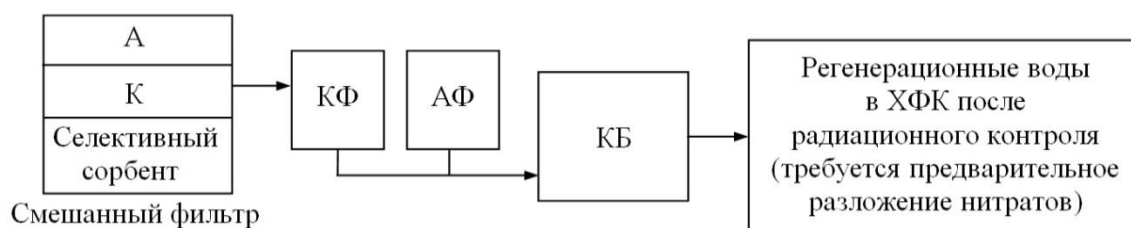
Низкоактивные или неактивные регенерационные воды СВО-5 сбрасываются в спецкорпус (СК) и вносят до 50% вклада в солевой состав кубового остатка (КО) в основном в виде нитрата натрия.

Существующая схема переработки:

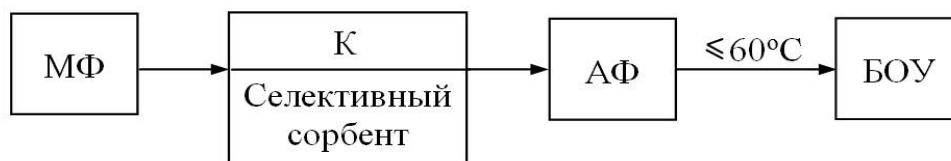


Перспективная схема переработки:

Вариант I. Смешанный фильтр работает в режиме «вечной колонны» и не пропускает радиоизотопы на катионитовый (КФ) и анионитный (АФ) фильтры.



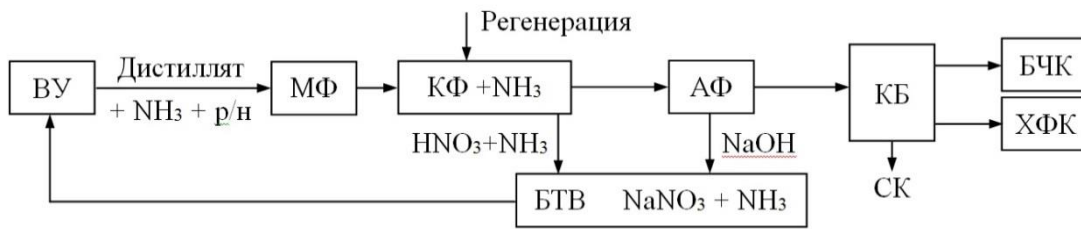
Вариант II (очистка только от радионуклидов без регенераций)



Регенерационные воды ионообменных фильтров СВО-3

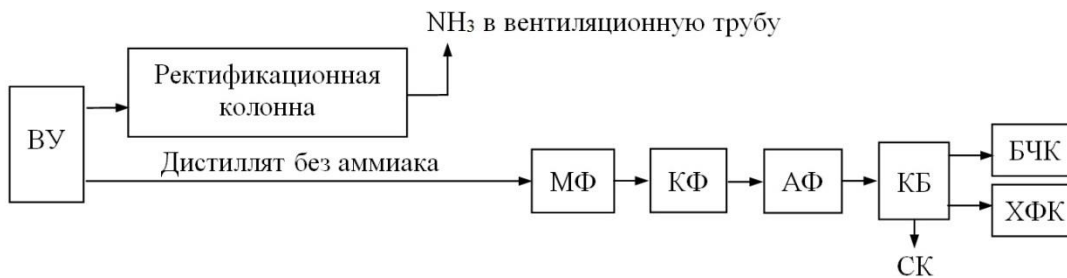
Из-за многопланового использования в технологиях аммиака идет его накопление в трапных водах, что приводит к неоправданно высокому расходу регенерационных растворов и образованию большого количества низкоактивных солевых отходов, в основном в виде нитрата натрия.

Существующая схема переработки:

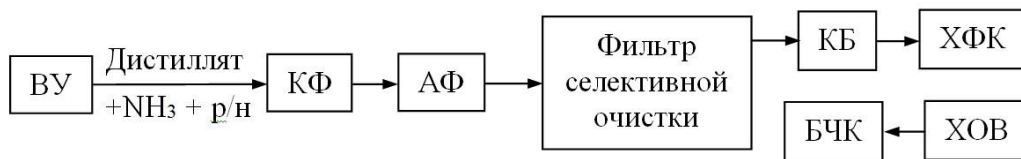


Перспективная схема переработки:

Вариант I



Вариант II



Дистиллят, очищенный от радионуклидов, выводится из реакторного отделения (РО), в РО подается химически обессоленная вода вместо чистого конденсата.

Регенерационные воды блочной обессоливающей установки

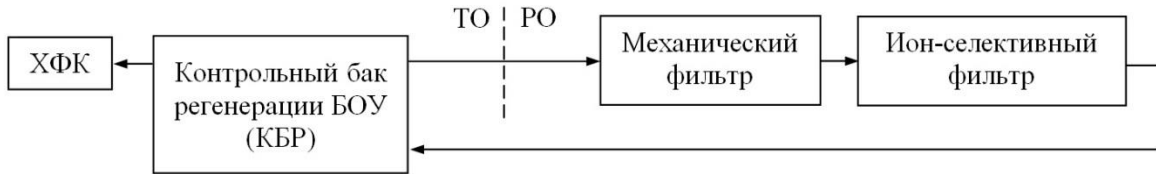
Конструкторской документацией допускается протечка в парогенераторе воды первого контура во второй, что неизбежно приводит к загрязнению ионитов блочной обессоливающей установки (БОУ) радионуклидами (в основном Cs-137, Cs-134, Co-60, J-131).

Проектом предусмотрена переработка загрязненных радионуклидами регенерационных вод БОУ на выпарных аппаратах СВО-3, что приводит к значительному накоплению солей в ЖРО реакторного отделения. Отработавшая ионообменная смола, загрязненная радионуклидами, также в соответствии с проектом утилизируется в емкостях низкоактивных сорбентов РО.

Существующая схема:



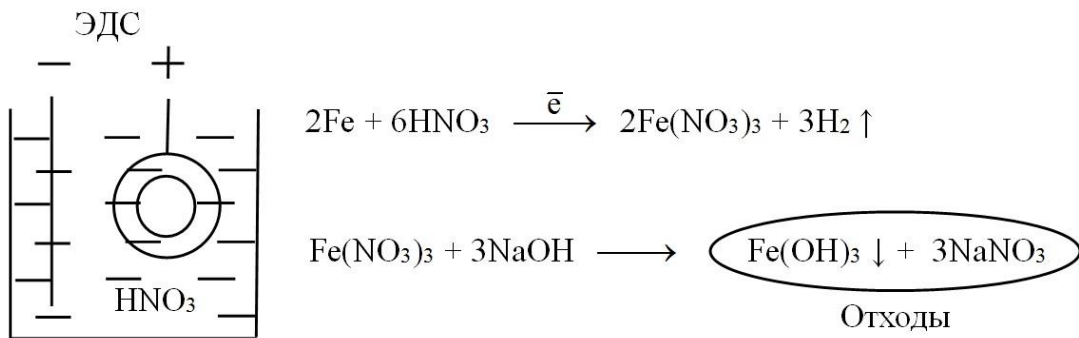
Перспективная схема:



Электрохимическая дезактивация

Электрохимическая дезактивация касается ванного способа дезактивации фрагментированного оборудования при снятии блоков с эксплуатации.

Внедряемая схема электрохимической дезактивации:



Перспективная схема (используется на АЭС «Гундрименген» в Германии):



Таким образом, ЖРО практически не образуются, отходы только в виде порошка оксида железа.

Из вышесказанного следует:

1. Вопрос переработки солевого плава на сегодняшний день в атомной отрасли не решен. Хранилища ТРО АЭС заполнены до 70% объема.

2. Наиболее перспективным направлением очистки низкоактивных солевых растворов (ЖРО на стадии образования) является извлечение радионуклидов с помощью ион-селективных фильтров, что приведет к снижению динамики их накопления.

Литература

1. Материалы 8 Международной научно-технической конференции «Водно-химический режим АЭС», г. Москва (23-25 октября 2012 г.). – М.: 2012. – 185 с.

2. Материалы заседания совета специалистов-химиков ГП НАЭК «Энергоатом», г. Одесса (22-24 мая 2012 г.). – Одесса, 2012. – 163 с.

ПРОБЛЕМА НОРМИРОВАНИЯ РАДОНА В РФ

Афанасьев А. В., Тарасов Е. В.

Севастопольский университет ядерной энергии и промышленности
г. Севастополь.

Известно, что проблема облучения населения за счёт радона является общемировой проблемой. Радон и продукты его распада, находящиеся в воздухе жилых помещений составляют наибольшую долю в облучении населения. По данным Научного комитета ООН по действию атомной радиации причиной около 20% всех заболеваний раком легких может быть воздействие на организм радона и продуктов его распада [1]. Заболеваемость населения раком лёгких устойчиво занимает первые места в структуре онкологических заболеваний.

Существенный вклад в статистику онкологических заболеваний даёт радон и в Российской Федерации

Риск возникновения рака лёгкого индуцированного радоном в РФ. 2				
Облучаемая группа лиц	Пожизненный риск		Ожидаемая заболеваемость на 100 тыс. населения	
	Мужчин	Женщин	Мужчин	Женщин
Население РФ в целом	0,0076	0,0016	12,7	2,2
Население в жилищах с ЭРОА >100 Бк/м ³	0,040	0,0088	66,7	12,1
Население в жилищах с ЭРОА >200 Бк/м ³	0,069	0,016	115,3	21,6

Одним из путей решения радоновой проблемы является всеобъемлющий и постоянный мониторинг радона в жилищах. Государству такой мониторинг выполнить не под силу, по этому, по примеру США предлагается осуществление мониторинга

самим населением. Для этой цели должны быть разработаны и выданы, либо проданы населению недорогие, простые мониторы радоновой опасности. Эти мониторы должны показывать понятные для населения величины и нормы на них.

Обращает на себя внимание, что оценка содержания радона в настоящее время в РФ осуществляется по величине *эквивалентной равновесной объёмной активности* дочерних изотопов радона – 222 и радона -220 (ЭРОА), которая нормируется основным руководящим документом по вопросам обеспечения радиационной безопасности в РФ - НРБ_99/2009.

В этом документе ЭРОА определяется, как «взвешенная сумма объёмных активностей короткоживущих дочерних продуктов изотопов радона».

Более полное определение ЭРОА дано в Методических указаниях «Оценка индивидуальных эффективных доз облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения МУ 2.6.1.1088-02»

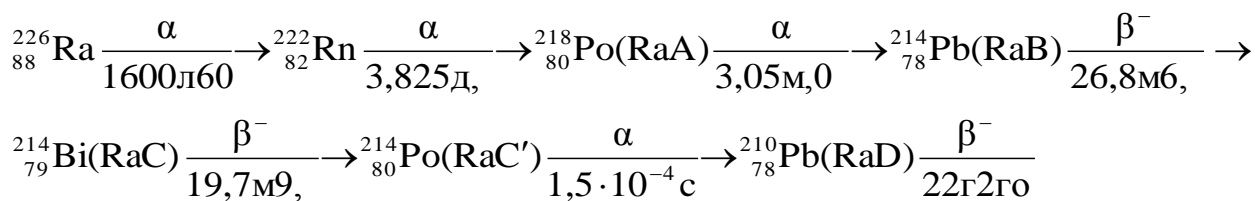
Взвешенная сумма объёмных активностей смеси ДПР и ДПТ в воздухе, создает такую же эффективную дозу внутреннего облучения, что и смесь ДПР и ДПТ, находящихся в радиоактивном равновесии с материнскими радионуклидами Rn^{222} и Rn^{220} .

«При проектировании новых зданий жилищного и общественного назначения должно быть предусмотрено, чтобы среднегодовая эквивалентная равновесная объёмная активность дочерних продуктов радона и торона в воздухе помещений $ЭРОARn + 4,64ЭРОATn$ не превышала 100 Бк/м³, а мощность эффективной дозы гамма-излучения не превышала мощность дозы на открытой местности более чем на 0,2 мкЗв/ч» (ст. 5.3.2).

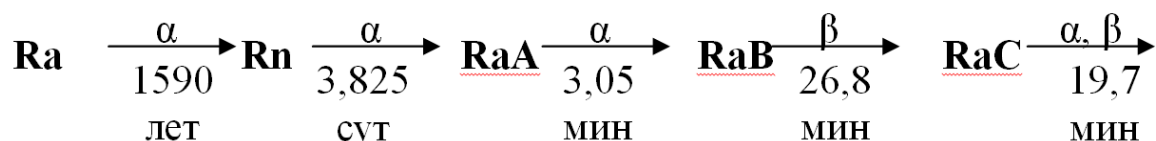
Такое нормирование достаточно жёстко и универсально. Оно годится как для жилых помещений, так и производств, связанных с добычей урана. Тем не менее, оно не позволяет наладить постоянный мониторинг радоновой опасности в жилых помещениях и не полностью совпадает с требованиями международных документов и принципами нормирования радоновой опасности в большинстве других стран.

Рассмотрим этот вопрос подробнее:

Радон - это радиоактивный газ, является дочерним продуктом распада радия с атомной массой 222, порядковым номером 86. ^{222}Rn - α - излучатель, $E(\text{энергия } \alpha\text{-излучения}) = 5,48 \text{ МэВ}$, период полураспада 3,82 суток.

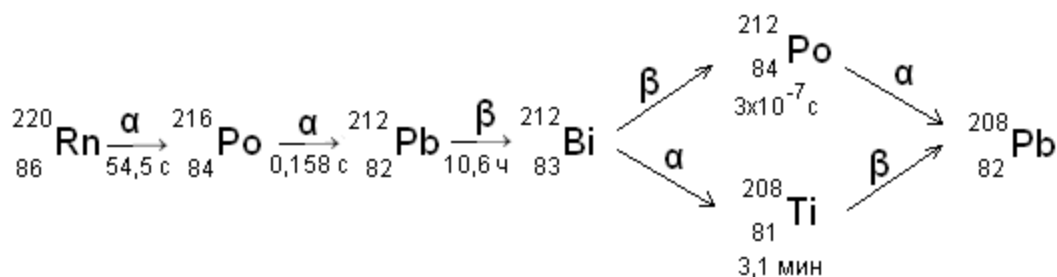


Для расчетов накопления радона и ДПР в помещении и воздействия его на человека можно рассматривать упрощенную цепочку, состоящую из пяти элементов:

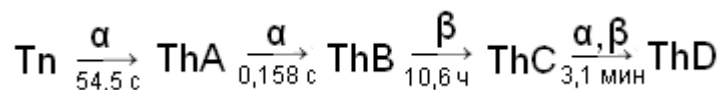


Обращает на себя внимание, что RaA- является альфа-излучателем, RaB – бета-излучателем, а RaC можно рассматривать как альфа- и бета-излучатель.

Однако в некоторых случаях существенный вклад в дозу даёт также изотоп радона-220. Он является членом радиоактивного семейства тория и в отличие от радона-222, который называют собственно радоном, его называют тороном. Его цепочка распада выглядит следующим образом:



или в старой номенклатуре:



Тем не менее, считается, что в большинстве случаев в жилых помещениях вклад торона незначителен (в 20 раз меньше вклада радона) и мониторинг радоновой опасности осуществляют по газообразному радону совместно с газообразным тороном. Это повысит консервативность оценки.

На кафедре дозиметрии разработали физическую и математическую модели накопления радона в помещении. Эта модель показана на рисунке 2. На этом рисунке

распад радона моделируется расположенными друг под другом баками с водой, в днище которых имеются отверстия. Количество воды в баках (высота уровня) соответствует количеству атомов того или иного радионуклида в единице объёма помещения. Площадь отверстия соответствует постоянной его распада. Расход воды в вытекающей струе – активности нуклида. Кроме того, предусмотрена откачка воды за счёт вентиляции или фильтрации (последней у радона нет, поскольку он газ).

Модель позволяет рассчитывать активности членов цепочки распада радона в различных уровнях.

Во время распада в герметичном помещении между радоном и его ДПР, наступает так называемое «вековое равновесие» (называют просто равновесием).

При наличии в помещении вентиляции или фильтр-вентиляционной установки равновесие нарушается и при постоянной скорости вентиляции (n_w обмен/час) или фильтрования (n_f обмен/час) устанавливается новое – подвижное равновесие. Теперь соотношение активностей зависит от величин скорости вентиляции и фильтрования (n_w и n_f). Даже при однократном обмене воздуха в час за счёт вентиляции (по сути дела – открытая форточка) дозовая нагрузка от радона и ДПР уменьшается на два порядка, а при десятикратном – почти на пять порядков. Очистка на фильтре менее эффективна и даёт снижение на порядок лишь при десятикратном обмене.

Из приведенной модели следует, что при отсутствии вентиляции и очистки воздуха на фильтрах объёмные активности радона и всех ДПР равны между собой. В замкнутом помещении равновесие наступает практически через 3 часа. В различных условиях обычно наблюдается сдвиг равновесия в сторону преобладания атомов RaA, что обусловлено уносом атомов RaB и RaC из-за вентиляции и других причин, вызывающих движение цепочки.

Степень сдвига равновесия определяется коэффициентом равновесия - отношением эквивалентной концентрации и концентрации газообразного радона.

Как уже было отмечено, единственным надёжным способом выявления радоновой опасности в помещениях является непосредственное измерение объёмной активности (ОА) радона или продуктов его распада. Результаты измерений сравниваются с нормируемыми величинами – в данном случае – со значениями ЭРОА радона и торона.

При этом для определения ЭРОА приходится производить прокачку воздушной смеси через фильтр, затем неоднократно обсчитывать фильтр, и затем определять ЭРОА путём расчёта полученных данных с помощью ЭВМ.

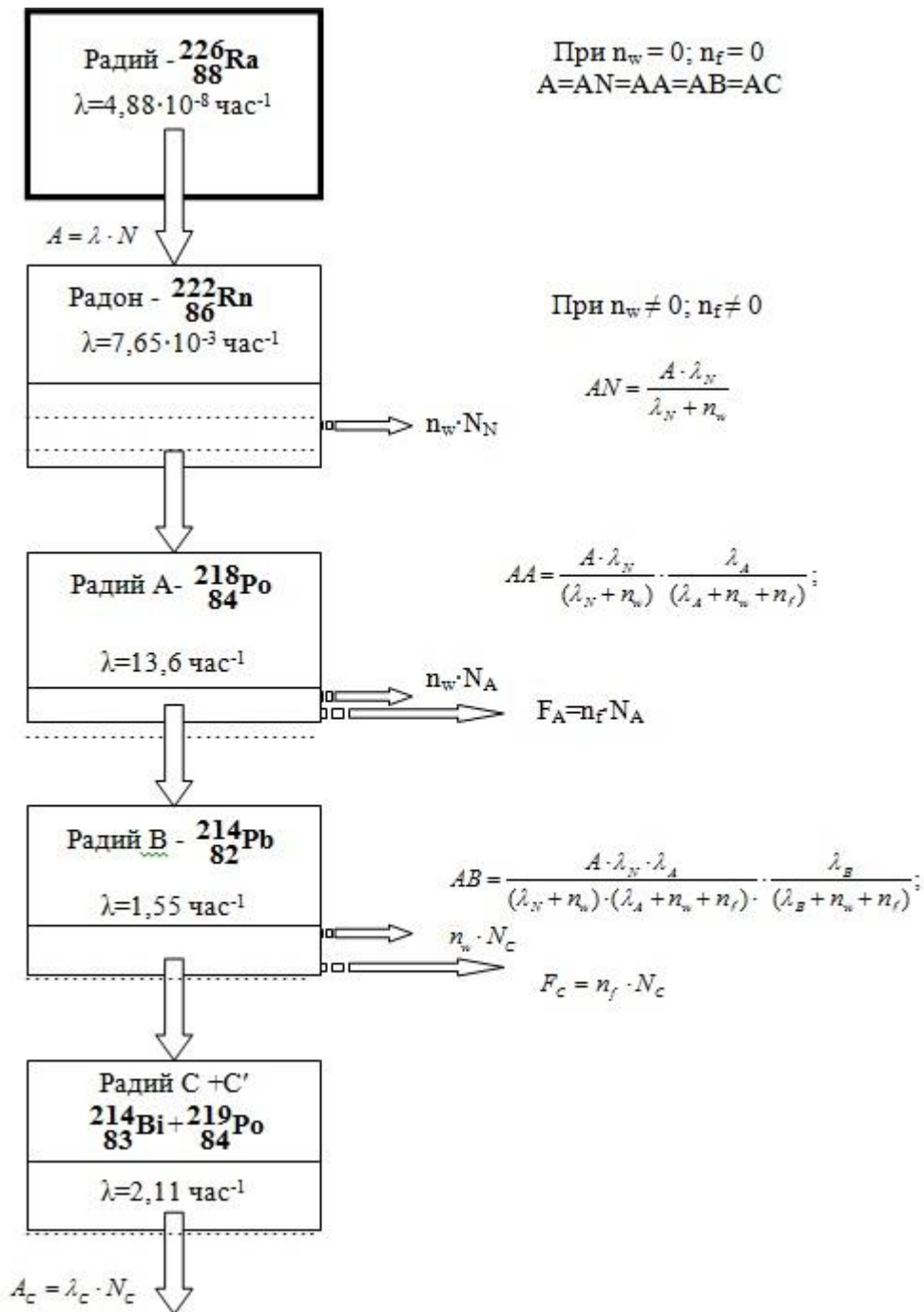


Рис. 2. Модель накопления радона

На кафедре Дозиметри СУЯЭиП отработана методика и программа для расчётов ЭРОА с помощью штатного лабораторного прибора КРК-1.

Однако этот метод, основанный на измерении ЭРОА, имеет такой существенный недостаток, как прерывистость измерений, а мониторить обстановку в жилом помещении необходимо непрерывно, так как непрерывно может меняться концентрация радона в помещении.

В принципе, можно непрерывно контролировать обстановку в помещении по измерениям концентрации газообразного радона, если знать коэффициент равновесия, зависящий от кратности вентиляции. Это существенно упростит мониторинг радиационной обстановки.

В связи с этим многие зарубежные страны стали нормировать радиационную опасность в жилых помещениях по концентрации газообразного радона, как это рекомендуется в Публикациях МКРЗ №65 и №103.

Принципы нормирования радоновой опасности в различных странах и рекомендации МКРЗ-65 показаны в табл. 2. В ней введены следующие понятия:

Уровень вмешательства – уровень предотвращаемой дозы облучения, при превышении которой необходимо применение контрмер.

Уровень действия – величина, производная от уровней вмешательства, которая выражается в терминах таких показателей радиационной обстановки, которые могут быть измерены, например: объемная активность радионуклидов в воздухе.

Таблица 2

Уровни действий для радона в разных странах

Страна	Уровни действий для существующих зданий Бк·м ⁻³		Уровни действий для строящихся зданий Бк·м ⁻³	
	ОА	ЭРОА	ОА	ЭРОА
США	150	60		
Великобритания	200	80	200	80
Чехия	250	200		100
Австрия	400	160	200	80
Бельгия	150	60		
Россия		200		100
Украина		100		50
МКРЗ - 65			200 600	(3 мЗв/год) (10мЗв/год)

Примечание: для перевода ОА в ЭРОА, коэффициент равновесия– 0,4.

Из таблицы следует, что в ряде зарубежных стран нормирование осуществляется как по ОА радона, так и по ЭРОА, причём переход между ними осуществляется просто

умножением ОА на величину коэффициента равновесия. Такой подход отвечает требованиям основополагающих международных документов.

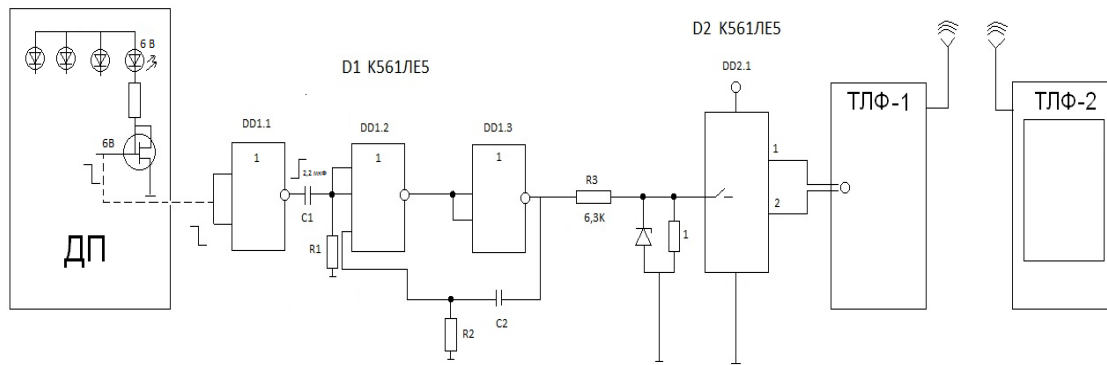
В связи с вышеизложенным авторы предлагают ввести нормирование радоновой опасности для жилых помещений через объёмную активность газообразного радона, а нормирование по ЭРОА оставить для производственных помещений ураново-энергетического комплекса. Такое нормирование позволит ввести постоянный мониторинг радоновой опасности в жилищах и сигнализацию при превышении уровней.

Ранее, на кафедре дозиметрии севастопольского университета ЯЭиП было разработано устройство передачи сигнала с радиационного датчика на мобильный телефон абонента. *(Отвлечёмся от радона и на примере γ -излучателя рассмотрим устройство дистанционного контроля).*

Устройство состоит из сигнального дозиметра, блока связи, передающего мобильного или стационарного телефона, и приемного мобильного или стационарного телефона у оператора.



Принципиальная схема преобразователя включает в себя типовые схемы таймера и ключа.



При увеличении мощности дозы гамма-излучения выше установленного сигнального уровня отрицательный сигнал с дозиметра поступает на инвертор, который изменяет полярность сигнала на положительную. Далее сигнал поступает на таймер, выполненный в виде ждущего мультивибратора. При поступлении сигнала мультивибратор опрокидывается и замыкает ключ. Через 5 с мультивибратор возвращается в исходное состояние и размыкает его. Ключ замыкает клавишу мобильного либо стационарного проводного телефона, имеющего кнопку вызова. Этот телефон выдает сигнал, который принимается мобильным либо стационарным проводным телефоном оператора. Оператор получает сигнал «ТРЕВОГА» на дисплей мобильного, или звуковой сигнал на стационарный проводной телефон).

Изготовлен и испытан действующий макет устройства с использованием сотовой связи.

Выводы

Вернёмся к проблеме нормирования радона: предлагаемые изменения в нормировании радона целесообразно ввести при очередной корректуре НРБ-99/2009.

Авторы обращались с таким предложением в 2013 году в Минздрав Украины, когда собирались предложения по корректуре НРБУ-97. Ответа не получено.

Литература

1. Ионизирующее излучение: источники и биологические эффекты. Доклад НКДАР Генеральной Ассамблее ООН. Т.1–2, Нью-Йорк, 1982.
2. Жуковский М.В., Ярошенко И.В. Современные подходы к нормированию облучения радоном: анализ последствий их применения с России. АНРИ №4 2011г.
3. Нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009). М. Энергоатом издат, 2009.
4. Защита от радона – 222 в жилых зданиях и на рабочих местах. Публикация №65 МКРЗ. М.: Энергоатомиздат, 1995.
5. Публикация №103 МКРЗ. М.: Энергоатомиздат, 2008.

6. Севальнев А.И. , Костенецкий М.И. , Торгун В.П. , Куцак А.В. Учебное пособие - Запорожье , 2009 - 88 с .

7. Оценка индивидуальных эффективных доз облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения

Методические Указания

МУ 2.6.1.1088-02

8. Грачёв Н.Н. Радиоактивный газ Радон.

http://grachev.distudy.ru/Uch_kurs/sredstva/Templ_2/templ_2_2.htm

9. Афанасьев А.В., Тарасов Е.В. О возможности использования существующих сетей мобильной связи для дистанционного внешнего контроля РО. Сб. тр. СНУЯЭ и П №4(48), Севастополь 2013 с.129.

Приложение (дополнительные материалы)

(²¹⁸Po (RaA); -полоний

²¹⁴Pb (RaB); -свинец

²¹⁴Bi (RaC); -висмут

²¹²Pb (ThB); свинец

²¹²Bi (ThC) -висмут

соответственно:

(ЭРОА)_{Rn} = 0,10A_{RaA} + 0,52A_{RaB} + 0,38A_{RaC}

(ЭРОА)_{Tn} = 0,91A_{ThB} + 0,09A_{ThC}

где А - объемные активности дочерних продуктов изотопов радона»

Облучение персонала радоном(20 мЗв/год)

Для персонала группы А значения ППП и ДОА дочерних

продуктов изотопов радона (²²²Rn и ²²⁰Rn) - ²¹⁸Po (RaA);

²¹⁴Pb (RaB); ²¹⁴Bi (RaC); ²¹²Pb (ThB); ²¹²Bi (ThC) в единицах

эквивалентной равновесной активности составляют:

ППП: 0,10 П_{RaA} + 0,52 П_{RaB} + 0,38 П_{RaC} = 3,0 МБк

0,91 П_{ThB} + 0,09 П_{ThC} = 0,68 МБк

ДОА: 0,10 А_{RaA} + 0,52 А_{RaB} + 0,38 А_{RaC} = 1200 Бк/куб. м

0,91 А_{ThB} + 0,09 А_{ThC} = 270 Бк/куб. м,

где П_i и А_i - годовые поступления и среднегодовые объемные активности в зоне дыхания соответствующих дочерних продуктов изотопов радона.

АНАЛИЗ МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОНЦИЯ-90 И ЦЕЗИЯ-137 В ПОЧВЕ

Зяц И.А., Федорова С.А.

Институт ядерной энергии и промышленности
Севастопольского государственного университета
г. Севастополь, chemist2007@ukr.net

В статье приведены основные характеристики естественных и искусственных изотопов стронция и цезия. Показано влияние ДЖН на организм человека. Описан процесс отбора проб почвы и ее пробоподготовка для радиохимического анализа. Данная статья уделяет внимание трем основным методам определения радионуклидов стронция-90 и цезия-137: осаждение, сорбция и экстракция. Каждый метод рассмотрен в отдельности.

Введение

При работе любого ядерного объекта в окружающую среду поступает значительное количество долгоживущих радионуклидов (ДЖН). Так при ядерном делении урана (рис. 1), образуется ^{90}Sr и ^{137}Cs . Время, за которое распадется лишь половина ДЖН, составляет около 30 лет [1,2].

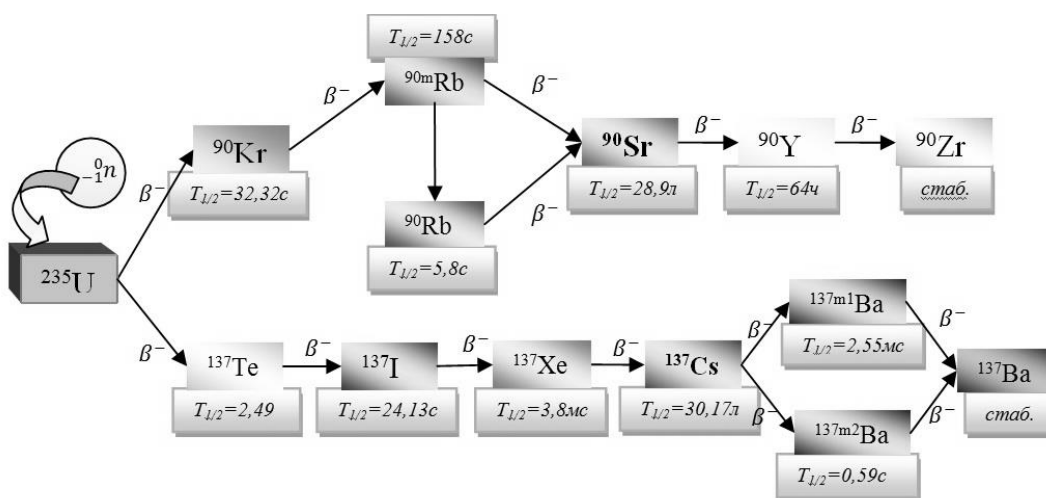


Рис. 1. Образование ^{90}Sr и ^{137}Cs из урана

Рассеиваясь в воздухе радионуклиды, осаждаются на поверхности почвы, тем самым происходит их накопление в растениях. Они способны длительное время прочно удерживаться в организме и медленно выводятся из него, внося вклад в дозу облучения населения. Цезий – представитель щелочных металлов. По химическим свойствам подобен калию, натрию. Попадая в организм цезий, заменяет данные микроэлементы, накапливаясь в печени, почках, мышцах. Стронций является аналогом

кальция, поэтому его накопление происходит в костях. Высокое содержание ^{90}Sr приводят к лейкемии [3].

1. Отбор почвы и подготовка к анализу

Отбор проб почвы чаще всего производится согласно ГОСТ Р 54041-2010, ГОСТ 17.4.4.02–84, ГОСТ 17.4.3.01–83 на ровной открытой местности [4]. ^{137}Cs и ^{90}Sr , имеют высокую подвижность в почве, поэтому, образцы радиоактивных проб почвы отбирают на определенном расстоянии от источника загрязнения [4]. Масса отобранной пробы не менее 1-2 кг [5,6].

В соответствии поставленной задачей исследования [7] взвешенные пробы почвы высушивают до воздушно-сухого состояния в сушильном шкафу при температуре 105-110°C 5-7 часов [8,9] или на воздухе [7] в течение 2-3 суток.

Методом квартования отбирают аналитическую пробу для анализа [10]. Проба отобранная таким способом представляет собой часть почвы, типичной для данной местности.

Аналитическую пробу измельчают, просеивают через сито. Для удаления органических вещества прокаливают в течении 6-8 ч в муфельной печи при 400-550°C [6,8].

Для определения стронция-90 пробу прокаливают при температуре 700-750 С, в течение 1 часа для перевода основной массы в оксидную форму [9]. Из прокаленной пробы отбирают 3 навески массой 50-200 г для радиохимического анализа [6].

2. Методы определения

В основе определения ДЖН ^{90}Sr и ^{137}Cs лежат классические аналитические методы: осаждение, сорбция и экстракция.

Метод осаждения. Навески почвы переводят в раствор. Для этой цели используют соляную [5,8] или азотную [8,9] кислоты. Если почва содержит большое количество нитратов, то применение последней кислоты недопустимо, HNO_3 препятствует полному осаждению солей стронция [11].

После процесса выщелачивания, в раствор добавляют реагенты, содержащие оксалатную $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, карбонатную CO_3^{2-} , или др. группы способные образовывать осадок с радионуклидами. Необходимо строго контролировать pH на уровне 3-4. Для созревания осадка раствор оставляют в теплом месте [8] на ночь. После, осадок отделяют от раствора и используют в дальнейшем для определения Sr, а сам раствор – для нахождения Cs.

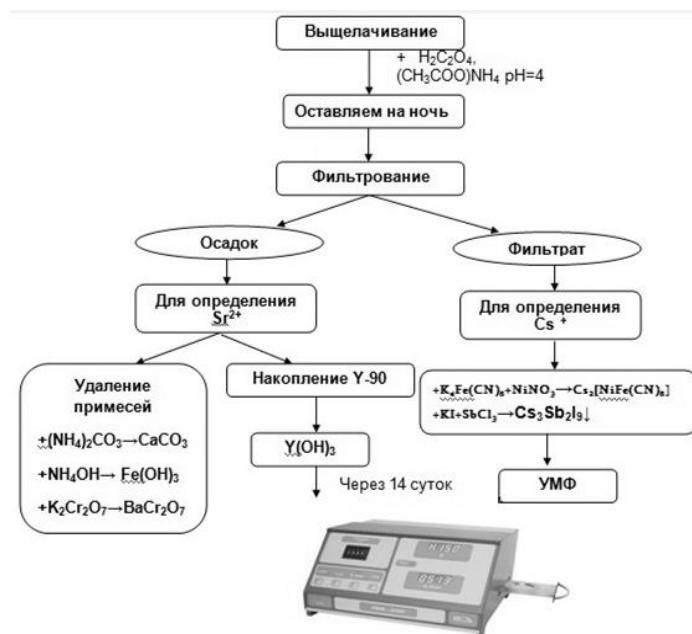


Рис. 2. Совместное определение ^{90}Sr и ^{137}Cs

При распаде ^{90}Sr образуется дочерний радионуклид с большей энергией иттрий ^{90}Y ($T_{1/2} = 2,67$ сут, $E_{\text{max}} = 2284$ кэВ) [1]. Момент достижения равновесия между стронцием и иттрием происходит через 14 суток. В процессе оксалатного осаждения (рис.2) возможно очистить Sr-90 от примесей. Кальций осаждается в виде карбонатов CaCO_3 , трехвалентное железо в виде гидроксидов $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Для удаления бария проводят хроматное осаждение BaCr_2O_7 .

Определение Cs основано на образовании стибиат йодида $\text{Cs}_3\text{Sb}_2\text{I}_9$ или висмут йодида $\text{Cs}_3\text{Bi}_2\text{I}_9$. В первом случае возможно выделить Cs в радиохимическом чистом виде из небольших по объему растворов [10].

Оценка содержания радионуклидов производят по удельной активности на малофоновой установке – УМФ.

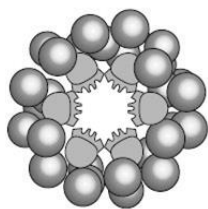
Преимущества метода осаждения заключается в возможности разделения радионуклидов друг от друга и от примесей.

Недостаток метода – время проведения анализа может достигать до 2-х недель.

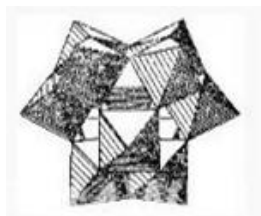
Сорбция ^{90}Sr и ^{137}Cs производится из кислых растворов. В качестве сорбентов могут выступать краун-эфиры, фосфомолибдат аммония [11], ионно-обменный материал Анфеж (рис. 3).

Краун-эфиры [12] способны захватывать и удерживать радионуклид определенного размера. Фосфомолибдат аммония сорбирует радионуклид непосредственно на поверхности кристаллов. Достаточно новый сорбент Анфеж

представляет собой композиционный неорганический ионообменный материал на основе ферроцианида железа-калия и обладает свойством избирательно извлекать цезий-137 [13].



Краун-эфир



*Фосфомолибдат
аммония*



Анфеж

Рис.3. Сорбенты применяемые для извлечения ^{90}Sr и ^{137}Cs

Для нахождения химических форм стронция и цезия применяется экстракционный метод Тессье [14]. В таблице 1 представлены различные органические и неорганические экстрагенты и их соотношение, в зависимости от формы нахождения радионуклидов.

Таблица 1.

Экстрагенты для определения форм нахождения радионуклидов

Форма нахождения радионуклида	Экстрагенты	Соотношение почва:экстрагент
Легкообменные формы	вода	1:10
Формы, связанные с оксидами железа и марганца	0,04М солянокислый-гидроксиламин в 25% уксусной кислоте	1:10
Формы, связанные с органическими веществами	30 % перекись водорода в азотной кислоте (pH=2)	1:8
Прочно связанные формы	азотная кислота	1:10

Применение данного подхода позволяет избежать явления повторной адсорбции, что возможно в предыдущем методе.

Последнее время, популярны экспресс методы – экстракционно-хроматографический с применением краун-эфиров [15]. Преимущество заключается в скорости и эффективности, что приводит к увеличению производительности.

Заключение

Особую роль в получении информации о нахождении ДЖН, относят к этапу отбора проб почвы. От правильности пробоподготовки также зависят и результаты радиохимического анализа. Для обнаружения стронция-90 и цезия-137 рассмотрены три основных метода. При выборе того или иного метода, необходимо обращать внимание на возможность определений ^{90}Sr и ^{137}Cs в присутствии других элементов. Поэтому все же наиболее актуальным остается метод осаждения.

Литература

1. **Полуэктов Н.С., Мищенко В.Т., Кононенко Л.И. и др.** Аналитическая химия стронция, М: Наука 1978.
2. **Плющев В.Е., Степин Б.Д.** Аналитическая химия рубидия и цезия – М.: Наука, 1975.
3. **Баженов В.А., Булдаков Л.А., Василенков И.Я.** Вредные химические вещества. Радиоактивные вещества – Л.: Химия, 1990.
4. ГОСТ 17.4.3.01-83 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб.
5. ГОСТ Р 54041-2010 Почвы. Метод определения стронция-90.
6. Руководство по методам контроля за радиоактивностью окружающей среды / Под ред. Соболева И.А., Беляева Е.Н. – М.: Медицина, 2002.
7. **Аринюшкина Е.В.** Руководство по химическому анализу почв. М.: МГУ, 1970.
8. **Лаврухина А.К., Малышева Т.В., Павлоцкая Ф.И.** Радиохимический анализ – М.: Академия наук СССР, 1963.
9. Методика радиохимического определения стронция-90 в пробах почвы и растительных материалов // Рослесхоз, утв. от 5.09.1994 №192
10. Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды // утв. Главным государственным санитарным врачом СССР 03.12.1979.
11. **Венедиктова Р.В., Ильинская Т.А., Чернышева Л.П.** Определение радиоактивных изотопов стронция // Сборник статей. Радиохимический анализ продуктов деления, 1960 г., с.63-67.
- 12 **Бежин Н.А., Довгий И.И., Ляпунов А.Ю.** Селективность сорбции стронция новым сорбентом на основе эндорецептора дибензо-18-краун-6 // Вісник КрНУ імені Михайла Остроградського, випуск 2 (73), 2012 г., с. 197-199.
13. **Ремез и др.** Сорбционные и хроматографические процессы, выпуск 5, том 9, 2009 г., с.627-632.
14. **Сарасенко Е.Г., Дегтярева Е.И.** Химические методы определения форм нахождения радионуклидов в почвах разных типов // Веснік МДПУ імя І. П. Шамякіна, выпуск 1 (34), 2012 г., с.37-42.
15. **Воронина А.В., Семенищев В.С., Недобух Т.А. и др.** Применение экстракционно-хроматографических смол компании Трискем для выделения стронция-

90 и свинца-210 из пробы почвы и воды // Тезисы докладов встречи пользователей TrisKem International «Использование экстракционной хроматографии в радиохимическом анализе» г. Москва, 16 мая 2013 г. с.9-12.

ГЕНЕРАТОР НЕЙТРОНОВ НГ-14 ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ ВЗРЫВЧАТЫХ ВЕЩЕСТВ

Сыромуков С.В., Степнов В.В., Добров Р.В., Сысоев В.И., Мельник А.В.
Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова»,
г. Москва, E-mail vnii4@vniia.ru

Приводится описание генератора нейтронов НГ-14 предназначенного для обнаружения взрывчатых веществ. Представлены основные параметры, конструктивные особенности и принцип действия генератора.

В связи с новыми вызовами международного терроризма в России и других странах получает развитие новое направление применения генераторов нейтронов - создание технических средств для обнаружения и идентификации опасных веществ: взрывчатых, отравляющих, ядерных материалов. Первые образцы аппаратуры уже поступают в распоряжение служб безопасности аэропортов, таможенных служб, спецслужб МВД, ФСБ и т.д.

Современные генераторы нейтронов представляют собой ускорители прямого действия, предназначенные для осуществления термоядерных реакций ${}^3\text{H}(d,n){}^4\text{He}$ или ${}^2\text{H}(d,n){}^3\text{He}$. В промышленности и научных исследованиях получили распространение генераторы с запаянными газонаполненными трубками [1, 2].

В таких устройствах, все физические процессы, включая ионизацию дейтерия и трития, ускорения ионов на мишень и образования нейтронов происходят в герметичном объеме запаянной нейтронной трубки. Это позволяет исключить попадание радиоактивного трития в атмосферу и создавать управляемые источники быстрых нейтронов, которые практически безопасны в выключенном состоянии. До недавнего времени в России не производились генераторы такого типа с потоком более 3×10^9 нейтр/с [2].

Во ВНИИА им. Н.Л. Духова [1, 3] разработан мощный и компактный генератор нейтронов НГ-14 с запаянной газонаполненной нейтронной трубкой ГНТ1-80.

Рабочая величина потока D-T или D-D нейтронов НГ-14 составляет 2×10^{10} нейтр/с или 2×10^8 нейтр/с соответственно. Питание генератора осуществляется от сети 220 В, 50-60 Гц. Потребляемая мощность составляет 600 Вт. В конструкции генератора

отсутствуют кабели высокого напряжения, что расширяет эксплуатационные возможности этого устройства.

НГ-14 отличаются относительно небольшие габариты, простота в управлении, стабильная величина потока, возможность быстрой подготовки к работе после включения его в сеть. Как и все генераторы с запаянными трубками НГ-14 практически полностью безопасен в выключенном состоянии. Все эти факторы делают НГ-14 перспективным и доступным электрофизическим источником быстрых нейтронов высокой интенсивности для решения различных практических и научных задач.

В состав НГ-14 входит устройство излучения, блок питания и управления, управляющий компьютер, устройство охлаждения. Фотография нейтронного блока и блока питания и управления генератора НГ-14 представлена на рис. 1. На рис. 2 показана запаянная нейтронная трубка ГНТ1-80, используемая в составе НГ-14.

Трубка является основным физическим устройством генератора, определяющим его характеристики. Ресурс трубки составляет 300 часов. После выработки ресурса старая трубка может быть заменена на новую на предприятии-изготовителе. Благодаря использованию в трубке ГНТ1-80 набивной мишени, величина потока не меняется в течение всего времени эксплуатации генератора.

Трубка ГНТ1-80 крепится на фланце устройства излучения, которое представляет собой контейнер цилиндрической формы, заполненный жидким диэлектриком. Источник высокого напряжения, обеспечивающий ускорение ионов изотопов водорода на мишень, находится в объеме устройства излучения. Из конструкции генератора исключены высоковольтные кабели и кабельные вводы, что позволило уменьшить его габариты и главное, расширить его эксплуатационные возможности. Например, устройство излучения можно разместить в замкнутом, ограниченном объеме в любом положении или перемещать в процессе облучения объекта. Так в установке для проверки багажа пассажиров на наличие взрывчатых веществ УВП-7101М, нейтронный блок НГ-14 размещен в узком, закрытом канале, в специальной защите, над транспортером [4]. При проведении радиобиологических исследований используемый для этих целей НГ-14 размещался на штативе над биологическими объектами [5].

Мишенная часть трубки выступает за границы нейтронного блока. Это позволяет минимизировать искажения первичного нейтронного спектра, что очень важно в некоторых приложениях [6]. Кроме того, такая конструкция позволяет размещать облучаемый образец рядом с излучающей областью мишени, там, где

плотность потока нейтронов максимальна. Размещение облучаемого объекта под углом приблизительно 90° к мишени позволяет использовать нейтроны с минимальным энергетическим разбросом [6]. Мишень имеет нулевой потенциал относительно “земли”. Корпус устройства излучения также заземлен и не представляет электрической опасности для персонала.

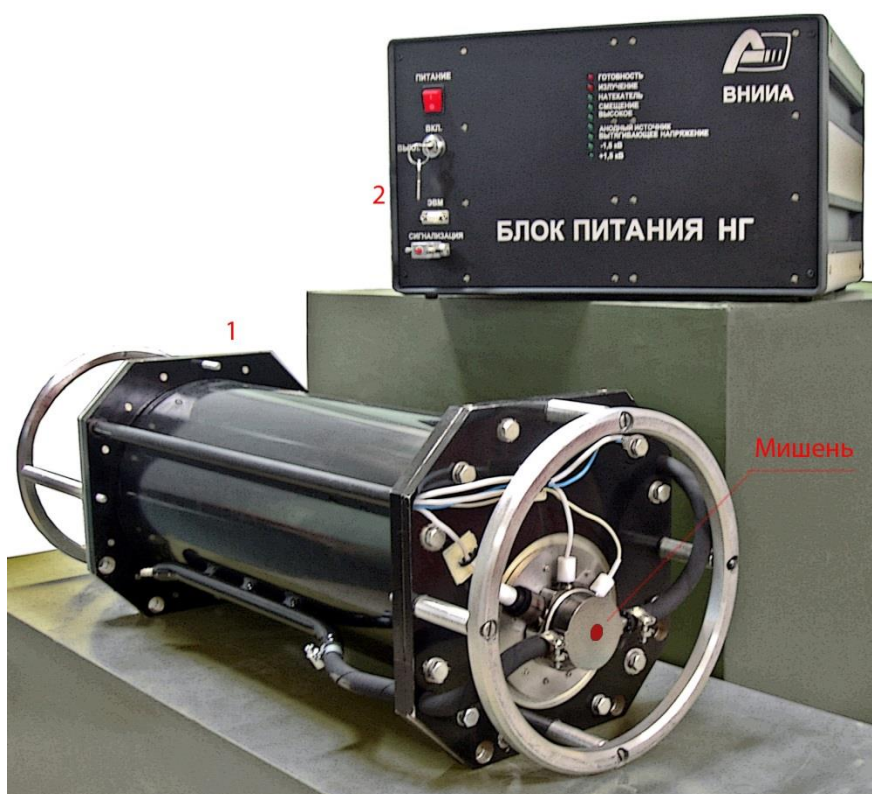


Рис. 1. Генератор нейтронов НГ-14

1 - блок трубки, 2 - блок питания и управления.



Рис. 2. Нейтронная запаянная трубка ГНТ1-80

Мишень нагревается пучком ионов. Поэтому в составе НГ-14 предусмотрено устройство охлаждения подложки мишени с оборотным замкнутым водяным контуром. Толщина водяной пленки у подложки составляет 2 мм, что не может приводить к заметным искажениям нейтронного спектра. В процессе работы охлаждается не только мишень нейтронной трубки, но и корпус устройства излучения.

Использование автономного устройства охлаждения позволяет осуществлять генерацию нейтронов в непрерывном режиме без выключения генератора. Для потребителя это означает, что он может работать круглосуточно, пока не выработает ресурс трубки. При этом величина потока будет постоянной, а нестабильность потока будет находиться в пределах 5%.

Пример размещения генератора нейтронов НГ-14 в исследовательской лаборатории показан на рис. 3. Устройства генератора показаны в масштабе.

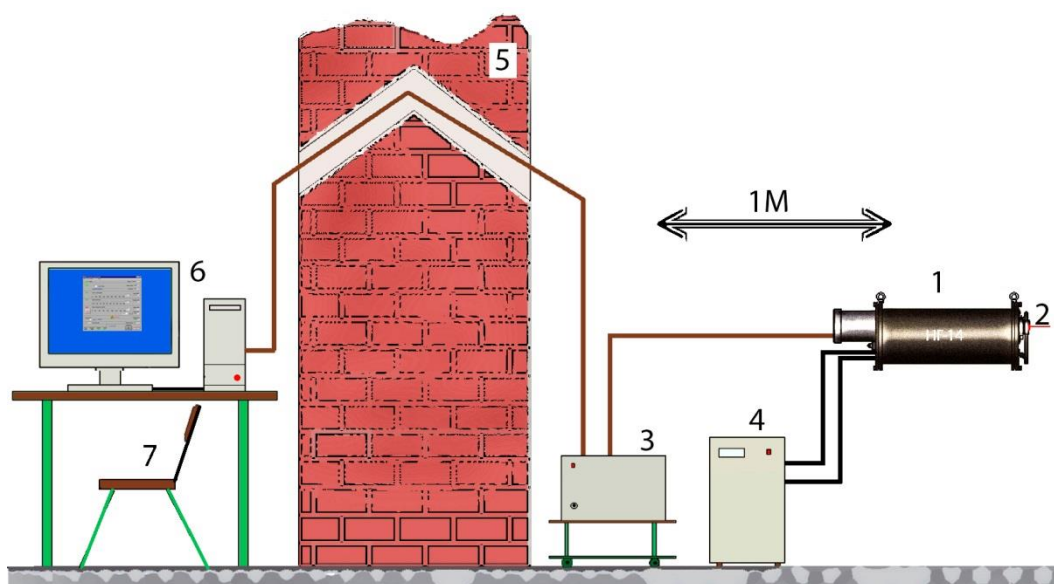


Рис. 3. Компоновка генератора нейтронов НГ-14

1 - нейтронный блок НГ-14, 2 - нейтроннообразующая мишень, 3 - блок питания и управления, 4 - устройство охлаждения, 5 - биологическая защита, 6 - управляющий компьютер, 7 - место оператора.

Управление генератором осуществляется от компьютера с помощью специальной программы с удобным интерфейсом. Возможна работа в автоматическом или в полуавтоматическом режимах. При работе в автоматическом режиме оператор задает ускоряющее напряжение, ток ионов и время облучения. После подготовки устройства к генерации нейтронов, а подготовительный этап занимает приблизительно 30 с, оператор может начать облучение. При работе НГ-14 в составе другой установки, например в составе установки для проверки багажа пассажиров УВП-7101М [5],

управление генератором может осуществляться через программу этой установки. Система управления не только реализует выполнение заданной программы, но и непрерывно контролирует наиболее важные параметры генератора. Также предусмотрены различного вида блокировки работы генератора, значительно уменьшающие влияние “человеческого фактора“ на работу НГ-14. Во время всех сеансов работы автоматически формируются подробные временные отчеты по многим параметрам генератора.

В качестве примера на рис.4 показаны временные диаграмма ускоряющего напряжения и тока ионов генератора НГ-14. Представлено три включения и выключения генератора. Время каждого сеанса облучения, в этом случае, составляло 60 с. Верхняя диаграмма показывает как изменяется во времени ускоряющее напряжение на нейтронной трубке генератора. Нижняя кривая относится к току ионов. Небольшие колебания на диаграмме тока на начальных этапах после включений генератора связаны с особенностью автоматического регулирования давления в трубке ГНТ1-80. После выключения генератора ток ионов быстро уменьшается до нуля, а ускоряющее напряжение постепенно спадает по экспоненте.

Параметры генератора НГ-14 представлены ниже.

Поток (D-T трубка)..... 2×10^{10} нейтр/с.

Поток (D-D трубка)..... 2×10^8 нейтр/с.

Состав:

- устройство излучения,
- устройство питания и управления,
- управляющий компьютер,
- устройство охлаждения.

Мишень.....заземлена.

Ресурс трубки300 часов.

Режим излучения.....постоянный.

Режим работы.....непрерывный.

Габариты (масса) устройства излучения..... 294х294х840мм (54 кг).

Габариты (масса) блока питания и управления....470х450х285(30 кг).

Габариты (масса) устройства охлаждения.....325х730х540 мм (46 кг).

Потребляемая мощность.....1800 Вт.

Питание.....сеть 50/60 Гц, 220 В.

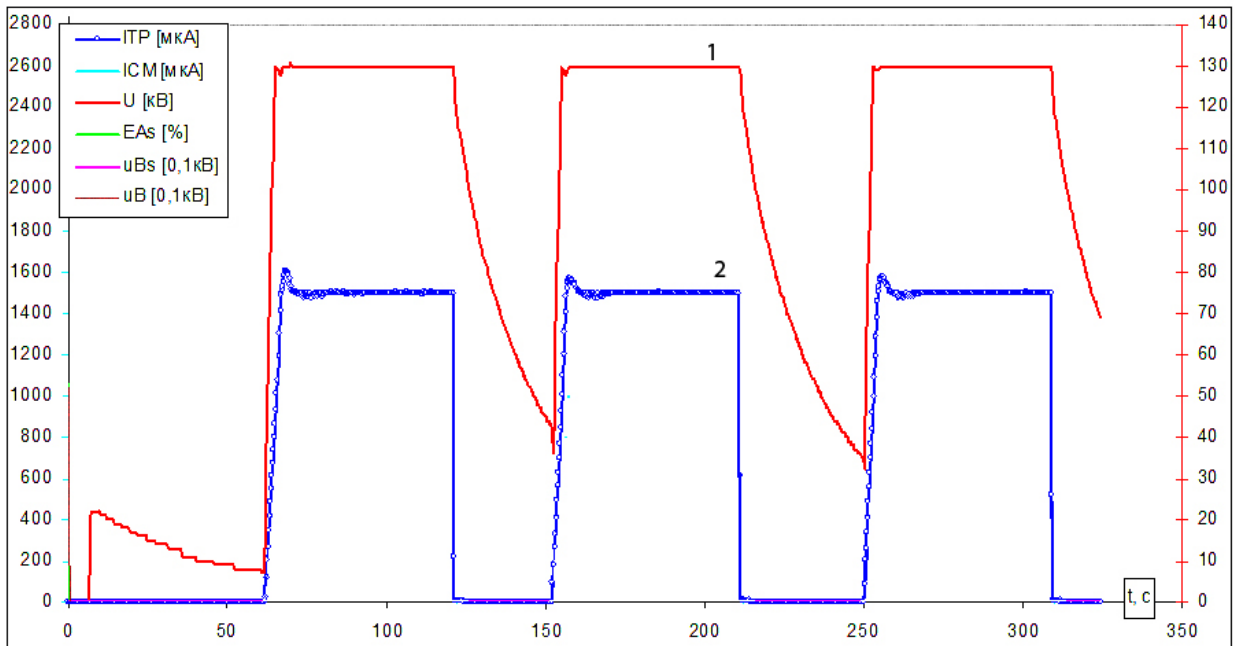


Рис. 4. Временные диаграммы ускоряющего напряжения (1) и тока ионов (2) при работе генератора нейтронов НГ-14

К настоящему времени изготовлена и находится в эксплуатации партия генераторов НГ-14 из 9 шт.

Литература

1. www.vniia.ru
2. **Бармаков Ю.Н., Боголюбов Е.П., Смирнов Г.А.** Портативные генераторы нейтронов: от создания – к современному состоянию и перспективам развития.// В материалах Международной научно-технической конференции “Портативные генераторы нейтронов и технологии на их основе”, Москва, 18-22 октября 2004 г. , с. 15-20.
3. **Сыромуков С.В., Добров Р.В., Мельник А.В., Сысоев В.И., Степнов В.В., Старостин А.Н.** Портативный генератор нейтронов НГ-14 с запаянной газонаполненной трубкой ГНТ1-80.// В материалах Международной научно-технической конференции “Портативные генераторы нейтронов и технологии на их основе”, Москва, 22-26 октября 2012 г. , с.56 - 59.
4. **Градусов А.Н., Бескrestнов А.Ю., Илькухин Н.Ю., Ольшанский Ю.И.** Использование нейтронного генератора НГ-14 для разработки установок обнаружения взрывчатых веществ.// В материалах 20-й научно-технической конференции “Вакуумная наука и техника“, Украина, Крым, Ялта. сентябрь 2013г., с.234 -238.
5. **Исаева Е.В., Бекетов Е.Е., Корякин С.Н., Ульяненко С.Е.** Радиобиологические характеристики нейтронов D-T реакции.// В материалах Международной научно-технической конференции “Портативные генераторы нейтронов и технологии на их основе“, Москва, 22-26 октября 2012 г. , с.147-152.
6. **Кирьянов Г.И., Сыромуков С.В., и др.** Генератор нейтронов НГМ-17 и ускорительная трубка УТ-02.// Вопросы Атомной науки и техники. Серия: Радиационная техника. Выпуск 2(42), 1990г., с.27-33.

ПРИМЕНЕНИЕ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПРОЦЕССОВ КАРБОНИЗАЦИИ И ГРАФИТАЦИИ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА

Андрианова Н.Н.¹, Бейлина Н.Ю.², Богомолова Л.Д.³, Борисов А.М.¹,
Казаков В.А.¹, Красильникова Н.А.³, Машкова Е.С.³,
Семенова Н.Л.⁴, Черненко Д.Н.², Черненко Н.М.²

1 - МАТИ-российский государственный технологический университет имени
К.Э.Циолковского;

2 - АО «НИИграфит»;

3 - Научно-исследовательский институт ядерной физики имени Д.В. Скобельцына
МГУ имени М.В. Ломоносова;

4 - Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова

Проведены экспериментальные исследования карбонизации и графитации полиакрилонитрильных (ПАН) и гидратцеллюлозных (ГЦ) углеродных волокон с использованием электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) и комбинационного рассеяния света (КРС). Найдено, что в ГЦ-волокнах, подвергнутых карбонизации в интервале температур 180-320°C, сигналы ЭПР могут быть отнесены к свободным радикалам или электронам, слабо связанным с углеродом. С повышением температуры карбонизации растет концентрация парамагнитных центров. Показано, что применение спектроскопии КРС позволяет проводить исследование и мониторинг процессов карбонизации и графитации углеродных волокон.

1. Введение

Углерод-углеродные композиционные материалы (УУКМ) и углерод-керамические композиционные материалы (УККМ) широко используются в качестве элементов конструкций ядерных реакторов, термоядерных устройств и аэрокосмических аппаратов [1-8]. Во многих композитах армирующим элементом, определяющим их свойства, являются углеродные волокна. Исходным сырьем для получения волокна часто является полиакрилонитрил или вискоза, и технология их производства определяет как свойства волокна, так и соответствующих композиционных материалов. При производстве как УУКМ, так и УККМ широко используют углеродные волокна разных марок из полиакрилонитрильного (ПАН) волокна. Однако промышленность стремится не только к улучшению качеств композитов, но и к удешевлению производства. Это стимулирует использование более дешевого сырья для производства углеродных волокон, таких, в основе которых лежат гидратцеллюлозные волокна вискозного способа получения. Основная проблема при этом – добиваться улучшения графитации оболочек этих волокон и необходимых

значений модулей Юнга как оболочек, так и ядер волокон. Дальнейшее совершенствование композитов стимулирует разработку способов более совершенных углеродных волокон на основе вискозы, Основные технологические процессы, такие как карбонизация и последующая графитация сильно зависят от температуры обработки, при этом, как правило, степень упорядочения углеродных волокон из ПАН-сырья выше, чем у волокон на основе гидратцеллюлозы.

Настоящая работа посвящена исследованию с использованием метода электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) передельческих технологических процессов получения преформы УККМ с карбидокремниевой матрицей, армированной углеродными волокнами из гидратцеллюлозных (ГЦ) волокон, а также изучению особенностей графитации углеродного волокна «КУЛОН» из ПАН-волокна при помощи метода комбинационного рассеяния света (КРС).

2. Объекты и методы эксперимента

Исследованию подвергались образцы ГЦ-волокон светлогорской вискозной ткани после карбонизации при температурах (180, 207, 227, 280 и 320) °С и образцы углеродных волокон «Кулон» из ПАН-сырья до и после графитации при температурах (1450 и 1550) °С. Процесс карбонизации ГЦ-волокон исследовали с использованием явления электронного парамагнитного резонанса (ЭПР), процесс графитации ПАН-волокна до и после графитации методом комбинационного рассеяния света (КРС – в англоязычной литературе Raman scattering).

ЭПР - это спектральный метод, основанный на резонансном поглощении микроволнового электромагнитного излучения парамагнитными частицами, магнитные моменты которых настраиваются в резонанс приложением постоянного магнитного поля. Условием применения метода анализа, основанного на ЭПР, является присутствие в исследуемом материале частиц с нескомпенсированным магнитным моментом. Спектры ЭПР чувствительны к ближайшему окружению парамагнитной частицы, информация о котором извлекается из значений g -фактора и констант сверхтонкой структуры (СТС). Показано, что поглощение энергии переменного электрического поля электронной подсистемой графитированных материалов, находящихся в постоянном магнитном поле, обусловлено электронами проводимости [9]. Спектры ЭПР (зависимость производной сигнала поглощения от величины магнитного поля) от карбонизованных вискозных волокон в виде первой производной линии поглощения мощности СВЧ записывались на отечественном модифицированном спектрометре РЭ-1306 трехсантиметрового диапазона. Параметры ЭПР спектров, такие

как g -фактор, характеризующий природу парамагнитного центра, ширину линии ΔH , зависящую от взаимного расположения центров, а также концентрацию самих центров, определяли путем сравнения результатов эксперимента и компьютерного моделирования с помощью программ, описанных в [9]. Полагается при моделировании, что спектр представляет собой суперпозицию линий гауссовой и лоренцевой форм с различным отношением интенсивностей. Ширина линии определяется как расстояние между экстремумами производной. Для определения g -фактора и концентрации парамагнитных центров используют эталонные образцы.

Для анализа процесса графитации ПАН-волокон использовали явление комбинационного рассеяния света - неупругое рассеяние оптического излучения на молекулах вещества, сопровождающееся изменением его частоты. Спектры КРС углеродистых материалов отражают соотношение порядок – беспорядок в материале и содержат два основных пика: G -пик (пик графита) при волновых числах $\Delta k = \lambda_L^{-1} - \lambda_{KR}^{-1}$, близких к 1580 см^{-1} , и D -пик, обусловленный дефектностью кристаллической структуры при $\Delta k \approx 1345 \text{ см}^{-1}$ [5,10,11]. Анализ проводили при помощи микро-рамановского спектрографа при комнатной температуре с лазерным излучением с длиной волны $\lambda_L = 514,5 \text{ нм}$. Мощность излучения составляла 0,5- 1 мВт. Измерения проводили с объективом $\times 10$, область облучения составляла 25 мкм.

3. Результаты исследования процессов карбонизации и графитации углеродных волокон

3.1. Исследование процесса карбонизации ГЦ-волокон

Анализ спектров ЭПР для всех исследованных образцов ГЦ-волокон светлогорской ткани показал хорошее совпадение экспериментальных и расчетных спектров, при этом основной вклад в спектры вносит лоренцевая форма. В качестве примера на рис.1. приведен спектр ЭПР образца, карбонизированного при $320 \text{ }^\circ\text{C}$.

Такая ситуация – преобладание лоренцевой формы для всех образцов исследуемой серии указывает на сильное обменное взаимодействие между парамагнитными центрами в образцах, т.е. на высокую концентрацию парамагнитных центров и малое расстояние между ними, см. также таблицу 1.

Отметим, что точность определения g -фактора равна $\pm 0,0005$. Значения g указывают на то, что парамагнитными центрами, оставшимися в ткани после

карбонизации, являются свободные радикалы, возникающие при образовании ненасыщенных полисопряженных систем при деструкции макромолекул целлюлозы.

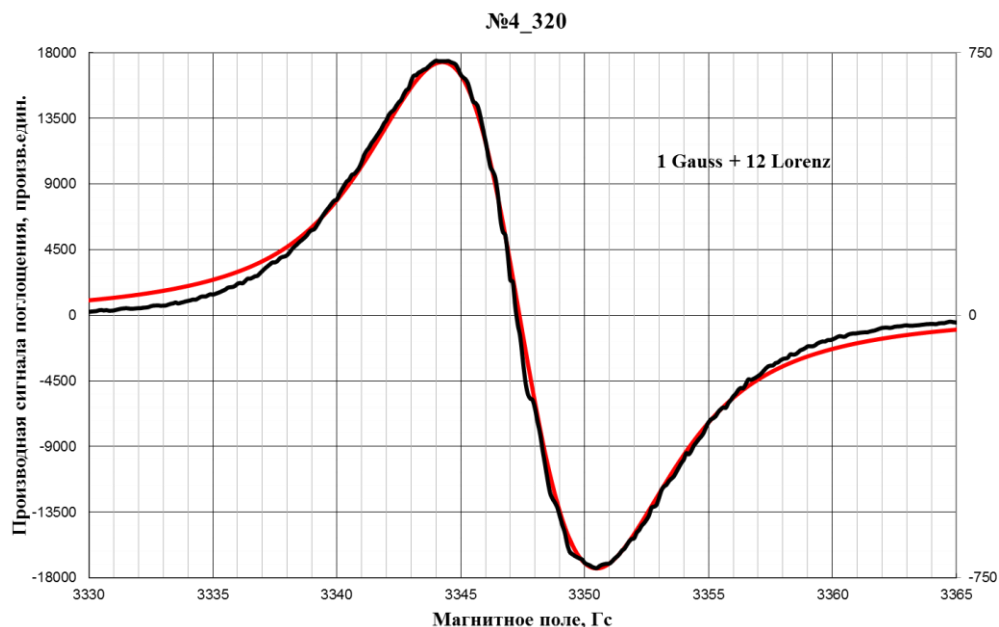


Рис. 1. ЭПР-спектр образца ГЦ-волокна, карбонизированного при 320°С.

Таблица 1.

Параметры спектров ЭПР образцов ГЦ волокон с температурами карбонизации в интервале 180 – 320°С

Образец	g	Гауссова форма линии	Лоренцева форма линии	Соотношение гауссовой и лоренцевой линий	
		ΔH , Гс	ΔH , Гс	Гаусс	Лоренц
№1 180	2,0040	11	16	0	100%
№3 207	2,0035	9	13	1	5
№5 227	2,0047	9	12,5	1	8
№2 280	2,0040	8	12	1	3
№4 320	2,0041	7,5	10,7	1	12

В таблице 2 приведено количество парамагнитных центров в исследуемых образцах известной массы, а также концентрация радикалов в грамме образца, полученная путем сравнения с известным содержанием парамагнитных центров в образце, используемом в качестве эталона.

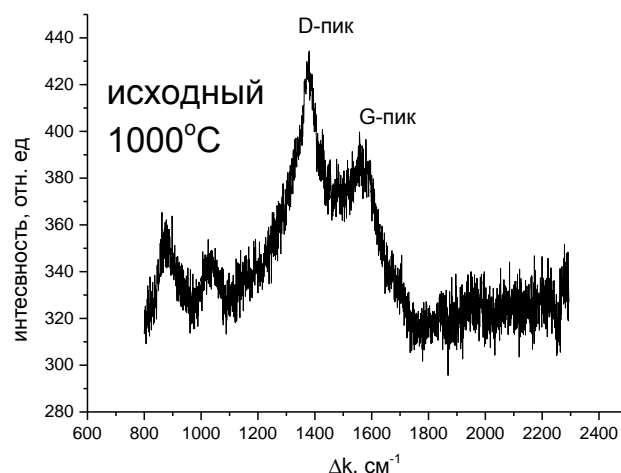


Рис. 2. КРС-спектр для волокна «Кулон» из ПАН- сырья после его карбонизации при температуре 1000°C.

Таблица 2.

Количество парамагнитных центров в образцах ГЦ-волокон

Образец	m, мг	Количество центров в образце	Число радикалов в образце
		Ткань	радик/грамм
№1_180	47.808	$2,03 \cdot 10^{16}$	$0,425 \cdot 10^{18}$
№3_207	17.534	$1,90 \cdot 10^{16}$	$1,08 \cdot 10^{18}$
№5_227	9.18	$1,53 \cdot 10^{16}$	$1,67 \cdot 10^{18}$
№2_280	7.976	$3,78 \cdot 10^{16}$	$4,74 \cdot 10^{18}$
№4_320	5.164	$3,19 \cdot 10^{16}$	$6,18 \cdot 10^{18}$

Полученные данные показывают, что с увеличением температуры карбонизации образцов происходит уменьшение ширины линии, что согласуется с ростом концентрации свободных радикалов и увеличением вклада лоренцевой формы линий при их моделировании.

3.2. Исследование карбонизации и графитации ПАН-волокна методом КРС

К настоящему времени накоплен значительный опыт и имеется база данных КРС углеродных материалов, что позволяет проводить не только качественную, но и количественную интерпретацию [5,9-11]. Близкими к экспериментально проведенному в настоящей работе исследованию являются данные работы [5] по карбонизации и графитации ГЦ-волокна. Авторами [5] показано, что при низких температурах

карбонизации характерные D- и G- пики в спектрах КРС отсутствуют. При температурах 600 °С и выше двухпиковая структура является доминирующей. Возрастание интенсивности D- пика относительно G- пика с ростом температуры карбонизации говорит об упорядочении структуры ГЦ-волокна. При графитации с температурой 2500 °С наблюдалось формирование совершенной текстурированной оболочки на поверхности ГЦ-волокна. В настоящей работе были получены КРС-спектры для углеродного волокна «Кулон» из ПАН, как после карбонизации при температуре 1000°С, так и после графитации с конечной температурой термообработки 1450 и 1550°С. На рисунке 2 представлен спектр КРС для волокна «Кулон» после его карбонизации при температуре 1000 °С. Сопоставление с КРС-спектрами углеродных материалов [5,10-11] позволяет сравнить данный спектр с КРС-спектром для кокса. Видно, что в спектре исходного карбонизированного образца интенсивность D-пика выше интенсивности G-пика, что свидетельствует о недостаточной степени упорядочения оболочки волокна.

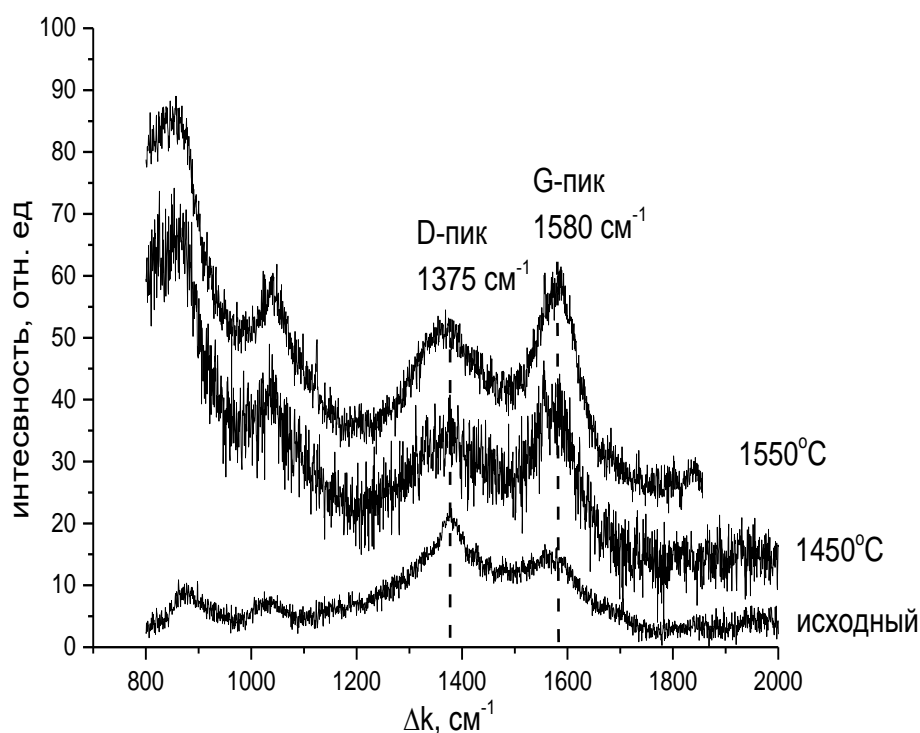


Рис. 3. КРС-спектры для волокна «Кулон», полученные в результате графитации при температурах 1450 и 1550°С.

На рисунке 3 приведены КРС-спектры, полученные в результате термической обработки волокна при температурах 1450 и 1550 °С. В этих спектрах наблюдается рост интенсивности G-пика относительно интенсивности D-пика, демонстрируя возрастание степени упорядочения оболочки ПАН-волокна. Кроме характерных для графитов G- и D- пиков в спектрах присутствуют пики в области смещений 800-1200 см⁻¹, обусловленных, по-видимому, наличием азота и кислорода из-за неполной карбонизации материала. Таким образом, применение спектроскопии комбинационного рассеяния света позволяет проводить как исследования, так и мониторинг процессов карбонизации и графитации как ПАН-, так и ГЦ- волокон, получать как качественную, так и количественную структурную информацию.

4. Заключение

Проведено исследование процессов карбонизации и графитации гидратцеллюлозных (ГЦ) и ПАН - волокон методами электронного парамагнитного резонанса и комбинационного рассеяния света.

В ГЦ-волокнах, подвергнутых карбонизации в интервале температур 180-320°С, наблюдаются сигналы ЭПР, которые могут быть отнесены к свободным радикалам или электронам, слабо связанным с углеродом. С повышением температуры карбонизации растет концентрация парамагнитных центров.

Применение спектроскопии комбинационного рассеяния света позволяет проводить как исследования, так и мониторинг процессов карбонизации и графитации при получении углеродных волокон из разных источников природного и синтетического сырья, получать как качественную, так и количественную структурную информацию.

Литература

1. **Virgil'ev Yu.S. and I.P. Kalyagina.** Carbon-Carbon Composite Materials// Inorganic Materials, V.40, Suppl.1. 2004., S33-S49.
2. **Snead L.L., Burchell T.D., Qualls A.L.**// Strength of neutron-irradiated high-quality 3D carbon fiber composite// J. Nuclear Materials, V.321, 2003, pp.165-169.
3. **Черненко Н.М.** Разработка преформы углерод-углерод-карбидокремниевого композиционного материала// Перспективные материалы, №6, 1999, с.78-84.
4. **Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S., Virgiliev Yu.S.** Erosion of Carbon-Based Materials Under High-Fluence Heavy-Ion Irradiation// J. Spacecraft and Rockets, V.48, No.1, 2011, pp.46-52.
5. **Kong.K., Deng L., Kinloch I.A., Young R.J., Eichhorn S.J.** Production of carbon fibers from a pyrolysed and graphitized liquid crystalline cellulose fibre precursor//J. Mater Sci, V.47, 2012, pp.5402-5410/

- 6. Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S., Parilis E.S., Virgiliev Yu.S.** Ion-Induced Modification and Crimping of Carbon Composite Fibers // Horizons in World Physics, Nova Science Publishers, NY, USA, V.280, 2013, pp.171- 190.
- 7. Андрианова Н.Н., Бейлина Н.Ю., Борисов А.М., Машкова Е.С., Черненко Д.Н., Черненко Н.М.** Исследование радиационной стойкости углеродного волокна на основе вискозы в углерод-углеродных и углерод-керамических композитах// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, №3, 2014, с.15-19.
- 8. Андрианова Н.Н., Бейлина Н.Ю., Борисов А.М., Востриков В.Г., Машкова Е.С., Петров Д.В., Ткаченко Н.В., Черненко Д.Н., Черненко Н.М.** Исследование структуры углерод-керамического композита методами электронной микроскопии и спектрометрии ядерного обратного рассеяния// Физика и химия обработки материалов, №1, 2014, с.62-66.
- 9. Bogomolova L.D., Borisov A.M., Krasil'nikova N.A., Mashkova E.S. et al.** Study of near surface layer of graphite produced by nitrogen ion bombardment at high doses//Rad. Eff. Defects Solids, V.157, 2002, pp.493-508/
- 10. Баранов А.В., Бехтерев А.Н., Бобович Я.С. Петров В.Н.** О резонансных свойствах спектров КР графита и стеклоуглерода// Оптика и спектроскопия, Т.62, 1987, с.1036-1043.
- 11. Niwase K.** Raman spectroscopy for quantitative analyses of point defects and defect clusters in irradiated graphite//International Journal of Spectroscopy, V.2012, 2012, p.2-13.

ВЛИЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА НЕТКАНЫЕ МАТЕРИАЛЫ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

**Хакимуллин Ю.Н., Галимзянова Р.Ю., Лисаневич М.С., Жанжора А.П.,
Генералова В.В.**

Казанский Национальный Исследовательский Технологический Университет, г. Казань

Изучалось влияние поглощенной дозы ионизирующего излучения при радиационной стерилизации и вида ионизирующего излучения на свойства нетканых материалов различных конструкций: спанлейс, спанбонд-мельтблаун-спанбонд и ламинированного нетканого материала. В результате проведенных исследований для каждого типа нетканых материалов выбраны показатели, характеризующие его стойкость к воздействию радиации.

В настоящее время наблюдается тенденция по существенному увеличению объемов производства и расширению областей применения нетканых материалов (НМ), которые используются практически во всех областях жизнедеятельности человека. Такие свойства НМ, как гидрофильность или гидрофобность, воздухопроницаемость, хорошие барьерные и прочностные показатели при относительной дешевизне позволяют эффективно использовать их для медицинских целей.

Широкое распространение в медицине нетканых материалов обусловлено, тем, что в последние годы особое значение в связи с увеличением частоты и тяжести послеоперационных осложнений приобрела проблема внутрибольничной инфекции. По данным Center for Disease Control (CDC), в США одной только внутригоспитальной инфекции регистрируется приблизительно 1,7 миллионов случаев инфицирования и 99 тысяч ассоциированных с ней смертей ежегодно. Из них: 32% - инфекция мочевыводящего тракта, 22% - хирургическая инфекция, 15% - пневмония, 14% - сепсис крови. Снижение уровня внутрибольничной инфекции возможно путем оснащения лечебных учреждений одноразовой медицинской одеждой и бельем [1].

Для отечественных лечебных учреждений (ЛУ) это особенно важно, потому что в России только 5 % ЛУ оснащены одноразовой одеждой, тогда как в США этот показатель составляет 90 %. Наиболее востребованными являются операционные покрытия. Объем рынка одноразовой одежды и белья в 2012 году США составляет 1,5 млрд. долларов, в России 20-21 млн. долларов и, соответственно, 60% объема российского рынка одноразовой одежды и белья товары импортного производства [2]. Отечественные производители не предоставляют необходимого ассортимента

медицинской одежды и белья надлежащего качества. Поэтому прогноз потребления нетканых материалов при производстве одноразовой одежды и белья будет расти и к 2015 году составит 15 тыс. тон.

Нетканые материалы применяются для изготовления широкого круга медицинских изделий, однократного применения: от масок до операционных покрытий и ортопедических биндажей. Все разнообразие нетканых материалов, применяемых для производства одноразовой медицинской одежды и белья, в основном можно свести к нескольким типам, различающимся по способам производства: полученные гидроструйным способом – спанлейс, фильерно-раздувочным – спанмелт-материалы, термоскреплением – многослойные нетканые материалы, полученные путем ламинации.

Типичный процесс производства нетканого материала состоит из нескольких этапов (Рис.1):

- формирование полотна;
- скрепление полотна;
- сушка и намотка полотна.

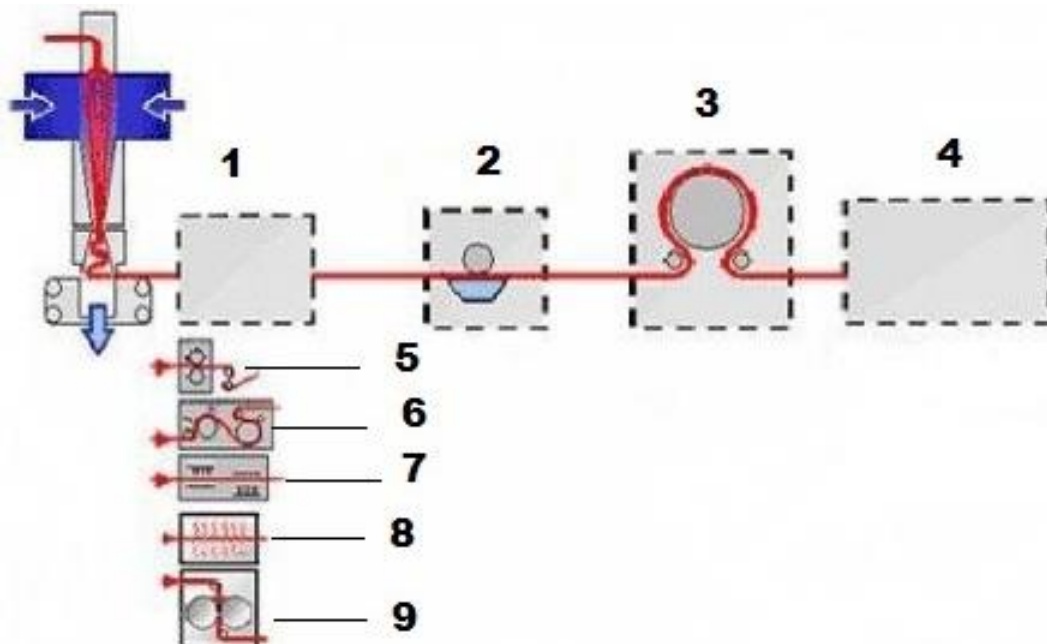


Рис.1 Способы скрепления волокон и отделки полотен

1 – скрепление; 2 – пропитка; 3 – сушка/фиксация; 4 – намотка; 5 – термоскрепление; 6 – гидроструйное скрепление; 7 – иглопробивание; 8 – термоскрепление горячим воздухом; 9 – химическое скрепление.

При изготовлении стерильной медицинской одежды существенное значение имеет выбор метода стерилизации. В основном медицинские изделия из НМ в равной степени стерилизуются двумя промышленными методами: радиационной [4] и газовой. [3]. У каждого из данных методов есть свои преимущества и недостатки. Так, например, оксид этилена легко воспламеняется, является пожароопасным веществом и является сильным ядом для человека, проявляя канцерогенное, мутагенное, раздражающее и наркотическое действие. Для стерилизации радиационным методом необходимо дорогостоящее оборудование, но оно обладает высокой производительностью. Стерилизация радиационным методом в основном осуществляется электронным излучением, либо, что менее распространено, гамма-излучением. Действие электронного излучения ограничивается несколькими секундами, в отличие от многочасового воздействия на продукт гамма-излучением. Кратковременность воздействия электронного излучения снижает возможные эффекты окисления, сводя к минимуму нарушения в структуре, как продукта, так и упаковочного материала [5-7].

При проведении радиационной стерилизации нижнюю границу диапазона доз, при которых будет обеспечен необходимый уровень стерилизации, обычно он должен быть не больше 10^{-6} . Как правило, данный диапазон составляет от 12 - 25 кГр и верхнюю границу диапазона доз, при которой все функциональные свойства медицинских изделий остаются в пределах допустимых норм. Обычно верхняя граница поглощенных доз составляет от 35 до 60 кГр. В некоторых случаях верхняя граница указанного диапазона может быть выше, в зависимости от вида изделия и технологии радиационной стерилизации. В общем случае неравномерность поглощенной дозы для гаммы излучения составляет 100 – 150 %, для электронного излучения 200 – 300 %, а в некоторых случаях достигает 400%. [10].

Изделия из нетканых материалов обычно поставляются в виде комплектов, в который, как правило, входит хирургический халат, простыня, либо комплект включает в себя хирургический покрывной материал, т.е. в комплекте в основном имеются только изделия из нетканых материалов. Также в медицине в настоящее время набирают популярность наборы, включающие в свой состав кроме изделий из нетканых материалов хирургические инструменты, пластыри, перчатки хирургические, шприцы, лотки. Такие наборы предназначены для проведения конкретной медицинской манипуляции. Данные наборы только появляются на российском рынке и технологии их стерилизации только разрабатываются.

При получении нетканых материалов используются различные полимеры имеющие соответственно разную стойкость к ионизирующему излучению. Некоторые материалы, например, на основе полипропилена при воздействии радиации деструктируют, а на основе полиэтилена сшиваются, у материалов существенно снижается уровень технических характеристик. Также возможно протекание в полимерах автоокислительных реакций, инициированных радиацией, которые, могут продолжаться длительное время после облучения изделий [8, 9] Для использования этих материалов в медицинских изделиях, стерилизуемых радиацией, необходимо иметь представление о воздействии ионизирующего излучения в широком интервале поглощенных доз ионизирующего излучения на материалы, используемые в данных изделиях. При стерилизации наборов-укладок диапазон стерилизующих доз закономерно будет шире, так как изделия, из которых они состоят, сделаны из разных материалов.

В связи с выше изложенным важным является изучение влияния ионизирующего излучения на нетканые материалы медицинского назначения. Учитывая, что технологии их получения, а также полимеры материалы, из которых их они изготавливаются, существенно различаются, их характеристики после радиационной стерилизации будут изменяться по-разному. Получение представления о степени изменения характеристик важно в первую очередь для производителей медицинской одежды и белья, а также для разработок по повышению стойкости материалов к воздействию ионизирующего излучения.

Кроме того, известно, что деструкция полимера, входящего в состав полотна, наблюдается не только после стерилизации, но и продолжается длительное время на протяжении всего срока хранения. Поэтому проводились исследования не только от поглощенной дозы ионизирующего излучения, но и после термоокислительного старения облученных образцов. Были проведены физико-механические испытания облученных образцов. В качестве показателей были выбраны: прочность при удлинении, абсорбирующая способность, водоупорность, воздухопроницаемость.

В качестве объектов исследования были выбраны материалы, полученные по разным технологиям: перфорированный спанлейс (состав полипропилен/вискоза), используемый в качестве салфеток, тампонов-тупферов, масок и т.д.; спанмелт материал СМС – применяемый для изготовления хирургической одежды; двухслойный ламинированный НМ – для изготовления медицинских пеленок и операционных

покрытий. Эти материалы и изделия из них наиболее часто входят в состав медицинских наборов-укладок.

Образцы нетканых материалов были облучены в широком диапазоне поглощенных доз – от 20 до 60 кГр на радиационно-технологической установке с ускорителем электронов ИЛУ-10 с параметрами: импульсный ток пучка 280 мА, частота импульсов 43 Гц, средний ток пучка 6,0 мА, наиболее вероятная энергия электронов 4,6 МэВ, принадлежащей ООО «СФМ-Фарм» р.п. Кольцово, Новосибирская область и радиационно-технологической установке «Пинцет» (укомплектованной источниками излучения кобальт 60), принадлежащей ОАО "Татхимфармпрепараты" г. Казань.

При воздействии как электронного, так и гамма излучения воздухопроницаемость всех трех типов НМ практически не меняется (рис. 2). Прочность при удлинении более чувствительна к воздействию ионизирующего излучения. Для всех типов НМ в случае электронного излучения она снижается на 12-17%, в случае гамма-излучения наблюдается более существенное падение прочности – на 30-40%.

Следует отметить, что у перфорированного материала спанлейс при облучении гамма-излучением поглощенной дозой 60 кГр наблюдается изменение цвета с белого на светло-желтый, а у ламинированного НМ уже при поглощенной дозе 40 кГр происходит расслаивание слоев материала (рис.3).

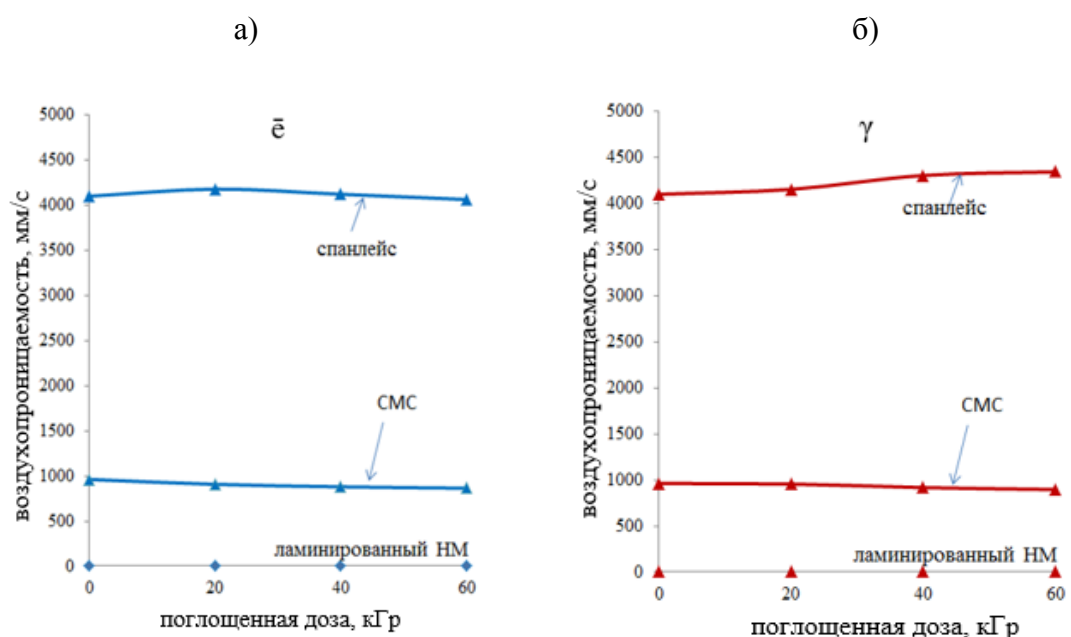


Рис.2. Зависимость воздухопроницаемости НМ от поглощенной дозы радиационного облучения двух видов: а) электронного и б) гамма излучения

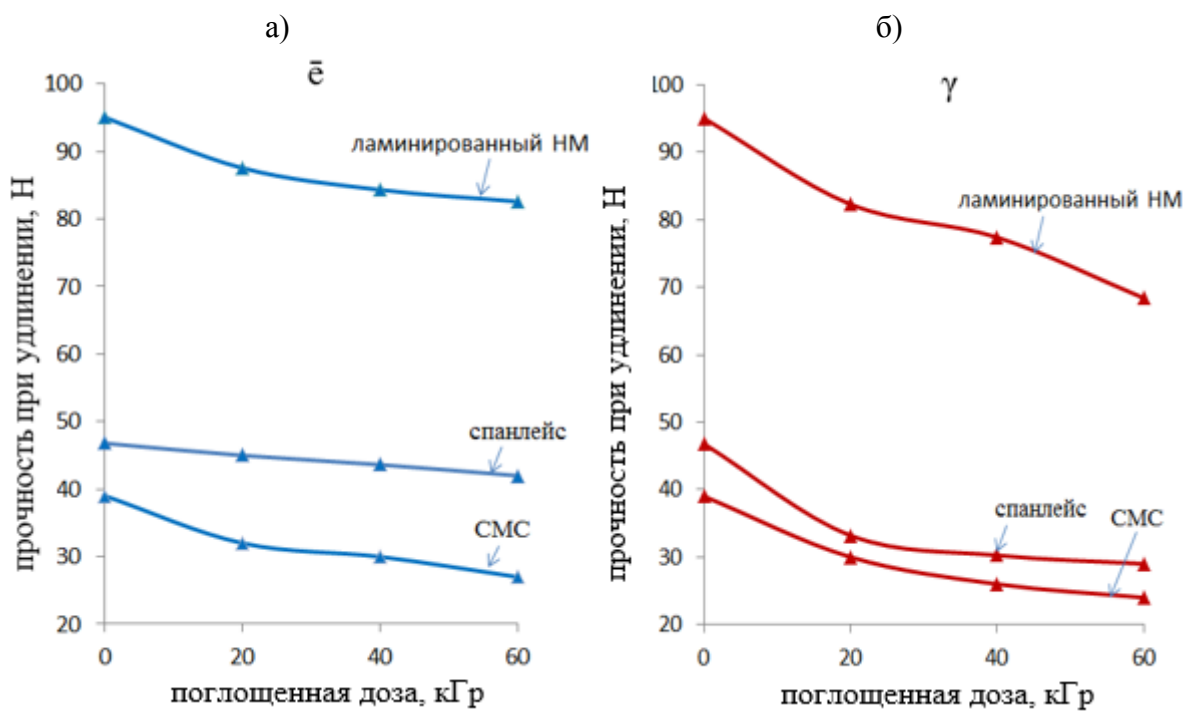


Рис.3. Зависимость прочности при удлинении НМ от поглощенной дозы радиационного облучения двух видов: а) электронного и б) гамма излучения

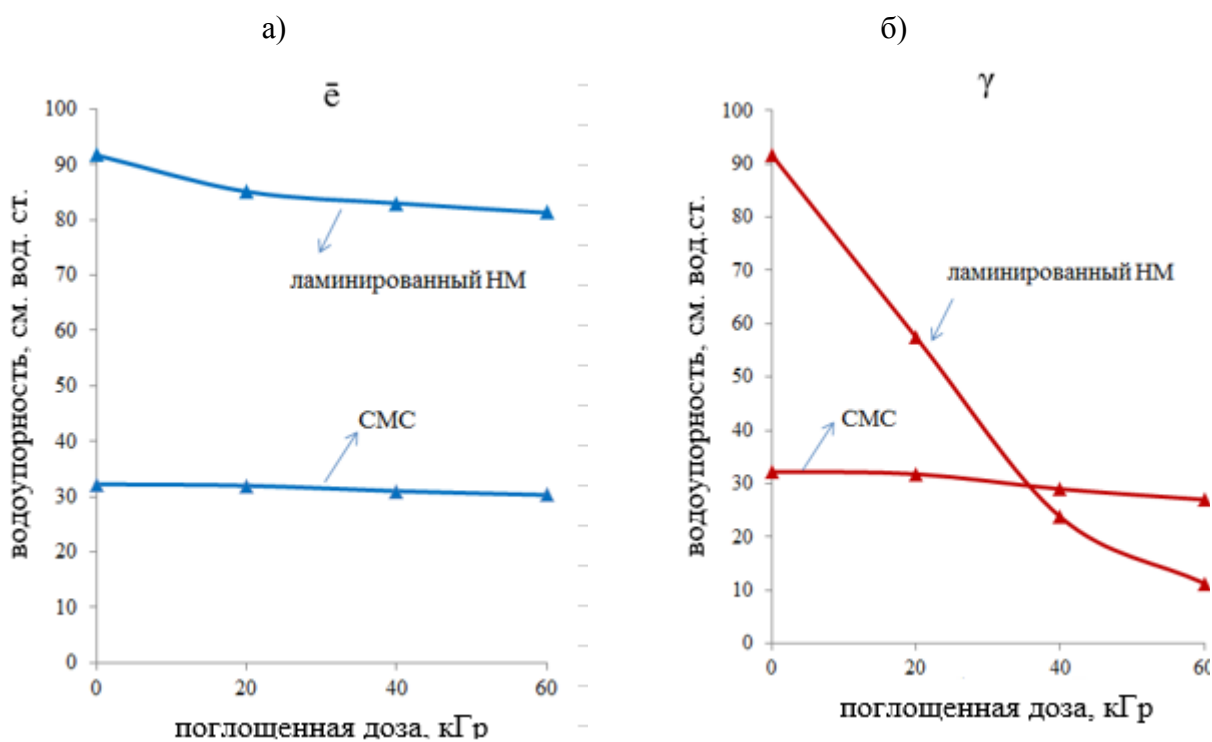


Рис.4. Зависимость водоупорности НМ от поглощенной дозы радиационного облучения двух видов: а) электронного и б) гамма излучения

Показатель водоупорности был рассмотрен для двух видов НМ (рис. 4), это

связано с тем, что перфорированный материал имеет сетчатую структуру, и водоупорностью этот материал соответственно не обладает. Экстремальное снижение водоупорности у ламинированного НМ при облучении гамма-излучением электронного и гамма излучения можно объяснить тем, что изменяется структура пор и тем самым нарушается целостность пленки. Это хорошо видно на фотографиях (при 500 кратном увеличении) пленки ламинированного НМ: необлученного, облученного одинаковой поглощенной дозой гамма и электронного излучения. Как видно из рисунка морфология пленки при облучении электронным излучением практически не меняется, в отличие от пленки, облученной гамма излучением. Относительно ламинированного материала у НМ СМС водоупорность снижается незначительно.

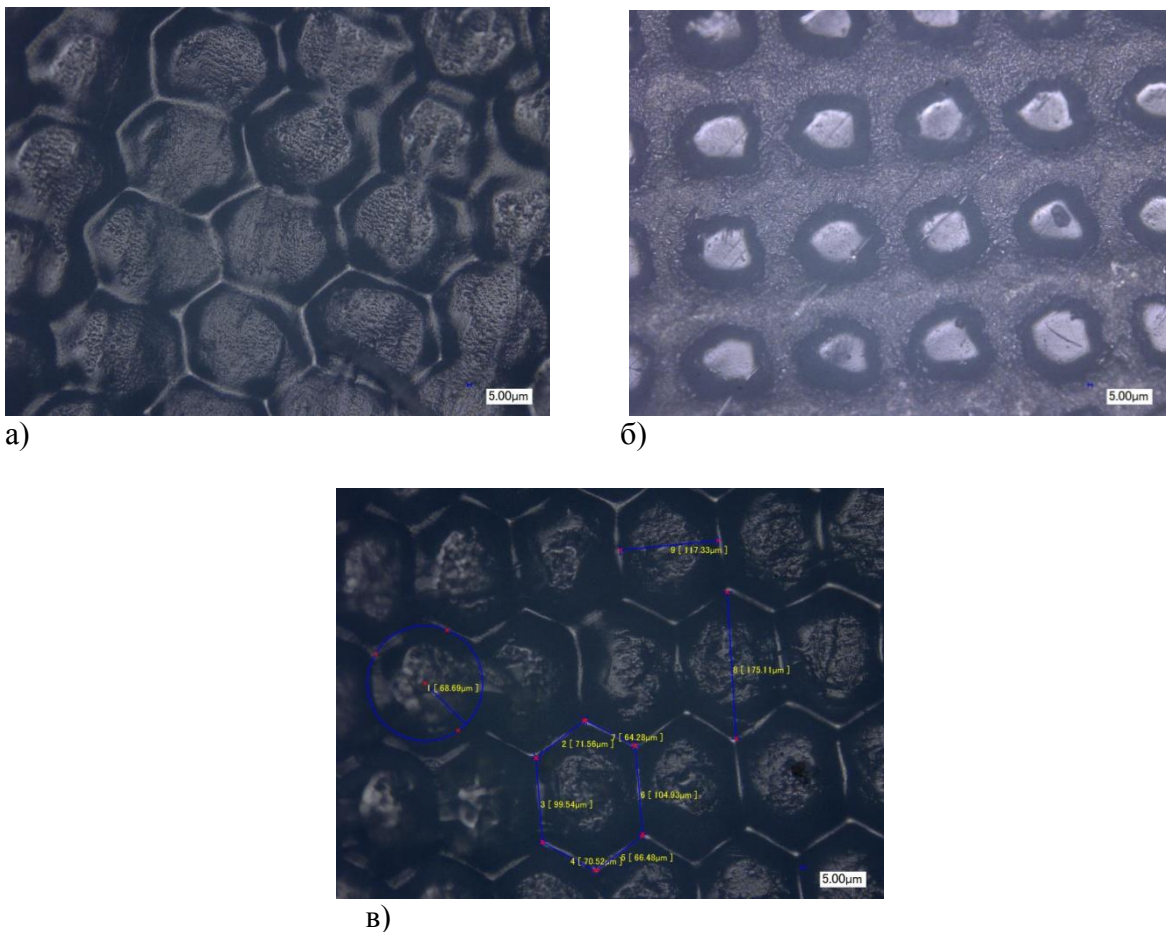


Рис.5. Фотографии в 500 кратном увеличении пленки ламинированного НМ, а) контрольный, б) гамма-излучение и в) электронное излучение

Перфорированный НМ спанлейс характеризуется как материал с большой впитывающей способностью. Было исследовано влияние поглощенной дозы

ионизирующего излучения на абсорбирующую способность материала (рис.6). Абсорбирующая способность НМ при облучении гамма излучением дозой 60 кГр падает на 50%, при электронном облучении поглощенной дозой 60 кГр падение составляет лишь 20%.

Как было отмечено выше при электронном облучении действие излучения ограничивается несколькими секундами, в отличие от многочасового воздействия на продукт гамма-излучения, что отражается на свойствах материала. Кроме того, интенсивному протеканию окислительных процессов и деструкции способствует появление озона.

Таким образом, наибольшей чувствительностью к действию радиации обладают следующие показатели:

для НМ спанлейс – прочность при удлинении и впитываемость;

для СМС – прочность при удлинении;

для ламинированного НМ – прочность при удлинении, водоупорность.

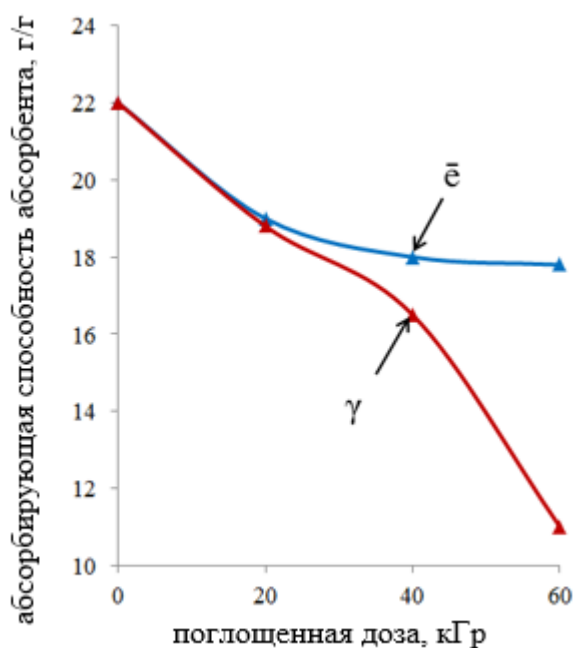


Рис. 6. Зависимость абсорбирующей способности перфорированного НМ спанлейс от поглощенной дозы радиационного облучения двух видов: электронного и гамма излучения

Для прогнозирования допустимых сроков хранения материалов или изделий, рационального выбора материала для конкретных условий эксплуатации и выбора оптимальных условий хранения и транспортировки необходимо иметь данные о кинетике изменения физико-механических свойств материала при протекании процесса

старения. Закономерно предположить, что изделия, испытавшие радиационное воздействие будут иметь меньший срок хранения, чем нестерильные изделия. Поскольку исследования определяющих срок годности стерильных изделий дороги, большинство производителей срок годности изделий указывает, ориентируясь на срок хранения материала, уповая на то, что изделия одноразовые и храниться долго им не придется. Это в корне неверно и может привести к полному разрушению изделия, гораздо ранее срока хранения. Исследования по прогнозированию срока годности изделий являются необходимыми и завершающими исследованиями при выпуске новых изделий.

Так как, наиболее часто используемым и практически важным активатором, способствующим ускоренному старению полимерных материалов, является температура, для определения срока хранения проводили ускоренное термоокислительное старение простерилизованных поглощенной дозой 20кГ НМ.

Воздействие температуры при старении приводит к дополнительному ухудшению свойств стерильных нетканых материалов:

- для НМ спанлейс к падению прочности и абсорбирующей способности;
- для НМ СМС снижению прочности и увеличение воздухопроницаемости;
- снижению прочности и водоупорности у ламинированного НМ.

По данным ускоренных испытаний по наиболее интенсивно изменяющимся показателям с использованием программы «ПРОГНОЗ-Расчет» по ГОСТ 9.713-86 был произведен расчет сроков хранения материалов. Учитывая, что данный стандарт регламентирует при аппроксимации экспериментальных данных выбирать значения исследуемого показателя из интервала его изменения на 30-70 %, то и прогнозирование исследуемого свойства ограничено падением показателя на 70 %.

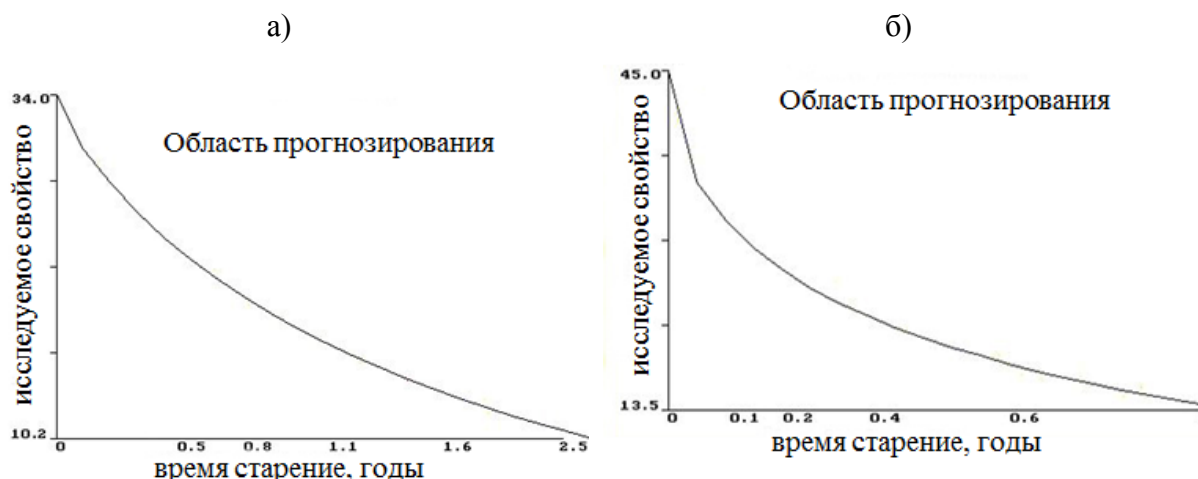


Рис 7. Прогнозные кривые срока хранения, перфорированного НМ спанлейс, облученного: а- гамма излучение; б- электронное излучение

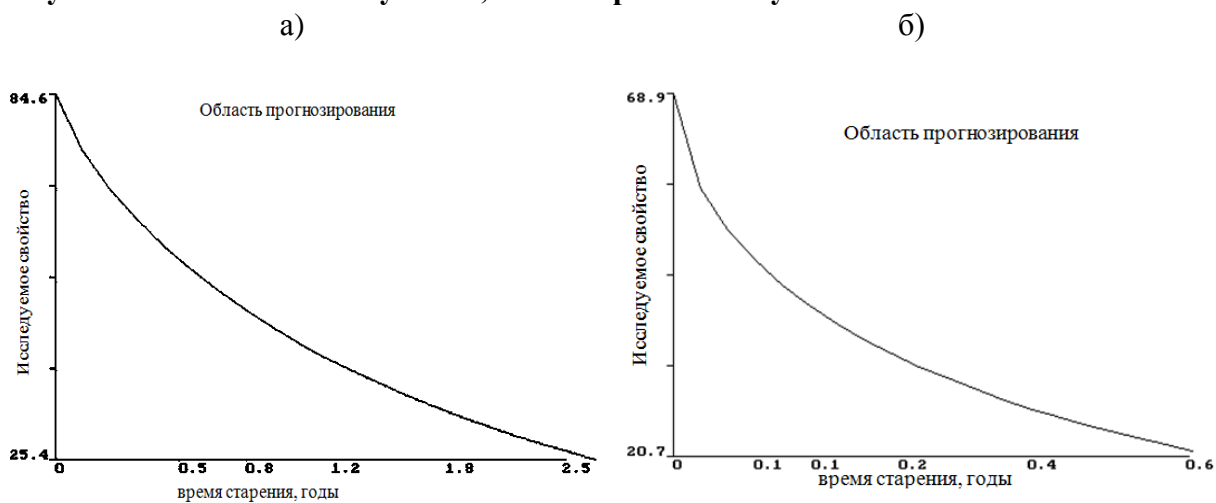


Рис 8. Прогнозные кривые срока хранения, ламинированного НМ спанлейс, облученного: а- гамма-излучение; б- электронное излучение

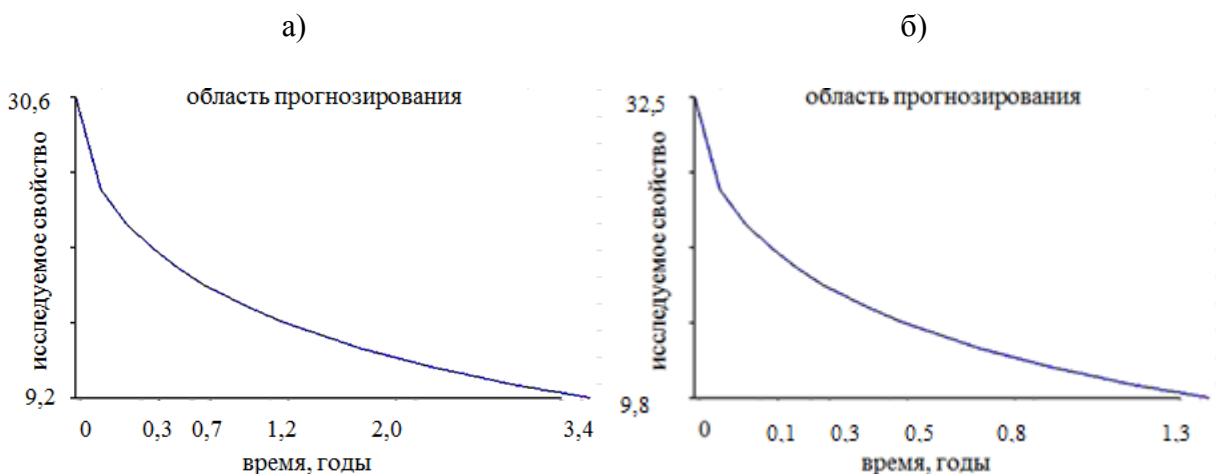


Рис 9. Прогнозные кривые срока хранения спанмелт НМ спанлейс, облученного: а- гамма излучение; б- электронное излучение

На рис. 7-9 представлены прогнозные кривые сроков хранения НМ, облученных электронным и гамма излучением. Таким образом, срок хранения спанлейса, облученного гамма-излучением составляет 1 год, а облученного электронным излучением чуть более 2-х лет. Срок хранения НМ СМС для облученного электронным излучением составляет 3,4 года, облученных гамма излучением 1,3 года. Для ламинированного НМ 2,5 года, и полгода соответственно.

В результате проведенных исследований определены наиболее чувствительные показатели для ламинированного нетканого материала, материала, полученного по технологии спанлейс, и технологии СМС характеризующие их стойкость к воздействию радиации. Показано, что стерилизация гамма-излучением вызывает более сильное разрушение материала. Также можно сделать вывод, что сроки хранения стерильных изделий в зависимости от типа стерилизующего агента могут существенно различаться. Для контроля потребительских свойств производителям медицинских изделий из НМ рекомендуется проверять качество изделий после стерилизации, оценивая изменение прочности при удлинении, дополнительно можно оценить для ламинированных НМ – водоупорность, а для материала спанлейс – абсорбцию.

Литература

- 1 Внутрибольничные инфекции [Электронный ресурс] – режим доступа: https://ru.wikipedia.org/wiki/Внутрибольничные_инфекции – Загл. с экрана
- 2 Тенденция развития производства и потребления нетканых материалов в России по ассортиментным группам [Электронный ресурс] – режим доступа: <http://www.lp-magazine.ru/lpmagazine/2012/03/383> – Загл. с экрана
3. **Алимов А.С.** Практическое применение электронных ускорителей. Препринт НИИЯФ МГУ № 2011 – 13/877, Москва, 2011 г.
4. Промышленная стерилизация газовым методом [Электронный ресурс] URL: http://medinfo.dp.ua/_stat/s207.htm (дата обращения: 10.03.2014).
5. **Гречухин Д.П.** Гамма-излучение // Физическая энциклопедия / Д. М. Алексеев, А. М. Балдин, А. М. Бонч-Бруевич, А. С. Боровик-Романови др.; под общ. ред. А. М. Прохорова. – М.: Советская энциклопедия, 1988-1999.
- 6 Методы стерилизации и их воздействие на медицинское оборудование, содержащее электронику Системные требования: Adobe Acrobat Reader. URL: http://www.elin.ru/files/pdf/Thermochron/AN5068_RU.pdf (дата обращения: 29.02.2014).
- 7 Источники ионизирующего излучения [Электронный ресурс]. URL: http://sp-department.ru/for_students/online_education/course.php COURSE_ID=2&LESSON_ID=35 (дата обращения: 02.02.2014).
- 8 **Иванов В.С.** Радиационная химия полимеров: учебное пособие для вузов/ В.С. Иванов. – Л.: Химия, 1988. – 320 с.: ил.
- 9 Process for the production of a gamma-radiation resistant polypropylene fibre for a radiation sterilizable non-woven fabric: пат. EP 0667406 A1 European patent: EP19950300857 / Mäkipirtti simo [FI]; Bergholm heikki [FI]; заявитель Suominen Oy J. W. [FI]; заявл. 13.02.95; опубл. 16.08.96.

10 Обеспечение единства измерений в радиационных технологиях/ под редакцией П.А. Красовского, ВНИИФТРИ, Менделеево, 2007. – 255 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Радиационно-технологические процессы и оборудование.

Практическое применение

Источники ионизирующих излучений на основе трансплутониевых элементов для научных исследований	3
<i>Рябинин М.А., Топоров Ю.Г., Радченко В.М.</i> 3	3
ФГУП «НПП «ТОРИЙ» - разработчик и изготовитель линейных ускорителей электронов для радиационных технологий и дефектоскопии	
<i>Грызлов А.В., Ермаков А.Н., Каманин А.Н., Мельничук Г.В., Назаров В.С., Невский П.В., Сигалаев В.Н., Симонов А.С., Фрейдович И.А., Чудин В.Г., Шведунов В.И.</i> 16	16
Промышленные ускорители ИЛУ в современных радиационно-технологических комплексах	
<i>Безуглов В.В., Брызгин А.А., Власов А.Ю., Воронин Л.А., Горбунов В.А., Кокин Е.Н., Коробейников М.В., Лукин А.Н., Макаров И.Г., Нехаев В.Е., Максимов С.А., Панфилов А.Д., Радченко В.М., Штарклев Е.А., Сидоров А.В., Тарнецкий В.В., Ткаченко В.О., Факторович Б.Л., Чернов К.Н.</i> 25	25
ФГУП «НПП ТОРИЙ» - разработчик и изготовитель источников СВЧ сигнала для ускорителей частиц, достижения и перспективы	
<i>Акимов П.В., Балабанов А.К., Грызлов А.В., Косарев Р.А., Мельничук Г.В., Невский П.В., Сигалаев В.Н., Фрейдович И.А., Чудин В.Г., Шведунов В.И.</i> 41	41
Инструментальное и радиохимическое нейтронно-активационное определение Pt, Pd, Re, Ir, Au и других элементов в геологических образцах карской астроблемы	
<i>Зиновьев В.Г., Егоров А.И., Митропольский И.А., Шуляк Г.И., Сушков П.А., Тюкавина Т.М., Окунев И.С.</i> 49	49
Радиационная обработка продуктов животного и растительного происхождения в целях микробиологической безопасности	
<i>Санжарова Н.И., Павлов А.Н., Пименов Е.П., Козьмин Г.В., Кобялко В.О., Саруханов В.Я.</i> 65	65
Радиационное воздействие электронов на суспензии микроорганизмов	
<i>Грачева А.Ю., Завьялов М.А., Павлов Ю.С., Прокопенко А.В., Филиппович В.П.</i> 73	73
Радиационно - химический синтез и свойства полимерной электролитной мембраны на основе поливинилиденфторида для низкотемпературных топливных элементов	
<i>Головков В.М., Сохорева В.В.</i> 80	80
Устройство для раннего обнаружения радионуклидов, инкорпорированных в кисти рук персонала	
<i>Вострухов В.Е., Стародубцев А.А., Хайруллин Д.Р., Кулишов Ю.В., Сметанин М.Ю., Волкова Л.П., Попова Л.В., Левин Е.В., Пилюгин С.А., Барышников А.В., Дакука М.В.</i> 88	88
Перспективы снижения динамики напоявления жидких радиоактивных отходов на АЭС	
<i>Акимов А.М., Котельникова С.А.</i> 101	101
Проблема нормирования радона в РФ	
<i>Афанасьев А. В., Тарасов Е. В.</i> 108	108

Анализ методик определения стронция-90 и цезия-137 в почве <i>Заяц И.А., Федорова С.А.</i>	117
Генератор нейтронов НГ-14 для обнаружения взрывчатых веществ <i>Сыромуков С.В., Степнов В.В., Добров Р.В., Сысоев В.И., Мельник А.В.</i>	123
Применение спектроскопических методов для изучения процессов карбонизации и графитации при получении углеродного волокна <i>Андреанова Н.Н., Бейлина Н.Ю., Богомолова Л.Д., Борисов А.М., Казаков В.А., Красильникова Н.А., Машикова Е.С., Семенова Н.Л., Черненко Д.Н., Черненко Н.М.</i>	129
Влияние ионизирующего излучения на нетканые материалы медицинского назначения <i>Хакимуллин Ю.Н., Галимзянова Р.Ю., Лисаневич М.С., Жанжора А.П., Генералова В.В.</i>	137

«ВОПРОСЫ АТОМНОЙ НАУКИ И ТЕХНИКИ»
Серия: Техническая физика и автоматизация

Выпуск 71

Свидетельство о регистрации средств массовой информации: ПИ № ФС 77 - 28106 от 10 мая 2007 г.

Ответственный за выпуск
Штань А.С

Научное редактирование
Карташев Е.Р.

Компьютерная верстка
Семина А.В.

Адрес редакции: 115230, Москва, Варшавское шоссе, 46, АО «НИИТФА»

Подписано в печать 12.2015			Формат 60x90/8
Офсетная печать	Усл. печ. л.	18,5	Уч. -изд. л.10,4
Тираж 60 экз.	Статей 15		Заказ

Оригинал-макет подготовлен в АО «НИИТФА» с использованием РС.

