

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД
об основных результатах подготовленной научно-квалификационной работы
(диссертации) на тему:

Разработка методики измерений и алгоритмов оценки удельной активности радиологически значимого радионуклида углерод-14 в остеклованных высокоактивных отходах

Направление подготовки 18.06.01 Химическая технология

Направленность Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов

Ю.М. Татарникова
аспирант гр. Д-540

Научный руководитель: член корр. РАН, д.х.н.,
профессор
И.Г. Тананаев

27 июня 2024 г.

Цель работы:

Разработка инструментального метода определения содержания радиологически значимого радионуклида углерод-14 в остеклованных высокоактивных отходах для обоснования возможности их безопасного долговременного размещения в геологической формации пункта глубинного захоронения РАО.

Задачи:

- ☐ Проанализировать аналитические подходы к определению радиологически значимых радионуклидов.
- ☐ Подобрать оптимальные условия для выделения и очистки определяемого радионуклида от мешающих компонентов.
- ☐ Определить условия для измерения удельной активности углерода-14
- ☐ Разработать и внедрить в действующую технологию методики пробоподготовки и измерения удельной активности радиологически значимого радионуклида углерод-14 в ОВАО.

Соответствие паспорту научной специальности: научная работа соответствует паспорту специальности 2.6.8 Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов по направлению исследований: фиксация отходов в виде малоподвижных, безопасных для окружающей среды соединений или трансформация их в полезные продукты.

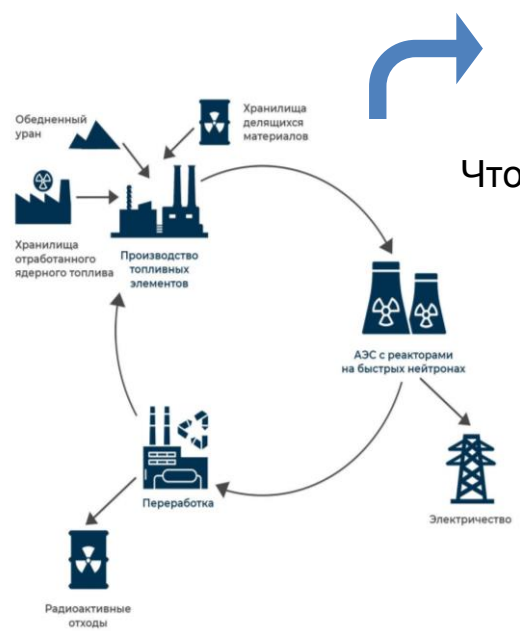
Объект исследования: остеклованные высокоактивные отходы.

Предмет исследования: радиологически значимый радионуклид С-14.

Научная новизна:

- впервые была предложена методика выделения углерода-14 из образца остеклованных ВАО;
- впервые было определено содержание углерода-14 в образце - имитаторе остеклованных ВАО, полученных при переработке отработавшего ядерного топлива реактора ВВЭР-440 методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии;
- разработаны методики пробоподготовки и измерения удельной активности углерода-14.

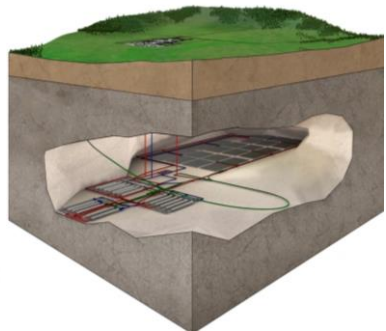
- 1.Определение условий количественного отделения углерода.
- 2.Исследование поведения примесей, мешающих измерению активности углерода-14.
- 3.Разработка методики пробоподготовки образца остеклованных ВАО и измерения удельной активности радтологическим значимого радионуклида углерод-14 методом ЖСС.
- 4.Результаты измерения углерода-14 в имитационном образце остеклованных ВАО.



Пункт глубинного захоронения РАО



Что влияет на безопасность?



Свойства радионуклидов

- Большие $T_{1/2}$
- Низкая сорбционная способность
- Высокая растворимость
- Возможность присутствия в газовой фазе



Радиологически значимые радионуклиды

- ^{14}C
- ^{36}Cl
- ^{129}I
- ^{79}Se
- ^{99}Tc
- $^{135}, ^{137}\text{Cs}$
- $^{234}, ^{235}\text{U}$
- ^{237}Np
- $^{241}, ^{243}\text{Am}$
- ^{245}Cm
- $^{238}, ^{239}, ^{240}, ^{241}, ^{242}\text{Pu}$

Жидкие ВАО содержат:

- значительные количества продуктов деления, таких как Rb, Cs, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Sr, Ba, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Ag, In, Sb, Eu, Gd и др.;
- компоненты топливных сплавов и конструкционных материалов – Fe, Al, Si, Mo, Zr, Nb, Sn, Mg, Cr, Ni;
- ТУЭ.

Необходимо предусмотреть:

- ✓ уверенное применение стандартных методов или методик измерений;
- ✓ соответствие их метрологических характеристик установленным требованиям к содержанию определяемого РЗРН или элемента;
- ✓ доступность средств измерений, включая соответствующие стандартные образцы, а также оборудования, реактивов;
- ✓ наличие способов устранения мешающих влияний сопутствующих компонентов пробы;

- ✓ обеспечение радиационной безопасности персонала при проведении пробоподготовки радиоактивных образцов в условиях «горячей» камеры;





Усредненное расчетное содержание РЗРН в ОВАО

Наименование РЗРН	УА в ОВАО, Бк/г	МД в ОВАО, мкг/г
^{14}C	$8,0 \cdot 10^1$	$4,83 \cdot 10^{-4}$
^{36}Cl	$1,9 \cdot 10^2$	$1,56 \cdot 10^{-5}$
	2,9	$2,38 \cdot 10^{-3}$
^{79}Se	$1,40 \cdot 10^4$	5,4
	$9,9 \cdot 10^3$	3,82
^{90}Sr	$1,00 \cdot 10^9$	$1,97 \cdot 10^2$
^{99}Tc	$9,9 \cdot 10^3$	3,82
	$1,00 \cdot 10^9$	$1,97 \cdot 10^2$
^{129}I	$1,40 \cdot 10^4$	$2,21 \cdot 10^2$
	$2,0 \cdot 10^5$	$3,16 \cdot 10^2$
^{135}Cs	$2,0 \cdot 10^1$	3,06
	$2,9 \cdot 10^1$	4,44
^{137}Cs	$1,10 \cdot 10^4$	$2,56 \cdot 10^2$
^{237}Np	$1,6 \cdot 10^4$	$3,72 \cdot 10^2$
^{241}Am	$1,50 \cdot 10^4$	$4,67 \cdot 10^2$
^{243}Am	$1,70 \cdot 10^2$	$6,53 \cdot 10^1$
^{234}U	$3,60 \cdot 10^6$	$2,84 \cdot 10^1$
^{235}U	$4,20 \cdot 10^5$	$5,68 \cdot 10^1$
^{238}Pu	$4,50 \cdot 10^2$	1,95
^{239}Pu	4,80	$6,01 \cdot 10^1$
^{240}Pu	$4,10 \cdot 10^6$	6,47
^{241}Pu	$4,30 \cdot 10^4$	$1,87 \cdot 10^1$
^{242}Pu	$1,30 \cdot 10^5$	$1,55 \cdot 10^1$
^{245}Cm	$7,20 \cdot 10^6$	1,88

1

Элемент	Соединение для приготовления имитационного раствора	С элемента, мг/дм³
Na	NaOH, NaCl	416
Cl	NaCl, BaCl₂·2H₂O, FeCl₃·6H₂O, HCl	520
Al	Al(NO₃)₃·9H₂O	5402
P	H₃PO₄	14500
Pb	Pb(NO₃)₂	2230
Zn	Zn(NO₃)₂·6H₂O	1930
Br	KBr	1868
Gd	Gd₂O₃	492
Mn	MnSO₄·5H₂O	300
Mo	(NH₄)₂Mo₇O₂₄·4H₂O	162
Cs	CsNO₃	120
Ca	CaCO₃	126
Ba	BaCl₂·2H₂O	160
Pd	Pd	12,5
Pr	Pr(NO₃)₃·6H₂O	56
Sr	SrCO₃	50
Fe	FeCl₃·6H₂O	360
Te	Te	26
Y	Y(NO₃)₃·6H₂O	22
Rb	RbNO₃	16
Cr	Cr(NO₃)₃·9H₂O	84
Ni	Ni(NO₃)₂·6H₂O	148
Nd	Nd₂O₃	56
La	La(NO₃)₃·6H₂O	16
Sm	Sm(NO₃)₃	4,0
Eu (Am, Cm)	Eu(NO₃)₃	6,0
Ce	Ce(NO₃)₃·6H₂O	68
Cd	CdSO₄·8H₂O	5,0
Sn	Sn	6,0
Se	H₂SeO₃	190
Ag	AgNO₃	1,4
Sb	Sb	1,2
U	UO₂(NH₄)(NO₃)₃	590
Th (Pu)	Th(NO₃)₄	0,8
In	In₂O₃	0,1
F	HF	180
S	SO₄ (из солей)	180
Zr*	ZrSO₄·4H₂O	160
Si*	Na₂SiO₃·9H₂O	60
Co	Co(NO₃)₂	50
HNO₃	-	4 моль/дм³

* – Вводили перед проведением эксперимента.

2

Наименование показателя		Количество
Масса вещества, г	NaNO₃	75,95
	Al(NO₃)₃·9H₂O	116,58
	Fe(NO₃)₃·9H₂O	4,75
	Cr(NO₃)₃·9H₂O	1,22
	Ni(NO₃)₂·6H₂O	1,38
	Ca(NO₃)₂·4H₂O	1,35
	CsNO₃	0,27
	Sr(NO₃)₂	0,23
	NaCl	0,20
	NaF	0,10
	Na₂SO₄	0,49
Объем рабочего раствора, см³	HNO₃ (C = 916 г/дм³)	64
	Концентрированная смесь РЗЭ	5,5
	Mo (C = 40,65 г/дм³)	4,9
	Zr (C = 37,02 г/дм³)	6,6
	U _{обсл.} (C = 42,5 г/дм³)	25,8
Конечный объем стеклообразующего раствора, см³		440
Масса MnO₂, г		0,25
Объем этиленгликоля (C = 1106 г/дм³), см³		25

3

Радионуклид	УА радионуклида, Бк/г
137Cs	0,91·10⁴
90Sr	0,96·10⁴
99Tc (100 %)*	1,14·10³
129I (100 %)*	620
14C (100 %)*	4.55·10⁴



Объект анализа	Пробоподготовка	Сцинтилляционная смесь	Средство измерения	Минимально измеряемая активность
Атмосферный воздух около АЭС	Улавливание в раствор NaOH, осаждение BaCO ₃ , кислотное разложение и поглощение CO ₂ раствором амина	CarboSorb-E, Permafluor E+	Жидкосцинтилляционный радиометр альфа-бета-излучения Quantulus 1220	0,008 Бк/г (при счете 1000 мин); 0,014 Бк/г (при счете 300 мин)
Кораллы	Растворение в HCl, отгонка CO ₂ в щелочной раствор	AquaLight LLT	Жидкосцинтилляционный радиометр альфа-бета-излучения Hidex 300 SL	примерно 1 Бк/см ³
Оболочки ТВЭЛ	Кислотное разложение, отгонка CO ₂ в щелочной раствор	Hionic Fluor	—	5 Бк/г
ЯТ	Кислотное разложение, отгонка CO ₂ в щелочной раствор	—	Жидкосцинтилляционный радиометр альфа-бета-излучения Quantulus 1220	0,1 Бк/см ³
Древесина	Озоление, синтез бензола	Optiphase Hisafe 3	Жидкосцинтилляционный радиометр альфа-бета-излучения Quantulus 1220	—

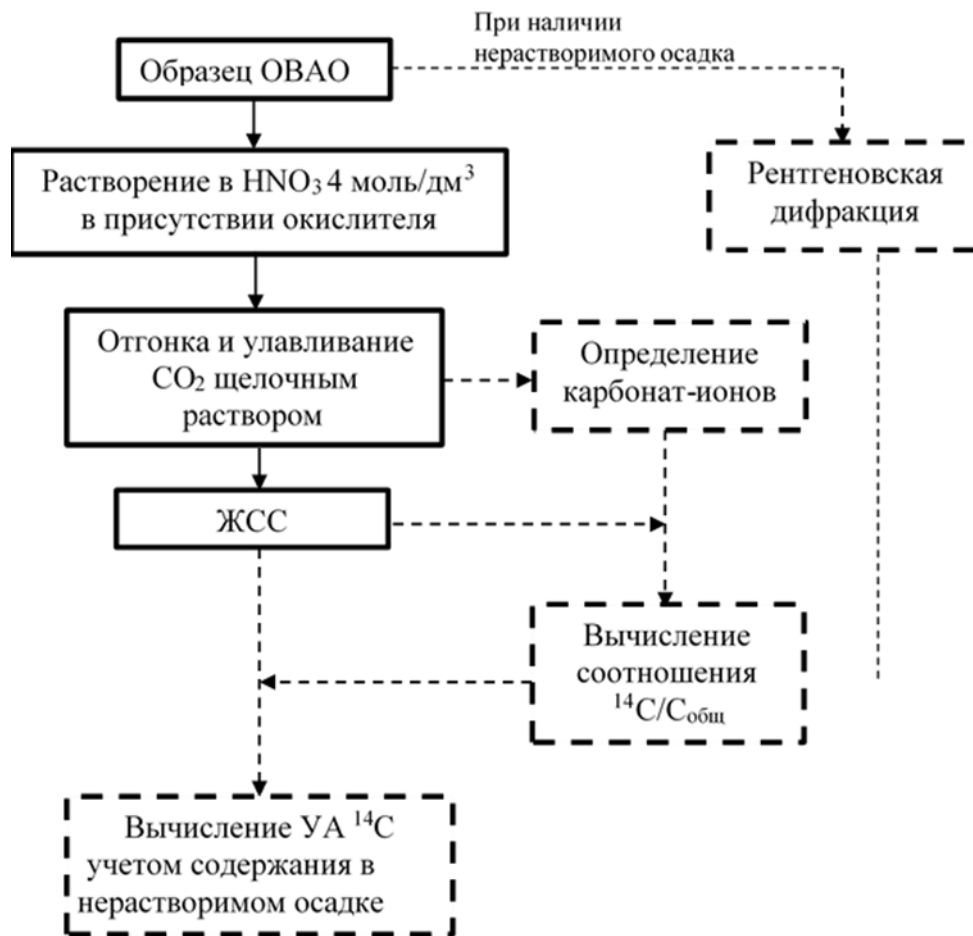
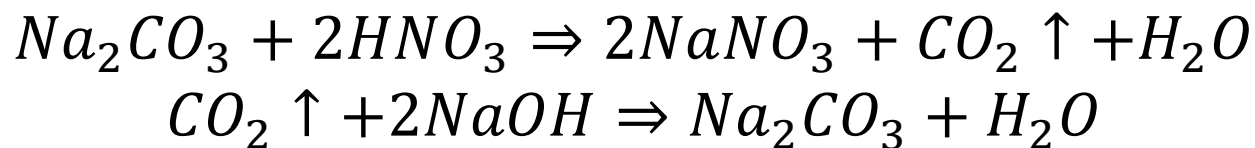


Схема определения содержания ^{14}C в образце ОВАО



Уловительная установка



Результаты определения полноты отгонки CO₂

Доля не отогнанного углерода, %	Доля углерода, перешедшего в поглотительные растворы, относительно исходного количества углерода, %				Суммарный относительный выход углерода в уловителях, %
Колба для растворения	Уловитель № 1	Уловитель № 2	Уловитель № 3	Уловитель № 4	
0	70	28	0	0	98
0	80	14	0	0	94
0	68	27	0	0	95

Результаты определения полноты отгонки ¹⁴CO₂

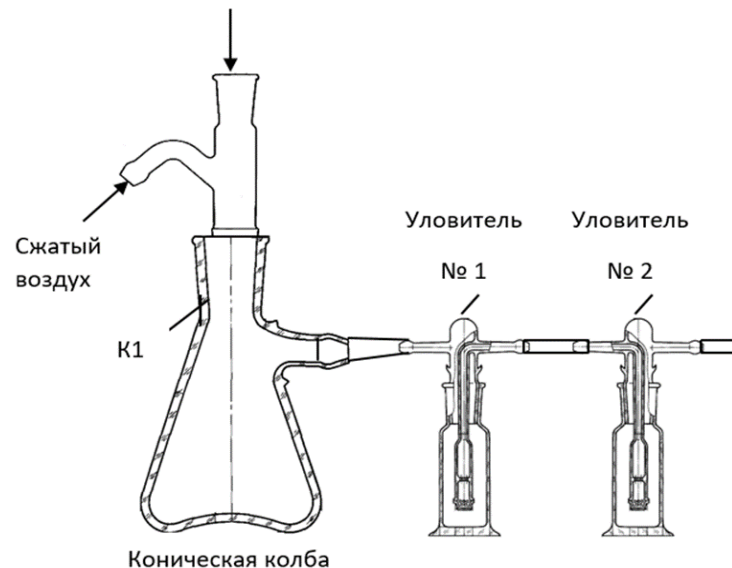
Активность ¹⁴ C, Бк					Суммарный относительный выход ¹⁴ C в уловителях, %
Введено	Найдено				
	Уловитель № 1	Уловитель № 2	Уловитель № 3	Уловитель № 4	
100	84	5	0	0	89
100	77	14	0	0	91
100	91	2	0	0	93

Мешаю- щий РН	Элемент, по которому оценивали КОЧ	МК (ОА) в ИР, мг/дм ³ (*Бк/дм ³)	Объем ИР, см ³	Введено, мкг (*Бк)	Объем уловител я, см ³	МК (ОА) в уловителях , мг/дм ³ (*Бк/дм ³)	Найдено (суммарно в уловителях №№1 и 2), мкг (*Бк)	Полученный КОЧ	Требуемый КОЧ	Заключение
²⁴¹ Pu	Th (stab)	8,00·10 ⁻¹	1,33·10 ¹	1,06·10 ¹	2,00·10 ¹	Менее 1,00·10 ⁻⁵	Менее 2,00·10 ⁻⁴	Более 5,32·10 ²	7,46·10 ⁵	Требуемый КОЧ достигнут
⁶³ Ni	Ni (stab)	1,48·10 ²	1,33·10 ¹	1,97·10 ³	2,00·10 ¹	1,20·10 ⁻³	2,40·10 ⁻²	8,20·10 ⁴	2,27·10 ⁴	
¹²⁵ Sb	Sb (stab)	1,20	1,33·10 ¹	1,60·10 ¹	2,00·10 ¹	2,11·10 ⁻³	4,22·10 ⁻²	3,48·10 ²	3,92·10 ⁸	Требуемый КОЧ не достигнут
¹²⁹ I	¹²⁹ I	8,27·10 ^{3*}	1,33·10 ¹	1,10·10 ^{2*}	2,00·10 ¹	4,45·10 ^{2*}	8,90*	1,24·10 ¹	3,63	Требуемый КОЧ достигнут
⁷⁹ Se	Se (stab)	1,90·10 ²	1,33·10 ¹	2,53·10 ³	2,00·10 ¹	4,50·10 ⁻²	9,00·10 ⁻¹	2,81·10 ³	1,75·10 ³	
⁹⁹ Tc	⁹⁹ Tc	7,52·10 ^{3*}	1,33·10 ¹	1,00·10 ^{2*}	2,00·10 ¹	4,35·10 ^{1*}	8,70·10 ^{-1*}	1,15·10 ²	4,01·10 ⁴	Требуемый КОЧ не достигнут
⁶⁰ Co	Co (stab)	5,00·10 ¹	1,33·10 ¹	6,65·10 ²	2,00·10 ¹	2,43·10 ⁻³	4,86·10 ⁻²	1,37·10 ⁴	6,02·10 ⁵	
¹²⁶ Sn	Sn (stab)	6,00	1,33·10 ¹	7,98·10 ¹	2,00·10 ¹	4,80·10 ⁻²	9,60·10 ⁻¹	8,31·10 ¹	8,83·10 ²	
^{134,135,137} Cs	Cs (stab)	1,20·10 ²	1,33·10 ¹	1,60·10 ³	2,00·10 ¹	1,88·10 ⁻³	3,76·10 ⁻²	4,24·10 ⁴	2,23·10 ⁸	
⁹⁰ Sr	Sr (stab)	5,00·10 ¹	1,33·10 ¹	6,65·10 ²	2,00·10 ¹	4,01·10 ⁻³	8,02·10 ⁻²	8,29·10 ³	1,55·10 ⁸	
¹⁵² Eu	Eu (stab)	6,00	1,33·10 ¹	7,98·10 ¹	2,00·10 ¹	8,58·10 ⁻⁴	1,72·10 ⁻²	4,65·10 ³	5,59·10 ³	
^{108m} Ag	Ag (stab)	1,40	1,33·10 ¹	1,86·10 ¹	2,00·10 ¹	1,79·10 ⁻²	3,58·10 ⁻¹	5,20·10 ¹	8,00	Требуемый КОЧ достигнут



Методика пробоподготовки:

1. В ступку помещают образец ОВАО, -размер частиц не более 5 мм (определяют визуально).
2. Взвешивают навеску пробы массой от 0,95 до 1,05 г.
3. В ловители № 1 и № 2 помещают по 10 см³ раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм³.
4. Соединяют все части ловительной установки и подключают сжатый воздух таким образом, чтобы скорость пузырьков в ловителях была от двух до трех пузырьков в секунду.
5. В подготовленную ловительную установку, помещают навеску ОВАО и гипохлорит кальция массой от 0,010 до 0,020, добавляют 20 см³ раствора азотной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³.
6. После растворения навески ОВАО в К1 добавляют карбонат натрия массой от 0,040 до 0,050 г. Закрывают колбу и включают режим перемешивания и нагревания.
7. Спустя 60 минут ловительную установку разбирают, раствор из К1 количественно переносят в пробирку вместимостью 50 см³.





Методика пробоподготовки:

8. Растворы из У1 и У2 количественно переливают в К1.

У1 и У2 заполняют раствором гидроксида натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм³ объемом по 10,0 см³. Собирают уловительную установку.

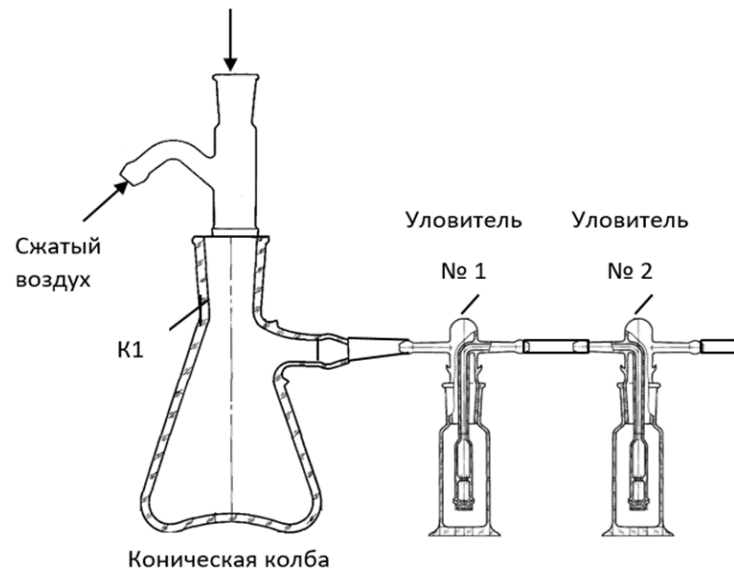
9. К раствору в К1 добавляют 40 см³ раствора азотной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ и включают режим перемешивания и нагревания.

Спустя 60 минут, магнитную мешалку выключают, уловительную установку разбирают. Раствор из К1 сливают.

10. Повторяют действия 1-9 еще один раз в «горячем» боксе. Затем еще один раз в радиохимическом шкафу.

Спустя 60 минут магнитную мешалку выключают, растворы из У1 и У2 объединяют и перемешивают.

Полученный раствор передают на измерение удельной активности радионуклида углерод-14 методом ЖСС.





РН	Ориентировочное содержание в имитационном стекле, Бк/гОВАО (мкг/гОВАО*)	Результат измерений, Бк/гОВАО (мкг/г ОВАО*)
^{14}C	45500**	1,9
^{99}Tc	1140**	628
^{129}I	620**	2,9
^{135}Cs	—	184
^{137}Cs	9100	10600
Al	74600*	73000
P	237000*	230000
Na	195000*	240000
** Расчет проведен условно, исходя из полного 100%-ного в стекло.		

Сводная таблица. Результаты измерений РЗРН и макрокомпонентов в имитационном образце ОВАО



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

по результатам аттестации методики измерений
«УГЛЕРОД-14, ЙОД-129, ХЛОР-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии»

1. На рассмотрение представлена документация, разработанная ЦЗЛ ФГУП «ПО «Маяк»:

Методика измерений «УГЛЕРОД-14, ЙОД-129, ХЛОР-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии» И.ЦЗЛ.МИ.485.11-2023 инв.№ 5.8/21038 н/с на 30 л.;

Отчет о разработке (аттестации) методики измерений «Углерод-14, йод-129, хлор-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии И.ЦЗЛ.МИ.485.11-2023 рег. № 193-5.8/6022 н/с на 54 л.;

Инструкция «УГЛЕРОД-14. Методика пробоподготовки образца остеклованных высокоактивных отходов » И.ЦЗЛ.МИ.485.1-2023 рег. № 5.8/21026 н/с на 14 л.

Инструкция «ЙОД-129. Методика пробоподготовки образца остеклованных высокоактивных отходов» И.ЦЗЛ.МИ.485.3-2023 рег. № 5.8/19073 н/с на 13 л.;

Инструкция «ХЛОР-36. Методика пробоподготовки образца остеклованных высокоактивных отходов» И.ЦЗЛ.МИ.485.6-2023 рег. № 5.8/21035 н/с на 14 л.

2. По результатам метрологической экспертизы документов установлено:

- методика измерений соответствует ее целевому назначению, свойствам объекта измерений и характеру измеряемых величин;
- условия выполнения измерений соответствует требованиям к применению методики измерений;
- показатели точности результатов измерений и способы обеспечения достоверности измерений, приведенных в методике, соответствуют установленным обязательным метрологическим требованиям к измерениям;
- используемые в составе методики измерений средства измерений (и стандартные образцы) соответствуют условиям обеспечения прослеживаемости результатов измерений к государственным первичным эталонам единиц величин;

- записи результатов измерений соответствуют требованиям к единицам величин, допущенным к применению в Российской Федерации (ГОСТ 8.417-2002 «Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин»);

- форма представления результатов измерений соответствует метрологическим требованиям МИ 1317-2004 «Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров»;

- правила построения и изложения документов на методики измерений соответствуют требованиям ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений»;

- форма представления метрологических характеристик методики измерений соответствует отраслевым требованиям по ГОСТ Р 8.932-2017 «Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к методикам (методам) измерений в области использования атомной энергии»;

- процедура контроля качества измерений и периодичность контроля соответствует требованиям ГОСТ Р 8.984-2019 «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества измерений в области использования атомной энергии»;

- способ установления метрологических характеристик методики измерений соответствует требованиям

ОСТ 95 10353-2008 «Отраслевая система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик выполнения измерений»;

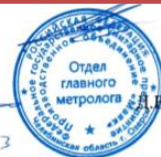
ГОСТ Р 8.997-2021 «Государственная система обеспечения единства измерений. Алгоритмы оценки метрологических характеристик при аттестации методик измерений в области использования атомной энергии».

3. Методика измерений соответствует области аккредитации метрологической службы ФГУП «ПО «Маяк» и может быть применена для измерения удельной активности радионуклидов углерода-14, йода-239, хлора-36.

4. Методику измерений «УГЛЕРОД-14, ЙОД-129, ХЛОР-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии» И.ЦЗЛ.МИ.485.11-2023 считать аттестованной, допустить к применению на ФГУП «ПО «Маяк», и выдать свидетельство об аттестации № 2761-01.00062-2023.

Главный метролог – начальник службы

Эксперт-метролог



С.Л. Мелехин

Д.В. Афанасенко

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ «МАЯК»**

(ФГУП «ПО «МАЯК»)
г. Ленинград, д. 31, г. Озерск, Челябинская обл., Россия, 456784.
Телефон (35130) 3 70 11, 3 31 05, факс (35130) 3 38 26, E-mail: mayak@po-mayak.ru
ОКПО 07622740, ОГРН 1027401177209, ИНН 7422006795, КПП 741301001

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
об аттестации методики измерений
№ 2761 - 01.00062 - 2023**

Методика измерений «УГЛЕРОД-14, ЙОД-129, ХЛОР-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии», разработанная ЦЗЛ ФГУП «ПО «Маяк» (ул. Ермолаева, д. 18, г. Озерск, Челябинская обл., Россия, 456784), регламентированная в инструкции И.ЦЗЛ.МИ.485.11-2023 «УГЛЕРОД-14, ЙОД-129, ХЛОР-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии» (инв. № 5.8/21038 н/с), 2023 год утверждения, на 30 страницах, аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

Методика измерений распространяется на образцы остеклованных высокоактивных отходов, образующихся при регенерации отработанного ядерного топлива, и предназначена для измерения удельной активности радионуклидов углерод-14, йод-129, хлор-36 методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии.

Аттестация осуществлена по результатам расчётно-экспериментальных исследований, отраженным в «Отчете о разработке (аттестации) методики измерений «Углерод-14, йод-129, хлор-36. Методика измерений удельной активности в образце остеклованных высокоактивных отходов методом жидкостной сцинтилляционной спектрометрии И.ЦЗЛ.МИ.485.11-2023» рег. № 193-5.8/6022 н/с.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и допускается к применению на ФГУП «ПО «Маяк».

РЕЗУЛЬТАТЫ АТТЕСТАЦИИ

1 Характеристики погрешности результатов измерений

Диапазон измерений, характеристики относительной суммарной погрешности результатов измерений удельной активности радионуклидов углерод-14, йод-129, хлор-36 при доверительной вероятности $P = 0,95$ и числе параллельных определений $n = 2$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, характеристики относительной суммарной погрешности и ее составляющие

Радионуклид	Диапазон измерений удельной активности, Бк/г	Характеристика сходимости $\sigma_{\text{сх}}$	Характеристика правильности $\theta_{\text{с}}$	Характеристика неслучайной систематической погрешности θ	Доверительные границы относительной суммарной погрешности δ
Углерод-14	От 4,8 до $4,6 \cdot 10^2$ включ.	0,18	$\pm 0,13$	$\pm 0,33$	$\pm 0,42$
Йод-129	От 4,7 до $2,3 \cdot 10^2$ включ.	0,19	$\pm 0,15$	$\pm 0,34$	$\pm 0,44$
Хлор-36	От 2,8 до $2,0 \cdot 10^2$ включ.	0,19	$\pm 0,18$	$\pm 0,35$	$\pm 0,45$

2 Контроль качества измерений

2.1 Внутренний оперативный контроль (ВОК) сходимости

ВОК сходимости проводить при получении каждого результата измерений путем сравнения расхождения результатов параллельных определений с нормативом ВОК сходимости. Норматив ВОК сходимости в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Норматив ВОК сходимости (в относительных единицах)

Радионуклид	Диапазон измерений удельной активности, Бк/г	Норматив сходимости d
Углерод-14	От 4,8 до $4,6 \cdot 10^2$ включ.	0,49
Йод-129	От 4,7 до $2,3 \cdot 10^2$ включ.	0,50
Хлор-36	От 2,8 до $2,0 \cdot 10^2$ включ.	0,53

2.2 ВОК точности (погрешности)

ВОК точности (погрешности) измерений проводить методом добавок в соответствии с ГОСТ Р 8.984-2019 «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества измерений в области использования атомной энергии» и 14.2 методики измерений.

Периодичность ВОК точности (погрешности) зависит от числа проб за контролируемый период и определяется по ГОСТ Р 8.984 (таблица 1).

3 Дата выдачи 18.09.2023

4 Срок действия свидетельства до 18.09.2028

Главный метролог –
начальник службы



С.Л. Мелехин

М.П.

18.09.2023

Выполненная работа была направлена на разработку методики пробоподготовки и измерения радиологически значимого радионуклида ^{14}C , в образце остеклованных высокоактивных отходов, накопленных на ФГУП «ПО «Маяк».

Методология исследований заключалась в выборе аналитического метода, обеспечивающего измерение активности определяемого РН на уровне, соответствующем реальному содержанию в образце ОВАО, установлению мешающих определению компонентов пробы и последующему экспериментальному поиску условий их нивелирования.

Выводы и предложения для измерения удельной активности ^{14}C :

- 1) наиболее предпочтительным был выбран метод ЖСС;
- 2) пробоподготовка образца ОВАО заключалась в отгонке и улавливании выделяющегося углекислого газа при растворении образца ОВАО. Для достижения требуемых КОЧ необходимо проводить дополнительную очистку раствора уловителя путем двукратного отгона в «горячей камере» и проведение третьей стадии отгонки в радиохимическом боксе;
- 3) численное значение активности РН при измерении методом ЖСС возможно получить при условии присутствия в счетном образце мешающих РН в активностях, не превышающих в 100 раз активность определяемого РН;
- 4) с использованием имитационного раствора, представляющего собой раствор, близкий по составу к раствору, получаемому после растворения ОВАО, оценены коэффициенты выхода ^{14}C , погрешность пробоподготовки, и погрешность измерения;
- 5) разработаны методики пробоподготовки и измерения, в соответствии с которыми также проведен анализ имитационного ОВАО, приготовленного с внесением меток ^{14}C . Полученный результат свидетельствует о значительном уносе ^{14}C на стадии плавки стекла.



1. **Статьи в журналах, рецензируемых ВАК РФ:** Ю.М. Татарникова, Е.В. Чухланцева, О.В. Степанова, О.Ю. Диченко, Т.А. Зайцева, К.А. Джевелло, Е.Л. Мурашова, Е.А. Беланова, П.А. Блохин./ Определение радиоэкологически значимых радионуклидов углерода-14, технеция-99, йода-129 в остеклованных высокоактивных отходах, образующихся при переработке отработавшего ядерного топлива. Журнал аналитической химии, 2023, Т.78, №12, стр. 1151-1162 DOI:10.31857/S0044450223120046
2. **Отчеты, научные статьи и доклады:**
 - ✓ Международная научно-техническая школа-семинар по ядерным технологиям ИРМ, г. Екатеринбург, 26-27 сентября 2019г./Сборник тезисов докладов/ Ю.М. Татарникова, О.В. Старовойтова, К.А. Джевелло / Разработка методики отделения Pu от примесей методом хроматографической экстракции с их последующим определением методом ICP-MS.
 - ✓ Открытая научно-техническая конференция Молодежного движения АО «СХК»-2023, 11-13 апреля 2023 / материалы конференции. Изд-во АО «СХК», 2023 – 61 с. Ю.М. Татарникова, А.М. Обанина, Е.В. Чухланцева, Зайцева Т.А. / Измерение удельной активности углерода-14 в остеклованных высокоактивных отходах.
 - ✓ Открытая научно-техническая конференция Молодежного движения АО «СХК»-2023, 11-13 апреля 2023 / материалы конференции. Изд-во АО «СХК», 2023 – 61 с. : О.Ю. Диченко, Ю.М. Татарникова, Е.В. Чухланцева, Зайцева Т.А. / Измерение удельной активности технеция-99 и цезия-135 в остеклованных высокоактивных отходах.
 - ✓ Школа молодых ученых «Научные основы завершающих стадий ядерного топливного цикла» Московская область, Коломенский район, 2024 г. / Сборник тезисов докладов / Ю.М. Татарникова, Е.В. Чухланцева, О.В. Степанова, О.Ю. Диченко, П.А. Блохин.
 - ✓ III Международная научно-практическая конференция молодых ученых и специалистов «ЗА НАМИ БУДУЩЕЕ» и пилотный проект Международный конкурс «Лучший молодой метролог МГС СНГ» 2024. / Сборник тезисов докладов, 2024 – 500с. Татарникова Ю.М., Чухланцева Е.В., Степанова О.В., Джевелло К.А., Диченко О.Ю. / Разработка методик измерений радионуклидного состава остеклованных высокоактивных отходов с целью их характеристики и последующего глубинного захоронения.
 - ✓ II отраслевая конференция «Современные методы аналитического контроля: перспективы и возможности» 09-12 октября 2023г. Доклад на тему: «Измерение удельной активности радиоэкологически значимых радионуклидов в остеклованных высокоактивных отходах ФГУП «ПО «Маяк».
 - ✓ Отчет «Разработка методических подходов к измерениям и расчетам содержания радиологически значимых радионуклидов в образце остеклованных высокоактивных отходов»: отчет / ФГУП «ПО «Маяк»; исполн.: Е. В. Чухланцева, С. И. Ромадова, Ю.М. Татарникова [и др.] – 2022. – 285 с. – Инв. № 5.8/20610.



МАЯК
РОСАТОМ

Спасибо за внимание!