

KJM 1060 laboratorieoppgave 5:

Radiokjemi

Skrevet av Jon Petter Omtvedt, mai 2004
Sist oppdatert: 10. Oktober 2004.

Læringsmål med denne oppgaven:

- Studenten skal få praktisk erfaring med hvordan åpne radioaktive kilder håndteres på laboratoriet (sikkerhet og arbeidsprosedyrer).
- Oppgaven viser hvordan størrelser som er vanskelig å måle med vanlige metoder, i dette tilfellet fordelingen av technetium mellom en vannfase og organisk fase, enkelt kan måles ved hjelp av et radioaktivt sporstoff (tracer).
- Studenten skal få innblikk i hvordan γ -stråling kan måles (γ -spektroskopi) og hvordan slike målinger kan benyttes til å identifiseres og bestemme mengden av radionuklider.
- Studenten skal forstå hvordan en isotopgenerator virker.
- Studenten skal forstå prinsippet for nøytronaktiveringsanalyse.

Innledning

Bakgrunn for oppgaven

Oppgaven er laget for å illustrere en del viktige sider ved det foreleste pensumet. Det er derfor viktig at du har fulgt forelesningene og gått grundig gjennom forelesningsnotatene. Siden bakgrunnen for øvelsen allerede er dekket av forelesningene, vil det ikke holdes noen gjennomgang før laboratorieøvelsen.

Du bør spesielt lese/repeterer følgende deler av radiokjemikompndiet:

- Kapitlet om "Hvordan man beskytter seg mot stråling"
- Kapitlet om "Deteksjon av stråling", spesielt delen om γ -spektroskopi og NaI detektorer.
- Kapitlet om "Anvendelser av radioaktivitet med eksempler fra kjemisk analyse"

Forarbeid før arbeidet på laboratoriet begynner

Før du får lov til å starte arbeidet på laboratoriet må du ha gjort følgende:

- Svart på spørreark med repetisjonsspørsmål fra radiokjemikompndiet. Innleveringsfristen for dette er noen dager før laboratorieøvelsesdagen. Du vil få opplyst om innleveringsfristen på forelesningene og på kursets verdensvevsider.
- Skrevet under på skjema som stadfester at du har lest og forstått sikkerhetsreglene for

radiokjemilaboratoriet.

Sikkerhetsregler



Er du litt nervøs fordi du skal arbeide med radioaktivt materiale? På laboratoriet har vi måleinstrumenter som vi benytter til å overvåke strålenivået og hvor radioaktiviteten til enhver tid befinner seg - du kan derfor hele tiden få verifisert at verken du eller dine medstudenter utsettes for farlig stråling.

For gravide gjelder det spesielt strenge krav når det gjelder strålevern. Mengden aktivitet vi benytter i denne øvelsen er imidlertid så liten at vi ligger langt under sikkerhetsgrensene. *Ønsker du mer informasjon om sikkerhetsreglene for gravide så henvend deg til veileider.*



Det er en gjeldene regel at ingen skal utsettes for unødvendig stråling, slik at den strålebelastning hver enkelt får, blir minst mulig. Alt arbeid med radioaktive nuklider må derfor planlegges og utføres særlig omhyggelig. Ved uforsiktighet eller slurv kan en lett spre radioaktivitet ukontrollert (kontaminere) på seg selv og omgivelsene. *For å unngå dette, er det viktig å holde utstyr som har vært i kontakt med radioaktivitet adskilt fra utstyr man vet ikke er kontaminert.*

Ved planleggingen av de enkelte forsøk må en alltid ha for øye hvilke forholdsregler som må tas for å forhindre ukontrollert spredning av radioaktivt materiale. Det er derfor en del regler som vil bli forlangt overholdt:

- Spesiell laboratoriefrakk (*ikke din egen*) skal brukes under alt arbeid på laboratoriet og *den skal ikke tas med eller bæres utenfor laboratoriet.*
- Spising og røyking på laboratoriet er forbudt, dette inkluderer tyggegummi og pastiller.
- Bare nødvendige papirer og skrivesaker skal taes med inn på laboratoriet.
- Vesker og personlige effekter settes igjen i garderoben.
- Før et forsøk settes i gang, skal alt utstyr være til stede på arbeidsplassen.
- Et forsøk skal alltid først gjennomføres fullstendig med inaktive stoffer, slik at uforutsette komplikasjoner ikke oppstår under arbeid med aktivitet.
- Hansker og briller skal brukes når det er fare for kontaminering og sprut. Hanskene skal kontrollmåles med jevne mellomrom og før de taes av.
- Alle forsøk med radioaktive stoffer skal utføres på et plastfat med absorberende papir i bunnen.
- Kontroller med jevne mellomrom at spredning av radioaktivitet ikke forekommer. Mål hansker og utstyr under forsøkets gang.
- Alle uhell som fører til kontaminering av personer, utstyr eller omgivelser, skal øyeblikkelig meldes til veilederen.
- Alt fast radioaktivt avfall skal plasseres i spesielt merkede plastbøtter. Glass og metall skal ikke blandes med papir og plast. Løsninger helles på dertil anviste beholdere. Brennbare organiske væsker holdes adskilt fra vandige løsninger. Radioaktive løsninger skal under ingen omstendigheter helles ukontrollert i vanlig vask.
- Når et forsøk er ferdig, skal arbeidsplassen ryddes og alt utstyr rengjøres og kontrolleres, slik at det er klart for bruk igjen. Alle radioaktive preparater skal, før de settes bort, merkes og eventuelt skjermes.

- Når laboratoriet forlates, skal man vaske hendene. Kontroller hender og føtter for mulig kontaminasjon på hånd/fot monitoren som står innenfor hovedinngangen til kjernekjemi (utenfor forelesningsrommet, VU55). Kontrollprosedyren er forklart bakerst i denne oppgavebeskrivelsen.

Etter å ha lest instruksene ovenfor og kapittelet i radiokjemikompendiet om "Hvordan man beskytter seg mot stråling" skal du skrive under på at du har gjort dette på skjema nedenfor (vil du ikke rive ut siden fra kompendiet kan du trykke ut skjemaet fra kursets verdensvevsider eller få et ekstra skjema fra veileder). Underskrevet skjema skal leveres veileder. Du har ikke lov å arbeide på laboratoriet før skjemaet er underskrevet og levert.



Sikkerhetsregler for radioaktivitetslaboratorium til kurset KJM 1060

Undertegnede bekrefter å ha lest sikkerhetsreglene for radiokjemilaboratoriet til KJM 1060 og kapittelet om "Hvordan man beskytter seg mot stråling" i KJM 1060 radiokjemikompendiet.

Blindern (dato)

.....
(studentens underskrift)

Laboratorieøvelsen

Navn:	
Samarbeidet med:	
Laboratorieparti:	Dato:
Godkjent:	Dato:

Oppgave 1: Arbeid med radioaktivt materiale

I denne første oppgaven skal du lære hvordan du bruker en kontaminasjonsmonitor til å finne kontaminert utstyr eller områder. Monitoren er en enkel radioaktivitetsdetektor som benytter en håndholdt gassfylt probe (Geiger-Müller detektor) til å finne steder med radioaktivitet. Veileder viser deg hvordan du skal bruke monitoren.

Gi en kort beskrivelse av hva som er viktig å huske på når du benytter monitoren:

Utfør følgende målinger med proben tilkoblet håndmonitoren:

Tellehastigheten (antall tellinger per sekund - cps) på følgende steder:

Labbenken: cps

Avtrekkskapet: cps

Utenfor laboratoriet: cps

Var det signifikant forskjell på tellehastighetene på de forskjellige stedene?

Ta av proben - *vær forsiktig så du ikke drar i ledningen* (spør veileder om hjelp). Monitoren har en innebygd liten detektor som er kalibrert for å måle dosehastighet. Dosehastighet er et mål for hvor mye strålebelastning kroppen din får per tid og måles i sievert per tidsenhet. Sievert er en stor enhet og dosehastigheten angis derfor i μSv per time. Til sammenligning vil den naturlige bakgrunnstrålingen gi deg en årsdose på ca. 4 mSv (0.46 μSv per time).

Mål dosehastigheten på de samme stedene du målte tellehastigheten:

Labbenken: $\mu\text{Sv/h}$

Avtrekkskapet: $\mu\text{Sv/h}$

Utenfor laboratoriet: $\mu\text{Sv/h}$

Koble til den løse proben igjen. Det er satt ut en kilde på en av laboratoriebenkene (stedet er tydelig merket). Kilden er godt skjermet, men du kan stikke proben innenfor skjermingen slik at du ser hva som skjer når proben finner radioaktivitet:

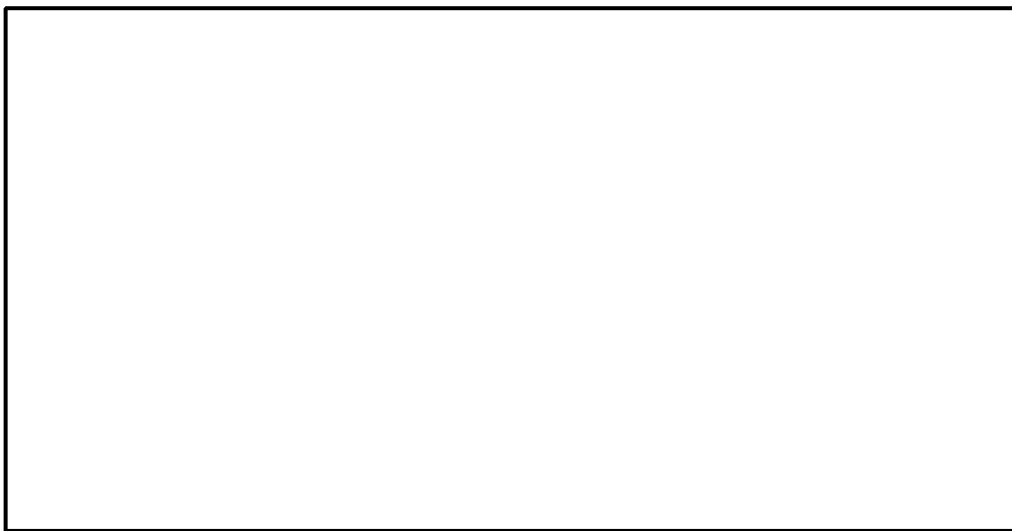
Hvilken kilde er satt ut?

Hold proben inntil kilden. Hva er tellehastigheten? cps

En benkeplate skal kontrolleres for kontaminasjon. For denne delen av øvelsen er kontaminasjonene dekket til og forseglet, du behøver derfor ikke bekymre deg om at du kan få radioaktivitet på deg selv eller klærne dine. Av samme årsak kan vi derfor gjennomføre øvelsen utenfor avtrekkskapene. For øvelsens skyld skal du likevel iaktta de samme forsiktighetsregler du ville ha gjort om det hadde vært en ubeskyttet kontaminasjon.

Det er viktig at du behersker denne øvelsen - i oppgave 2 og 3 skal du arbeide med radioaktivitet som ikke er innkapslet og da må du kunne identifisere eventuelle kontaminasjoner!

Finn kontaminasjone(ne) på platene. Tegn inn omtrentlig posisjon og angi tellehastigheten til hvert kontaminerte område på skissen:



Demonstrasjon: Uttak av ^{99m}Tc fra isotopgenerator.

Prinsippet for en isotopgenerator er gjennomgått på forelesningene. Generatoren vi benytter i dag lager nukliden ^{99m}Tc . På forberedelseskjemaet så har du alt forklart prinsippet for en slik generator. Her viser vi hvordan generatoren ser ut og anvendes i praksis.

Hvor ofte kan generatoren "melkes"?

Hvordan får man aktiviteten ut av generatoren? Lag skisse!

Veileder vil ta ut litt av ^{99m}Tc løsningen og overføre til 20 mL løsning som inneholder 0.1 M HNO_3 og 0.05 M KBrO_3 for hver gruppe. Mengden ^{99m}Tc du får er så liten at det ikke medfører noen helsefare, men du skal likevel være meget forsiktig!

Transporter alltid radioaktive løsninger i fat med absorberende papir i bunn og helst med tett lokk. Husk å holde radioaktive løsninger og kontaminert utstyr (utstyr som har vært i kontakt med den radioaktive løsningen) separat fra alt annet utstyr. *Arbeid og lagring av radioaktive løsninger skal alltid foregå i fat med absorberende papir i bunnen. Bruk hansker og labfrakk!*

Sett stamløsningen din med ^{99m}Tc i et stødig stativ i avtrekksskapet ditt. Du skal bruke den i oppgave 2 og 3.

Oppgave 2: Måling av ^{99m}Tc γ -spektrum (γ -spektroskopi)

I denne oppgaven lærer du å bruke NaI-detektoren til å ta opp et spektrum av γ -strålingen fra ^{99m}Tc . Du lærer å analysere spektret for å bestemme mengden ^{99m}Tc i prøven.

Husk hansker og labfrakk. *Søler du på hanskene (bruk monitoren til å kontrollere) skal disse skiftes umiddelbart!* Kontaminerte hansker skal kastes i spesielle avfallsbøtter.

Ta ut 0.5 mL av ^{99m}Tc stamløsningen med en automatpipette og overfør til et 20 mL telleglass. Sett på lokket og kast pipettespissen i den gule spesialbeholderen som er merket for formålet.

Kontroller at det ikke er aktivitet utenpå telleglasset ved å tørke av med papir og så kontrollere papiret for eventuell kontaminasjon med håndmonitoren.

Når du er sikker på at telleglasset ikke er kontaminert på utsiden kan du ta med deg glasset til tellerrommet. Veileder vil vise hvordan du bruker NaI detektoren og γ -spektroskopi analyseprogrammet Maestro.

Sett telleren til å måle i 180 sekunder og mål først bakgrunnen (uten prøve foran detektoren). Lag en utskrift av bakgrunnsspektret.

Slett bakgrunnsspektret og sett ^{99m}Tc prøven foran telleren. Ta opp et nytt 180 sekunders spektrum. Når telleren stopper lager du en utskrift av dette spektret også. Tc-toppen er merket med rødt, klikk på toppen og du vil få frem data om toppen.

Antall tellinger, N , i toppen ("Net Area"):

Totalt antall tellinger, N_{tot} , i merket område ("Gross Area"):

Telletid, t ("Live Time"): sek

Tellehastighet, $R = N/t$: cps

γ -toppens energi: keV

Vil bakgrunnen gi falske tellinger i ^{99m}Tc -toppen? (spør veileder!)
Forklar hvorfor/hvorfor ikke, gjerne med en skisse:

Oppgave 3: Utbyttet av Tc i væske-væske ekstraksjon.

I denne oppgaven lærer du hvordan du kan bruke en radioaktiv nuklide til å måle en egenskap til et grunnstoff og hvordan radioaktive nuklider kan brukes som sporstoff (tracer) for å undersøke en kjemisk reaksjon.

Utslippene av technetium fra kjernebrensel-gjenvinningsanlegget i Sellafield i Storbritania har bekymret norske myndigheter og journalister. Det er forholdsvis enkelt å vise at utslippene ikke representerer noen helserisiko, men de fleste mener at det er unødvendig å dumpe avfall som forholdsvis enkelt kan fanges opp og deponeres.

Vi skal ikke ta opp den debatten her, men vi skal vise hvordan Tc kan ekstraheres fra en vannfase ved hjelp av væske-væske ekstraksjon. Metoden egner seg neppe for Sellafield anlegget, men den illustrerer hvor enkelt det er å følge et radioaktivt grunnstoff i en kjemisk reaksjon! Av denne grunnen benyttes radioaktivt merkede forbindelser som sporstoff i et bredt spektrum av undersøkelser innen en rekke forskjellige fagfelt.

Til et 15 mL sentrifugerør tilsetter du 2.5 mL 0.1 M HNO_3 / 0.05 M KBrO_3 løsningen. Tilsett 0.5 mL av $^{99\text{m}}\text{Tc}$ stamløsningen. Tilsett så 3.0 mL 0.05 M trioctylamin i toluen løsning. Rist løsningen grundig i ett minutt. Overfør 2 mL av hver fase til telleglass. *Vær nøyaktig så du ikke får med feil fase!* Det lønner seg å overføre 2 mL av den øverste fasen, så fjern resten og så overføre 2 mL av den underste fasen.

Mengden $^{99\text{m}}\text{Tc}$ i de to fasene bestemmes ved kvantitativ analyse av γ -spektrene. Mål spektrene og noter og regn ut følgende:

Tellinger i organisk fase, N_{org} ("Net Area"):

Telletid for organisk fase, t_{org} ("Live Time"): sek

Tellehastighet for organisk fase, R_{org} ($N_{\text{org}}/t_{\text{org}}$):..... cps

Tellinger i vannfasen, N_{aq} ("Net Area"):

Telletid for vannfasen, t_{aq} ("Live Time"): sek

Tellehastighet for vannfasen, R_{aq} ($N_{\text{aq}}/t_{\text{aq}}$): cps

Fordelingsforhold, $D = R_{\text{org}}/R_{\text{aq}}$:

Ekstraksjonsutbytte, $E = R_{\text{org}}/(R_{\text{org}} + R_{\text{aq}}) * 100$: %

Oppgave 4: Analyse av mangan i stål ved nøytronaktivering

På forelesningene og i kompendiet har du lært om hvordan nøytroner kan benyttes til å aktivere, det vil si gjøre radioaktivt, et inaktivt grunnstoff. Vi skal her vise deg hvordan dette benyttes til å kvantitativt bestemme mengden av manganinnholdet i en stålprøve.

For å bestemme den absolutte mengden mangan i prøven er det veid inn KMnO_4 til et like stort volum som selve stålprøven. Denne bruker vi som *standard*, siden vi kjenner mengden Mn i denne.

Før laboratoreøvelsen startet ble prøve og standard plassert i identiske bestrålingsposisjoner rundt nøytronkilden. Like mange nøytroner vil treffe KMnO_4 prøven som stålprøven siden de har lik geometrisk form. Manganet i standard og prøve vil derfor aktiveres med samme effektivitet, og forholdet mellom mengden radioaktivitet vil tilsvare forholdet mellom mengden mangan.

Siden γ -stråling er meget gjennomtrengende trenger vi ikke å gjøre noe prøveopparbeidelse i det hele tatt. Prøven kan måles som den er. Dette kalles *ikke-destruktiv analyse*.

Mål prøve og standarden på NaI detektoren:

Vekt KMnO_4 standard (fra veileder): g
Tellinger for KMnO_4 standard, N_{st} ("Net Area"):
Telletid for KMnO_4 standard, t_{st} ("Live Time"): sek
Starttid for KMnO_4 standard, T_1 : hh:mm
Tellehastighet for standard, $R_{st} = N_{st}/t_{st}$: cps

Vekt stålprøve (fra veileder): g
Tellinger for stålprøve, N_{pr} ("Net Area"):
Telletid for stålprøve, t_{pr} ("Live Time"): sek
Starttid for stålprøven, T_2 : hh:mm
Tellehastighet for stålprøve, $R_{pr} = N_{pr}/t_{pr}$: cps

forts. neste side

Du kan nå regne ut mengden Mn i stålprøven. Husk at det aktiverte manganet er radioaktivt og at det derfor blir mindre av det ettersom tiden går. Vi må derfor korrigere for desintegrasjon i tiden mellom standard og prøve ble talt. Korreksjonstiden, ΔT , er lik $T_2 - T_1$

og du bruker at $R = R_0 e^{-\lambda \Delta T} = R_0 \left(\frac{1}{2}\right)^{\Delta T / T_{1/2}}$, der $T_{1/2} = 155$ min. (halveringstiden til ^{56}Mn).

Molekylvekt KMnO_4158,0... g/mol
Molekylvekt Mn54,9... g/mol
Mengde Mn i KMnO_4 standarden: g
Antall tellinger per gram Mn: cps/g
Tiden mellom tellingen av prøve og standard: min.
Antall tellinger per gram Mn om standarden hadde blitt talt samtidig med stålprøven (bruk formelen for desintegrasjon ovenfor): cps/g
Mengde Mn i stålprøven: g
Mengde Mn i stålprøven i prosent: %

Vis utregninger på baksiden av dette arket eller eget ark!

Når du er ferdig - personkontaminasjonskontroll

Når du skal gå fra laboratoriet skal hansker tas av (kontroller for kontaminasjon først) og kastes, frakk henges opp og hender vaskes.

Gå så ned til hovedinngangen og kontroller med hånd/fot monitoren at du ikke er kontaminert!

Du bruker monitoren slik:



Bilde av hånd/fot monitor for personkontaminasjonskontroll



Trinn 1: Velg besøkskortet fra korthylle på veggen. Kortet er i nederste hylle, til høyre.



Trinn 2: Sett kortet inn i kortleseren med det gullbelagte kontaktfeltet vendt ned.



Trinn 3: Gå opp på fotbrettet



Trinn 4: Trykk inn de to blå bryterne med føttene (og hold dem inne).



Trinn 5: Plasser hendene på håndbrettet med håndflaten ned



Trinn 6: Med langefingeren på hver hånd trykker du inn de to grønne bryterne og holder dem inne.

Trinn 7: Se på skjermen, hvis alt er i orden teller den ned fra 10 og avslutter med OK. Hvis noen av bryterne ikke holdes inne hele tiden får du feilmelding og må starte på nytt. Apparatet kontrollerer om du har α - eller β -aktivitet under føttene eller på hendene.

Hvis du får beskjed om at du er kontaminert så måler du 2-3 ganger til. Hvis du hele tiden får beskjed om kontaminasjon så bli stående og tilkall hjelp.

Etterarbeide og rapportering

Dette rapportskjemaet skal leveres inn for retting og godkjenning av veileder. Følgende spørsmål skal besvares og er en del av innleveringen:

1. Hvordan virker nøytronkilden som ble benyttet i denne oppgaven?
2. Hvor kommer nøytronene fra i en kjernereaktor? Er det noen forskjell på nøytronene fra vår nøytronkilde og de fra en kjernereaktor?
3. Vi benyttet en NaI-detektor (scintillasjonskrystalldetektor) til å ta opp γ -spektrene i denne oppgaven. Kan du skissere hvordan spektrene ville sett ut om vi hadde benyttet en Ge-detektor (halvlederdetektor)? Hvorfor foretrekkes en Ge-detektor i de fleste tilfeller?
4. Regn ut antall ^{99m}Tc atomer i 0.5 mL av stamløsning du fikk utlevert i oppgave 2! Vis hvordan du har regnet ut svaret.

Vedlegg A: Repetisjons- og forbredelsesspørsmål



Hvordan ser symbolet som markerer radioaktivitet ut?
(navngi fargene hvis du ikke har fargeblyanter!)

Hvorfor er det strengt forbudt å arbeide på en slik måte at man kan få intern kontaminasjon (dvs. får den radioaktive kilden inni kroppen), mens det er lovlig å til en viss grad utsette seg for ekstern stråling (f.eks. arbeide i nærheten av en radioaktiv kilde)?

.....
.....
.....
.....

Man skal alltid redusere dosen man utsetter seg for så mye som mulig (ALARA prinsippet). For en ekstern strålekilde så er det tre hovedmåter å redusere strålebelastningen på. Hvilke?

Metode 1:

Metode 2:

Metode 3:

Hva er det som er spesielt med grunnstoffet technetium i forhold til de andre grunnstoffene med omtrent samme atomnummer?

.....
.....
.....
.....

Bruk et nuklidekart (henger på veggen på forelesningsrommet) til å finne hva slags γ -stråling ^{99m}Tc sender ut:

.....