

Специально проведенные исследования показали, что изменение вещественного состава проб, в частности содержания свинца от 0 до 50%, практически не влияет на результаты анализов.

Активационный метод может успешно применяться при большом числе анализов. Он обеспечивает достаточную точность результатов при высокой производительности и меньшей стоимости по сравнению с химическими анализами.

## Газо-хроматографическое разделение и $\gamma$ -спектрометрический анализ газовых выбросов реактора ВВР-М

В. А. СОЛОВЬЕВ, О. В. СТЕПАНЕЦ, В. Д. ТРЕНИН

УДК 621.039.58

Проведение ряда исследовательских работ требует данных о содержании радиоактивных изотопов аргона, криптона и ксенона, часто присутствующих в объекте исследования в микроконцентрациях (менее  $10^{-7}$  об. %). Гамма-спектрометрический и масс-спектрометрический анализы многокомпонентной смеси радиоактивных изотопов инертных газов существенно облегчаются в случае предварительного разделения смеси газов. На реакторе Физико-технического института им. А. Ф. Иоффе АН СССР была разработана простая и сравнительно быстрая газо-хроматографическая методика выделения отдельных фракций инертных газов для их последующего анализа на  $\gamma$ -спектрометре. С помощью этой методики был определен качественный и количественный состав газовых выбросов реактора.

Основными узлами газо-хроматографической установки являются газо-хроматографическая колонка с сорбентом, детекторы теплопроводности и радиоактивности и устройство для впуска проб газа в колонку и их отбора на выходе из колонки для  $\gamma$ -спектрометрического анализа (рис. 1). В качестве газа-носителя использовался гелий 1, расход которого регулировался редуктором 2 и вентилем 3. Разделение газовой смеси осуществлялось в газо-хроматографической колонке 7 из стеклянных U-образных трубок общей длиной 4 м

Авторы выражают благодарность А. П. Бушкову и В. Л. Шашкину за помощь в работе.

Поступило в Редакцию 11/IV 1966 г.

### ЛИТЕРАТУРА

1. O. Anders. Anal. Chem., 33, 1706 (1961).
2. R. Rochlin. Nucleonics, No. 1, 54 (1959).
3. J. Marion, R. Brugger. Phys. Rev., 100, 69 (1955).

и диаметром 4 мм, наполненных молекулярными ситами типа 5А, отечественного производства. Размер зерен молекулярных сит 30—50 меш. Молекулярные сита активировали перед загрузкой в колонку нагреванием их при  $\sim 450^\circ\text{C}$  в течение 3 ч и затем после загрузки нагреванием при  $180^\circ\text{C}$  в токе инертного газа в течение 2 ч. Для поглощения влаги и задержки аэрозолей перед колонкой с молекулярными ситами помещали колонку 6 длиной 1 м с силикагелем.

Макроконцентрации (от 0,1% и выше) разделенных газов определяли детектором теплопроводности 4, а микроконцентрации радиоактивных газов — детектором радиоактивности 8. Сигнал от детектора теплопроводности подавался для записи на самописец 15. Импульсы с детектора радиоактивности через пересчетное устройство 12 и интегратор 13 также фиксировались самописцем 14. Газо-хроматографическая колонка и детектор теплопроводности были термостатированы. Расход газа-носителя контролировался с помощью пенного измерителя 9.

Предварительно методика разделения газовой смеси была отработана при макроконцентрациях (от 1 до 10 об. %) исследуемых компонентов. Наиболее эффективное разделение было получено при скорости газа-носителя гелия 100 мл/мин.

Ниже представлено найденное время удерживания компонентов:

Анализируемый газ	Время удерживания, мин
H <sub>2</sub>	1,5
O <sub>2</sub>	3,0
Ar	3,0
N <sub>2</sub>	5,5
Kr	7,5
Xe	48,0

Как видно из этих данных и хроматограмм, было достигнуто хорошее разделение всех газов, за исключением отделения аргона от кислорода. Однако добиваться разделения аргона и кислорода не стали, так как периоды полураспада изотопов последнего очень малы и не мешают  $\gamma$ -спектрометрическому анализу аргона. Газо-хроматографическое разделение проводили при комнатной температуре ( $\sim 20^\circ\text{C}$ ).

Анализируемые пробы радиоактивного газа впускали в колонку порциями по 3 мл. Хроматограмма, зафик-

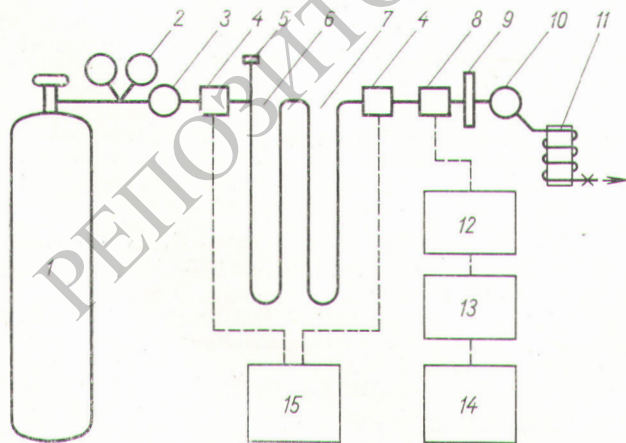


Рис. 1. Схема газо-хроматографической установки.



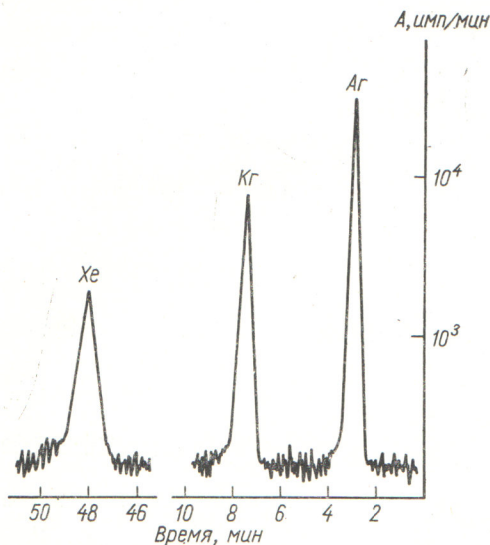


Рис. 2. Хроматограмма радиоактивности.

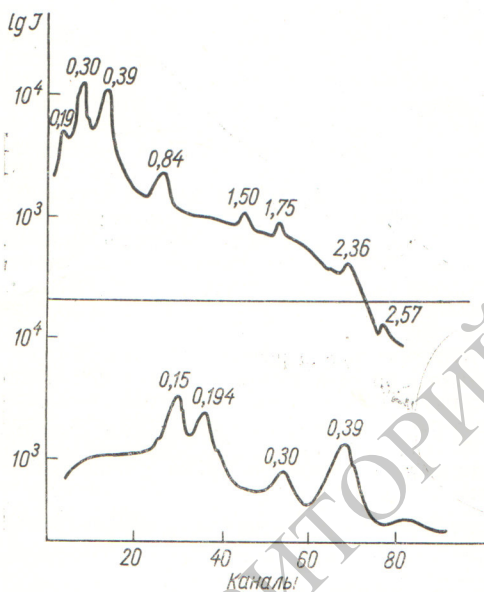


Рис. 3. Приборный  $\gamma$ -спектр изотопов криптона ( $\lg J$  — логарифм числа импульсов в канале амплитудного анализатора).

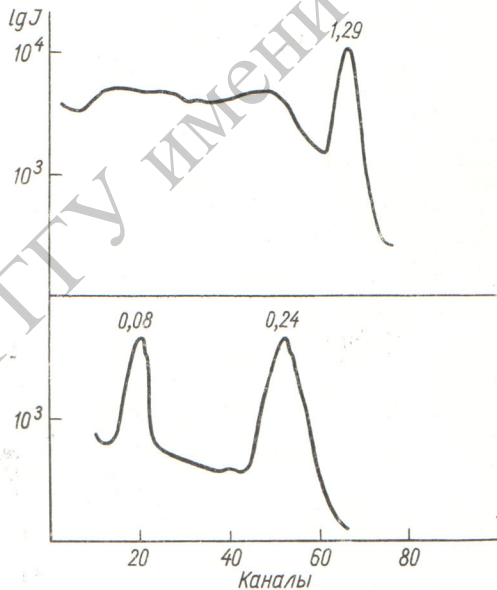


Рис. 4. Приборные  $\gamma$ -спектры изотопов аргона (верхняя кривая) и ксенона (нижняя кривая).

сированная детектором радиоактивности (рис. 2), показала полное совпадение времен удерживания микроколичеств и макроколичеств этих газов.

Разделенные фракции анализируемого газа отбирали в емкости из полихлорвиниловых трубок длиной 3 м и диаметром 4 мм. Отбор фракций проводили по радиоактивности в момент появления максимума пика на хроматограмме. С помощью трехходового крана 10 (см. рис. 1) можно было, не прерывая процесса разделения, последовательно наполнять емкости 11 аргоном, криптоном и ксеноном.

Для повышения эффективности регистрации  $\gamma$ -квантов, испускаемых исследуемыми газами, емкости из полихлорвиниловых трубок наматывали на полиэтиленовые стаканы, внутрь которых мог помещаться кристалл  $\gamma$ -спектрометра размером  $40 \times 40$  мм. Абсолютная чувствительность определения активности газов на  $\gamma$ -спектрометре составляла  $10^{-12}$  кюри/мл.

Гамма-спектры изотопов аргона, криптона и ксенона представлены на рис. 3 и 4. Ни на одном  $\gamma$ -спектрометре не было обнаружено  $\gamma$ -линий, присущих изотопам других элементов, что свидетельствует о чистоте газохроматографического разделения. Каждый изотоп идентифицировали по энергиям фотопиков в спектре и периодам полураспада. Были обнаружены изотопы  $Ar^{41}$ ,  $Kr^{85m}$ ,  $Kr^{87}$ ,  $Kr^{88}$ ,  $Xe^{133}$  и  $Xe^{135}$ .

Методика газохроматографического разделения микроконцентраций радиоактивных газов с использованием молекулярных сит типа 5А отечественного производства позволяет сравнительно быстро и четко разделять микроконцентрации радиоактивных газов без носителей. В аналогичных методиках [1—3] для эффективного разделения при минимальном времени подогревали колонки, значительно увеличивали скорость газа-носителя или проводили разделение при температурах, существенно отличающихся от комнатной.

Авторы выражают благодарность К. А. Коноплеву за обсуждение методики и Ю. П. Григорьеву за помощь в проведении работы.

Поступило в Редакцию 11/XI 1965 г.  
В окончательной редакции 20/VIII 1966 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. R. K a s h, G. G r a n d y. Nucleonics, 18, 76 (1960).
2. R. K a s h, G. G r a n d y. Anal. Chem., 33, 43 (1961).
3. R. A u b e a n et al. J. Chromatog 6, 209 (1961).