

# Radionuklidok meghatározása környezeti mintákban induktív csatolású plazma tömegspektrometria segítségével – lehetőségek és korlátok

Stefánka Zsolt, Varga Zsolt, Széles Éva

MTA Izotópkutató Intézet Sugárbiztonsági Osztály  
1121 Budapest, Konkoly-Thege Miklós út 29-33.



Magyar Tudományos Akadémia Izotópkutató Intézet  
Sugárbiztonsági Osztály

# Áttekintés

- ICP-MS technika bemutatása
- Az ELEMENT2 kettős fókuszálású ICP-MS készülék felépítése, alkalmazási lehetőségei
- Példák az MTA IKI ICP-MS laboratórium tevékenységéből
  - Urán meghatározása talajmintákban
  - Rádium-226 analízis tengervízben
  - Plutónium és amerícium vizsgálata környezeti mintákban



# ICP-MS technika bemutatása

## Műszeres analitika

- Termoanalitika
- Elektroanalitika
- Spektrokémiai módszerek
- Kinetikus analízis
- Mágneses módszerek
- Elektronspektroszkópiai módszerek
- Magkémiai/radiokémiai technikák
- Immunelemzés (immunoassay)
- Elválasztástechnikai módszerek

## Tömegspektrometria

- Szerves – szervesetlen tömegspektrometria
- Analizátor típusa alapján (pl. mágneses, kettős fókuszlású, kvadrupól, repülési idő anal.)
- Ionforrás szerint (pl. elektronütközéses, kémiai ionizáció, termikus ionizáció, ionütközés, plazma)



# Az ICP-MS módszer jellemzői

## Mintatípus

### Oldat

Savtartalom < 10%

Oldott anyag-tartalom < 0,1%

Szerves oldószer < 5%

### Szilárd

Homogén minta

Minta feloldása (ált. savas feltárás)

## Meghatározás

Koncentráció meghatározás

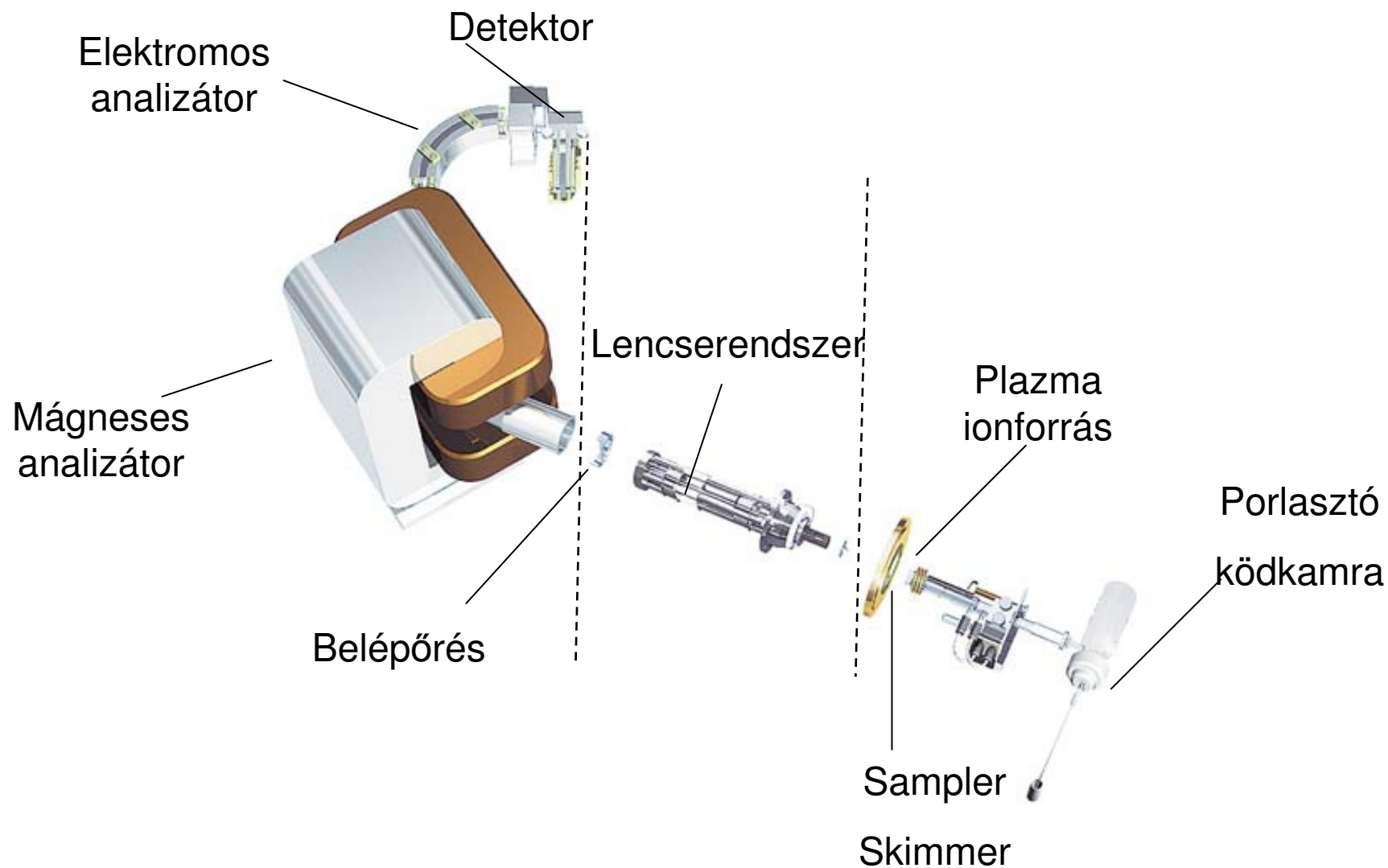
Ismert összetételű referencia oldat

Izotóp hígítás

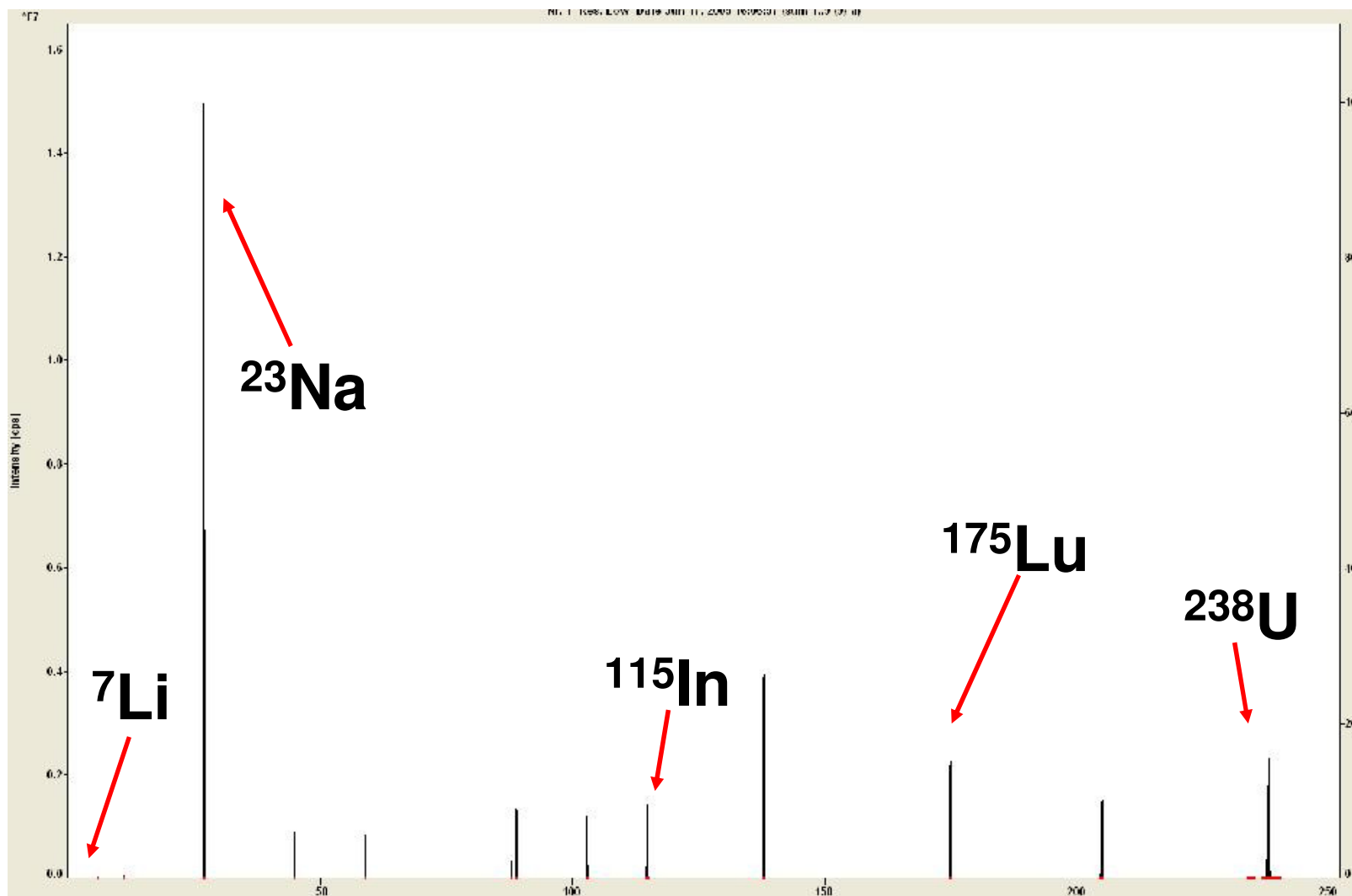
Izotóparány mérés



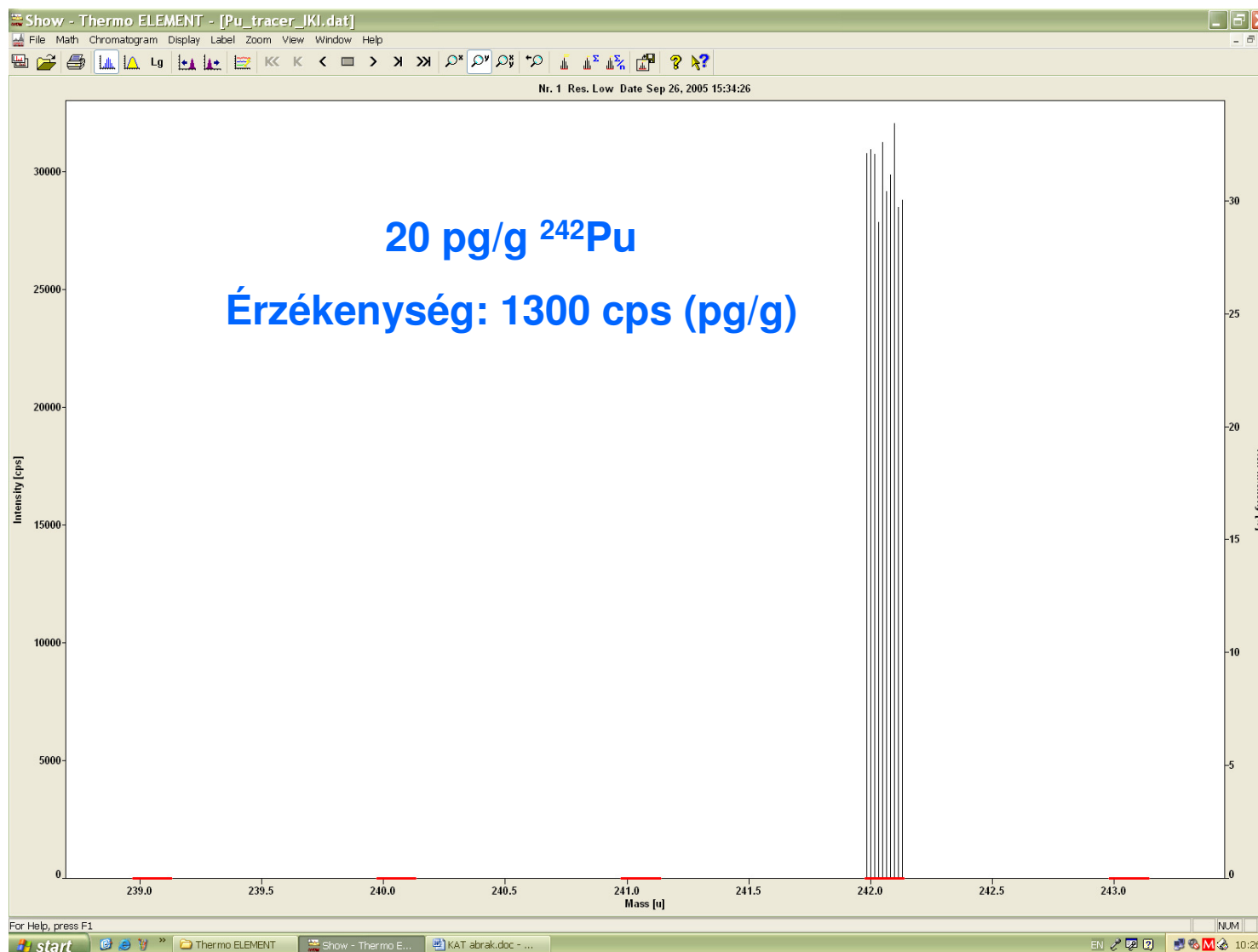
# Az ELEMENT2 kettős fókuszálású ICP-MS felépítése



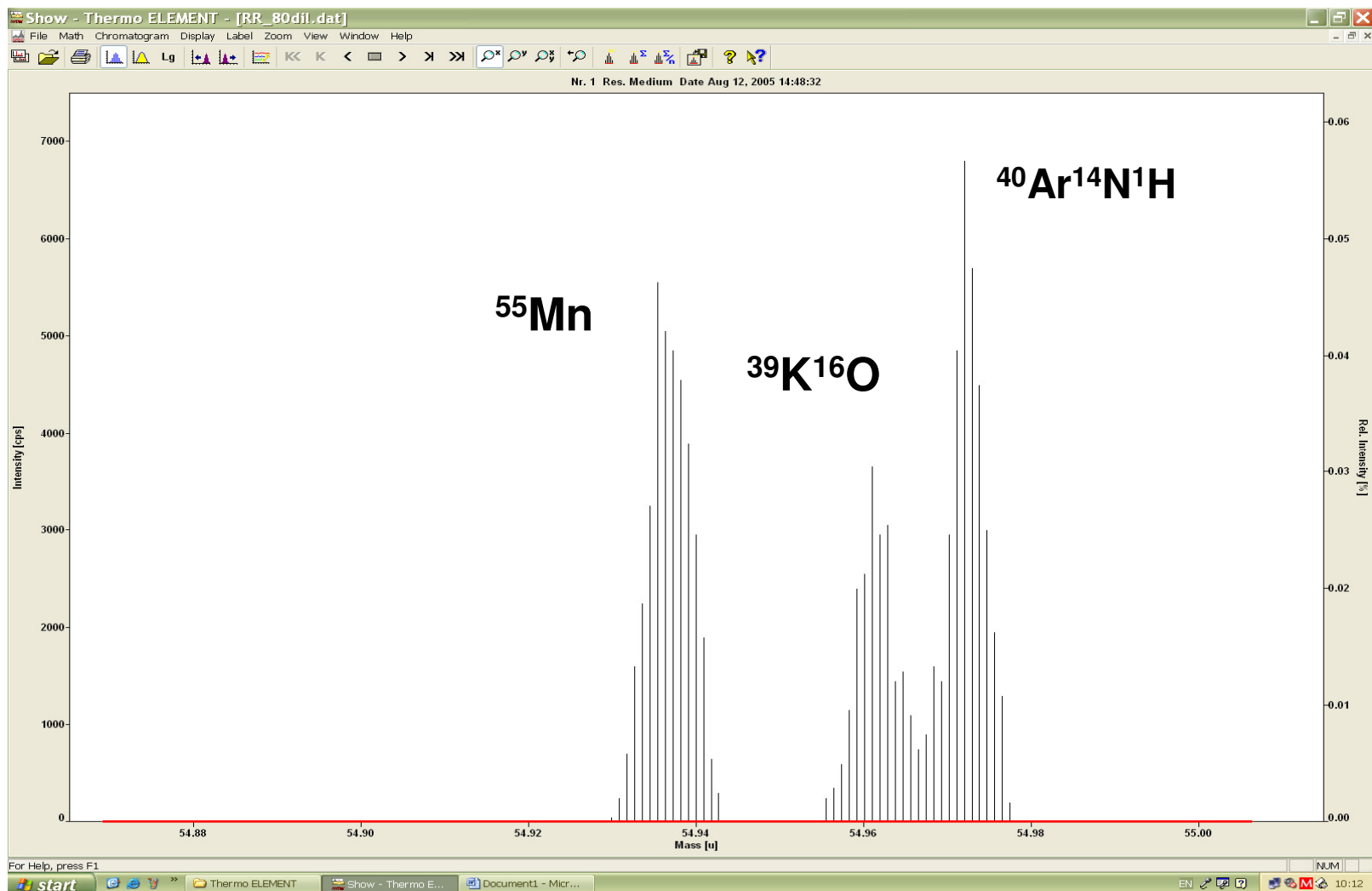
# Az ELEMENT2- tömegspektrum



# Az ELEMENT2- tömegspektrum – nagy érzékenység



# Az ELEMENT2- tömegspektrum – nagy felbontás





# Az ICP-SFMS technika teljesítményjellemzői

**Analízis ideje:** 1-5 perc

**Kimutatási határ:** pg/g és fg/g nagyságrend

**Ismételhetőség:** jellemzően 0,5%-2% nagyságrend  
(izotóparány mérés: 0,05%)

## **Egyéb alkalmazási terület:**

*Lézerabláció*

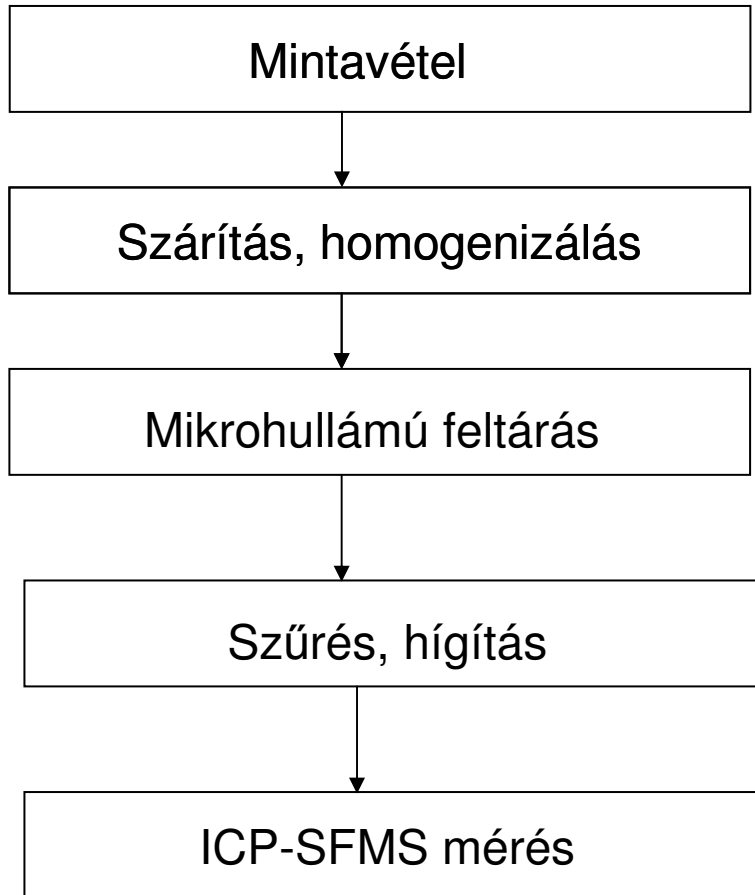
– Közvetlen információ szilárd  
minta összetételéről

*Kapcsolt rendszerek (HPLC)*

– Kémiai specieszek,  
módosulatok vizsgálata



# Úrán meghatározása talajmintákban



**Mennyiségi meghatározás:**

**külső kalibrációval**

**Kimutatási határ: 1,5 pg/g (U-238: 18 $\mu$ Bq)**

**Meghatározási határ: 5 pg/g**

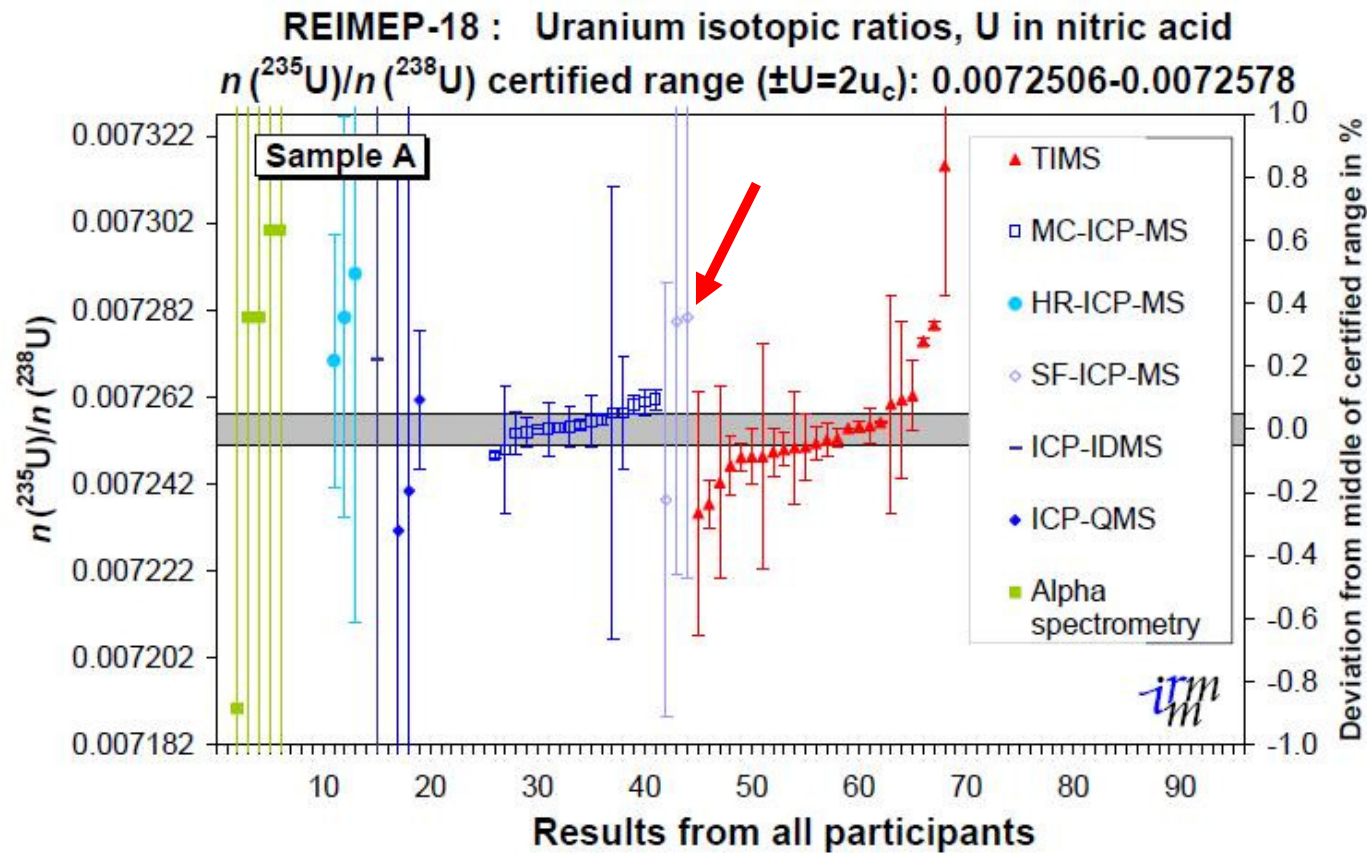
**Ismételhetőség: < 5%**



# Validálás - REIMEP-18 körelemzés (IRMM)

Minta rövid leírása: Négy minta, híg savas oldat formájában

Urántartalom ~ 0,0025 g/minta



Magyar Tudományos Akadémia Izotópkutató Intézet

Sugárbiztonsági Osztály

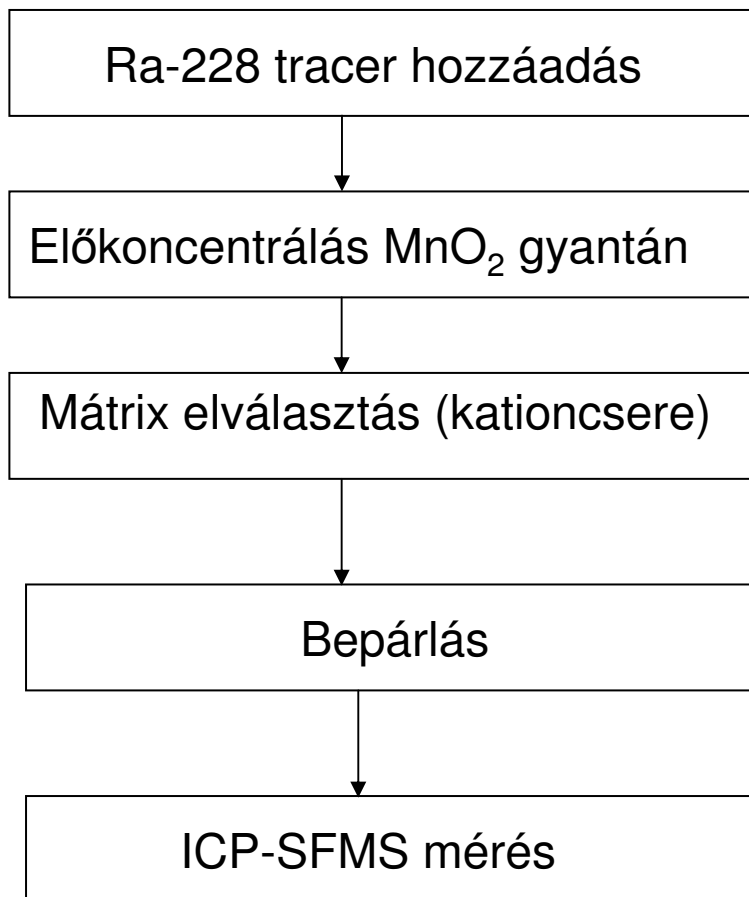
## Urán meghatározása környezeti mintákban

### Mecseki rekultivációs területről származó talaj- és zagyminták

Minta	Mért koncentráció mg/kg	Hiteles érték mg/kg
ZMT-1	41,9	
ZMT-2	1,78	
ZMT-3	2,15	
ZMT-4	2,07	
ZMT-5	3,03	
<i>IAEA-385</i>	<i>2,41</i>	<i>2,25-2,45</i>



# Rádium meghatározása tengervízben



**Mennyiségi meghatározás: izotóphígítás**

**Visszanyerés: 72-94%**

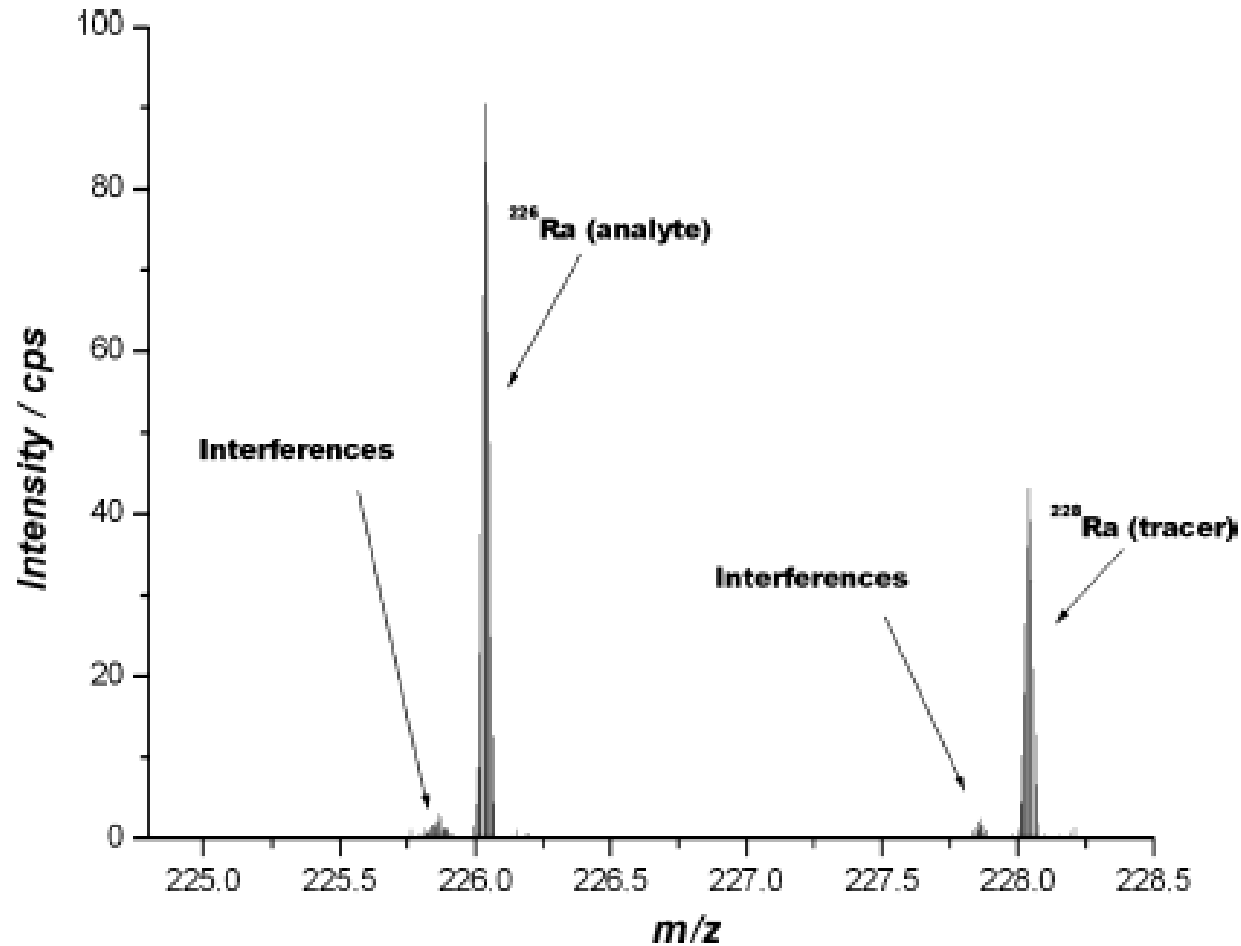
**Kimutatási határ: 0,084 fg/g (3,1 mBq/ kg)**

**Abszolút kimutatási határ: 25,1 fg (0,94 mBq)**

**Ismételhetőség: 8- 44%**



# Rádium meghatározása tengervízben - nagy felbontás

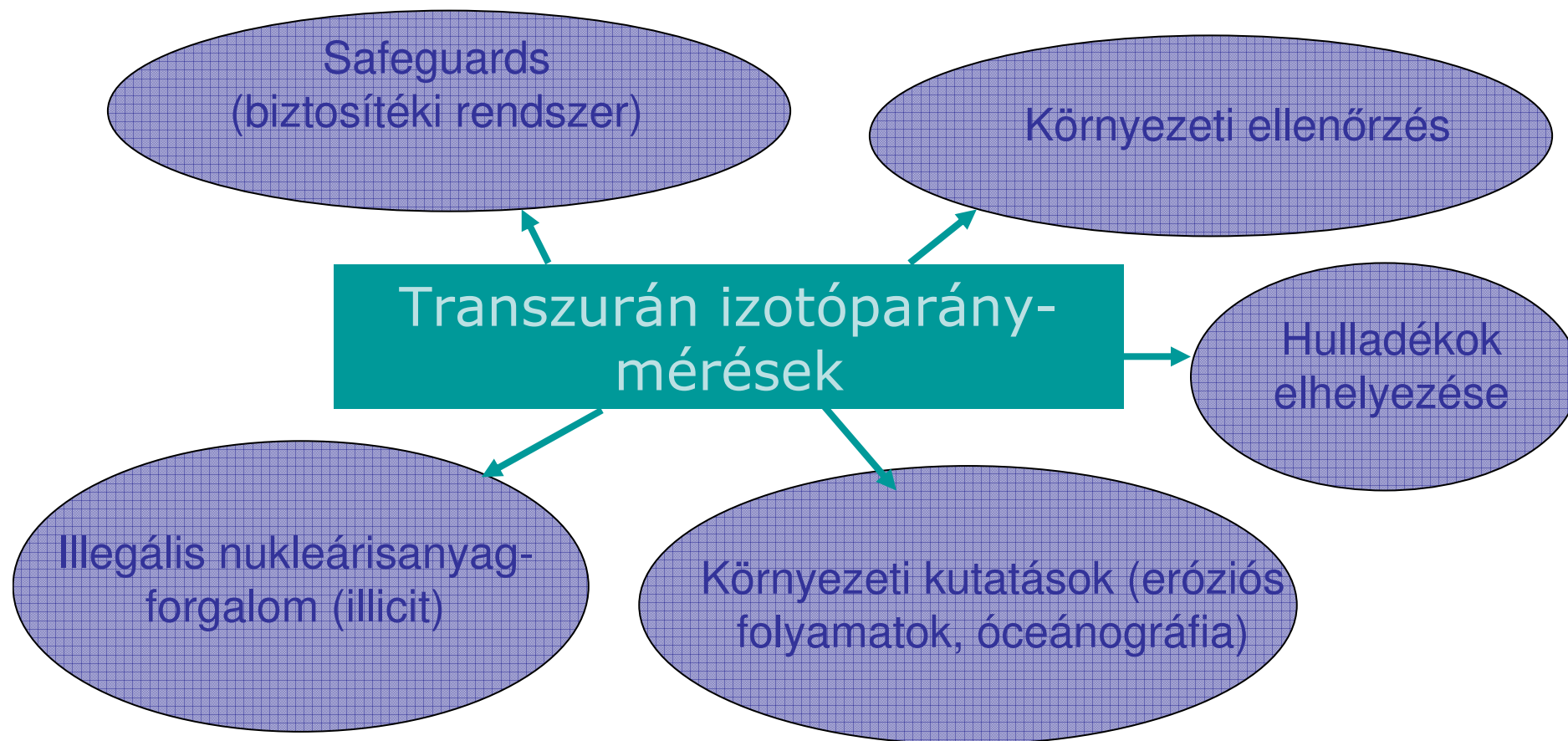


## Rádium meghatározása tengervízben

	Mért $^{226}\text{Ra}$ koncentráció, fg/kg	Hozzáadott $^{226}\text{Ra}$ mennyisége, fg	Mért $^{226}\text{Ra}$ mennyisége, fg
Milli-Q víz	-----	$69,2 \pm 2,8$	$75,3 \pm 18$
Tengervíz I	$< 63$	$47,1 \pm 1,9$	$42,2 \pm 7,7$
Tengervíz II	$< 61$	$46,2 \pm 1,8$	$53,4 \pm 8,1$

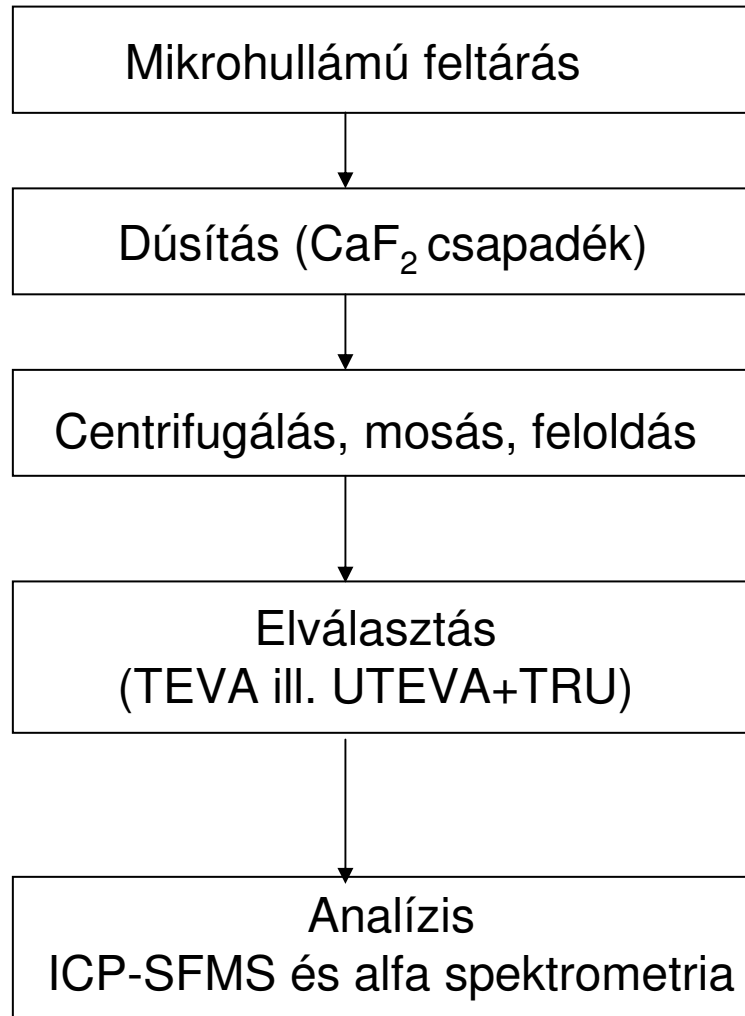


# Transzurán izotóparány-mérések területei





# Plutónium és amerícium vizsgálata környezeti mintákban



**Mennyiségi meghatározás:**

**Izotóp hígítással**

**Zavaró elemek eltávolítása:**

**DF > 10<sup>4</sup> (U, Th)**

**Visszanyerés: ~ 80%**

**Mérési idő:**

**ICP-SFMS néhány perc**

**Mintaelőkészítéssel együtt  
6 minta/nap**



## Körelemzés - NUSIMEP-5 (JRC-IRMM)

Minta		Mért izotóparány	Referencia érték
VZHR 1362203	$^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$	$(2,56 \pm 0,38) \times 10^{-1}$	$2,6053 \times 10^{-1}$
	$^{241}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$	$< 1,37 \times 10^{-3}$	$7,91 \times 10^{-4}$
VZHR 6455052	$^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$	$(1,87 \pm 0,016) \times 10^{-1}$	$1,8396 \times 10^{-1}$
	$^{241}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$	$< 1,20 \times 10^{-3}$	$6,85 \times 10^{-4}$



## Hiteles anyagminta – ír-tengeri üledék (IAEA 385)

	$^{238}\text{Pu}$	$^{239}\text{Pu}$	$^{240}\text{Pu}$	$^{239+240}\text{Pu}$	$^{241}\text{Am}$
ICP-SFMS		$1,63 \pm 0,12$	$1,12 \pm 0,18$	$2,75 \pm 0,30$	$< 13,2$
Alfa spektrometria	$0,51 \pm 0,07$			$3,27 \pm 0,45$	$3,2 \pm 0,5$
Hiteles érték	0,48 (0,45-0,5)	1,92* (1,30-2,07)	1,18* (0,97-1,32)	2,9 (2,81-3,14)	3,9 (3,6-4,1)

Az értékek Bq/kg vannak feltüntetve

\*-gal jelölt érték információs érték

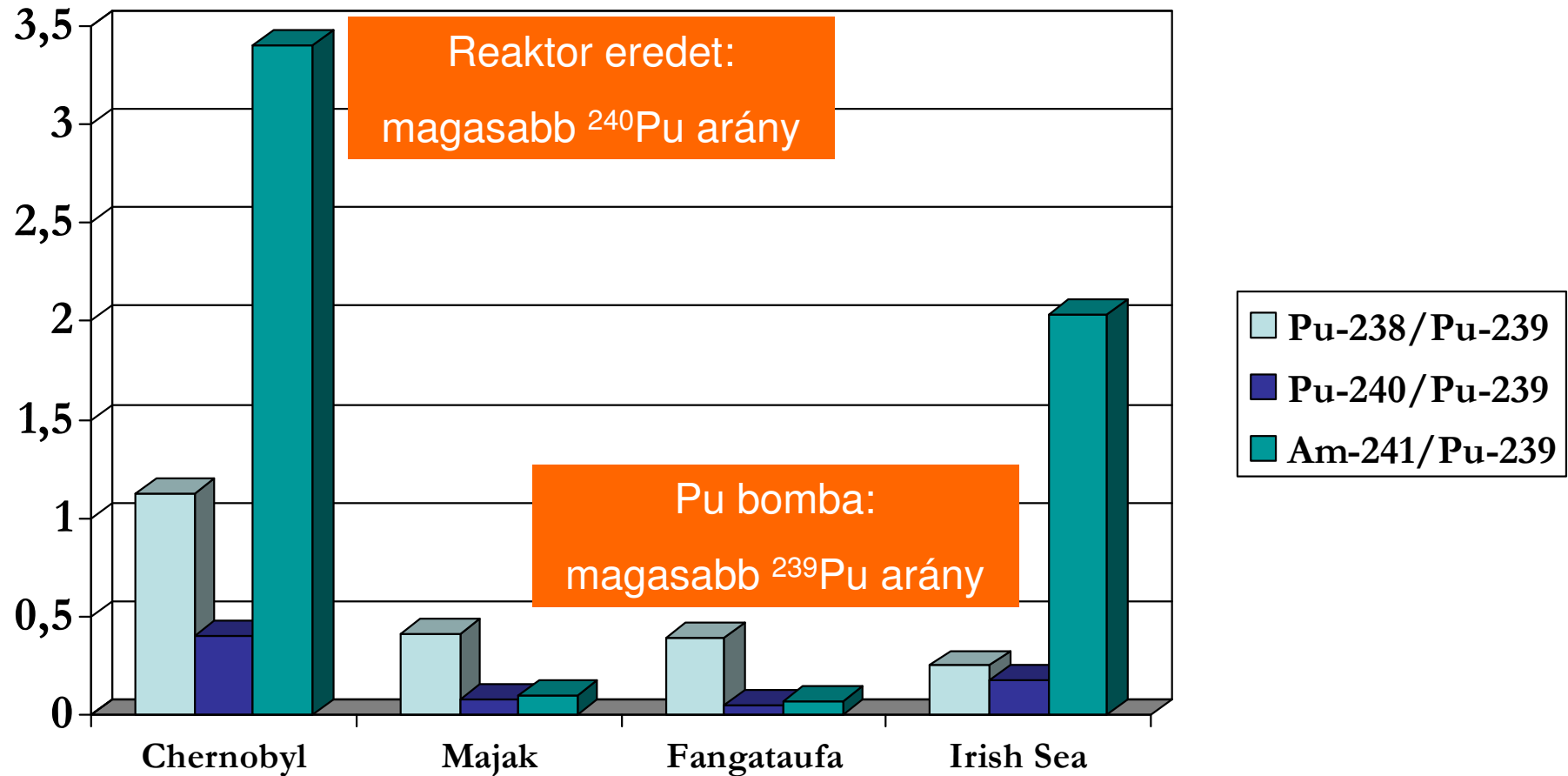


## ICP-SFMS és $\alpha$ -spektrometria összehasonlítása

Izotóp	Módszer	LOD, mBq/g
$^{238}\text{Pu}$	$\alpha$ -spektrometria	0,1
$^{239}\text{Pu}$	ICP-SFMS	0,034
$^{240}\text{Pu}$	ICP-SFMS	0,077
$^{239+240}\text{Pu}$	$\alpha$ -spektrometria	0,1
$^{241}\text{Pu}$	ICP-SFMS	54
$^{241}\text{Am}$	ICP-SFMS	2,9
$^{241}\text{Am}$	$\alpha$ -spektrometria	0,1



# Szennyezés eredetének megállapítása ICP-SFMS és $\alpha$ -spektrometria együttes alkalmazása



# Köszönetnyilvánítás

- Dr. Bíró Tamás MTA IKI
- Dr. Vajda Nóra, Radanal Kft.
- Dr. Surányi Gergely, MTA Geofizikai és Környezetfizikai Kutatócsoport
- Országos Atomenergia Hivatal
- OTKA (F61087)

