

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA JADERNÁ A FYZIKÁLNĚ INŽENÝRSKÁ

KATEDRA JADERNÉ CHEMIE



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Separácia a analýza antropogénneho a prírodného ^{129}I

Autor: Edita Červenková
Vedoucí práce: RNDr. Martin Daňo, Ph.D.
Konzultant: Ing. Miriam Mindová

Praha, 2024

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: Červenková Jméno: Edita Osobní číslo: 502457
Fakulta/ústav: Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská
Zadávající katedra/ústav: Katedra jaderné chemie
Studijní program: Jaderná chemie

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Separace a analýza antropogenního a přírodního ^{129}I

Název bakalářské práce anglicky:

Separation and analysis of anthropogenic and natural ^{129}I

Pokyny pro vypracování:

1. Vypracování podrobné rešerše o separačních metodách jódu (^{129}I) z kapalných a pevných vzorků se zaměřením na výťažky jódu a čistotu výsledných preparátů.
2. Ověření a optimalizace podmínek vybrané separační metodiky.
3. Otestování optimalizované metodiky na reálném vzorku.

Seznam doporučené literatury:

- 1) Liu Q, Hou X, Zhou W, Fu Y. Accelerator Mass Spectrometry Analysis of Ultra-Low-Level ^{129}I in Carrier-Free AgI-AgCl Sputter Targets. *Journal of the American Society for Mass Spectrometry*. 26 (2015) 725–733. DOI: 10.1007/s13361-015-1066-1.
- 2) Zhang M, Hou X, Zhang Z, Zhang L, Chen N, Fang M. Rapid Analysis of ^{129}I in Natural Water Samples Using Accelerator Mass Spectrometry. *Atomic Spectroscopy*. 42(4) (2021) 190–196. DOI: 10.46770/AS.2021.071.
- 3) Xing S, Hou X. Speciation analysis of ^{129}I in seawater using coprecipitation and accelerator mass spectrometry and its applications. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 311 (2017) 833–841. DOI: 10.1007/s10967-016-5060-6.
- 4) Christ M, Casacuberta N, Lachner J, Maxeiner S, Vockenhuber C, Synal H-A, Goronczy I, Herrmann J, Daraoui A, Walther C, Michel R. Status of ^{236}U analyses at ETH Zurich and the distribution of ^{236}U and ^{129}I in the North Sea in 2009. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 361 (2015) 510–516. DOI: 10.1016/j.nimb.2015.01.005.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

RNDr. Martin Daňo, Ph.D. katedra jaderné chemie FJFI

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

Ing. Miriam Mindová katedra jaderné chemie FJFI

Datum zadání bakalářské práce: 20.10.2022 Termín odevzdání bakalářské práce: 02.08.2023

Platnost zadání bakalářské práce: 20.10.2024


RNDr. Martin Daňo, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce


podpis vedoucí(ho) katedry


doc. Ing. Václav Čuba, Ph.D.
podpis důkazce(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Studentka bere na vědomí, že je povinna vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

29.10.2022

Datum převzetí zadání




Podpis studentky

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracovala samostatně a použila jsem pouze podklady uvedené v příloženém seznamu.

V Praze dne 6.1.2024

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Červenková', is written over a horizontal dashed line.

Podpis

Pod'akovanie

Ďakujem RNDr. Martinovi Daňovi, Ph.D. za vedenie mojej bakalárskej práce, za cenné rady a pripomienky, ktoré túto prácu obohatili.

Název práce: **Separácia a analýza antropogénneho a prírodného ¹²⁹I**

Autor: Edita Červenková

Obor: Jaderná chemie

Druh práce: Bakalárska práca

Vedoucí práce: RNDr. Martin Daňo, Ph.D.
Katedra jaderné chemie, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská,
České vysoké učení technické v Praze

Konzultant: Ing. Miriam Mindová

Abstrakt: Táto práca sa zaoberá separáciou a analýzou ¹²⁹I. Teoretická časť poskytuje prehľad o izotopoch jódu a separačných metódach jódu so zameraním na kvapalnú vzorky. Ďalej popisuje analytické možnosti stanovenia ¹²⁹I s dôrazom na urýchľovačovú hmotnostnú spektrometriu. V praktickej časti sa práca zaoberá optimalizáciou podmienok kvapalinovej extrakcie a následným otestovaním optimalizovaných podmienok na prírodných vzorkách. Výsledky tejto práce by mali prispieť k zlepšeniu spracovania prírodných vzoriek jódu.

Kľúčová slova: jód, urýchľovačovú hmotnostná spektrometria, separácia, životné prostredie, kvapalinová extrakcia

Title: **Separation and analysis of anthropogenic and natural ^{129}I**

Author: Edita Červenková

Discipline: Nuclear Chemistry

Tutor: RNDr. Martin Daňo, Ph.D.
Czech Technical University in Prague, Faculty of Nuclear Sciences
and Physical Engineering, Department of Nuclear Chemistry

Consultant: Ing. Miriam Mindová

Abstract: Bachelor thesis focuses on the separation and analysis of ^{129}I . The theoretical part provides an overview of iodine isotopes and iodine separation methods, with a focus on liquid samples. It further describes analytical possibilities for the determination of ^{129}I , emphasizing accelerator mass spectrometry. In the practical part, the work deals with the optimization of conditions for liquid extraction and subsequent testing of the optimized conditions on natural samples. The results of this work should contribute to the improvement of the processing of natural iodine samples.

Key words: iodine, accelerator mass spectrometry, separation, environment, liquid-liquid extraction

Obsah

Zoznam skratiek	9
1 Úvod	10
2 Teoretická časť	11
2.1 Jód a jeho vlastnosti	11
2.1.1 Izotopy jódu	12
2.1.1.1 ^{127}I	13
2.1.1.2 ^{129}I	13
2.1.1.3 ^{131}I	14
2.2 Separáčné metódy jódu a postupy prípravy vzoriek pre meranie na urýchľovačovom hmotnostnom spektrometri	15
2.2.1 Príprava vzoriek jódu pre meranie na AMS z vody	15
2.2.1.1 Kvapalinová extrakcia	16
2.2.1.2 Metóda koprecipitácie	16
2.2.2 Separácia jódu pomocou iónovo-výmennej chromatografie	17
2.2.3 Porovnanie metódy extrakcie s rozpúšťadlom a metódy koprecipitácie	17
2.2.4 Príprava terča	17
2.3 Analytické stanovenie ^{129}I	18
2.3.1 AMS	19
2.3.1.1 Popis prístroja AMS MILEA	19
2.3.1.2 Iónový zdroj	21
2.3.1.3 Urýchľovač	22
2.3.1.4 Elektrostatické analyzátory	22
2.3.1.5 Magnety	23
2.3.1.6 Detektor	23
2.3.2 Princíp fungovania AMS MILEA	23

2.3.3	Využitie	24
3	Praktická časť	26
3.1	Overenie metódy separácie jódu	26
3.2	Výsledky overenia metódy separácie jódu	26
3.3	Vzorky	27
3.4	Postup spracovania sladkovodných vzoriek	27
3.5	Postup spracovania vzoriek roztoku NaCl	29
3.6	Výsledky	30
3.6.1	Vzorka z Černobyľu (UA)	33
3.6.2	Vzorka z rieky Schuylkill (USA)	35
3.6.3	Vzorka z vodovodu (USA)	36
3.6.4	Vzorka z rieky Bovra (NO)	38
3.6.5	3,0% roztok NaCl	40
3.6.6	3,5% roztok NaCl 1.	41
3.6.7	3,5% roztok NaCl 2.	43
3.6.8	4% roztok NaCl 1.	44
3.6.9	4% roztok NaCl 2.	46
3.6.10	4,5% roztok NaCl	48
3.6.11	5% roztok NaCl	49
3.6.12	5,5% roztok NaCl	51
4	Diskusia a záver	53
5	Literárne zdroje	55
6	Prílohy	59

Zoznam skratiek

AMS	Hmotnostná spektrometria s urýchľovačom
Eh	Oxidačno-redukčný potenciál
EZ	Elektrónový záchyt
FC	Faradayova klietka
GIC	Plynová ionizačná komora
HE	Vysoká energia, vysokoenergetický
HE-ESA	Vysokoenergetický elektrostatický analyzátor
HEM1	Vysokoenergetický magnet 1
HEM2	Vysokoenergetický magnet 2
ICP-MS	Hmotnostná spektrometria s indukčne viazanou plazmou
IT	Vnútorý prechod
LE	Nízka energia, nízkoenergetický
LE-ESA	Nízkokoenergetický elektrostatický analyzátor
LEM	Nízkokoenergetický magnet
LSC	Kvapalný scintilačný počítač
NAA	Neutrónová aktivačná analýza
PET	Polyetyléntereftalát
PS1,2	Vonkajší kvadrupól
PS3,4	Vnútorý kvadrupól
PS5	Steerer y
RNAA	Rádiochemická neutrónová aktivačná analýza
ÚJV	Ústav jadrového výskumu

1 Úvod

^{129}I je jediným rádioaktívnym izotopom jódu s dlhou dobou polpremeny. Jeho prítomnosť v životnom prostredí pramení v ľudskej činnosti, a to predovšetkým v dôsledku jeho uvoľňovania pri jadrových haváriách a pri prepracovávaní vyhoreného paliva. Jód je dôležitou látkou pre fungovanie štítnej žľazy, a preto je kľúčovým prvkom pri odhade rizika krátkodobých rádioaktívnych izotopov. Ďalej, ^{129}I sa využíva pre štúdium environmentálneho cyklu jódu a stanovovaniu geologického veku do približne 80 miliónov rokov. Vzhľadom na tieto aplikácie získava práve tento izotop v posledných rokoch viac pozornosti a rozširuje škálu disciplín, v ktorých sa využíva. Aj napriek rozkvetu výskumu ^{129}I nielen v životnom prostredí, existujú stále aspekty správania, ktoré nie sú dobre známe. Príkladom môže byť transportný mechanizmus medzi atmosférou, pôdou a vodnými systémami.

V prírodných vzorkách sa ^{129}I nachádza v ultranízkych množstvách, čo komplikuje jeho stanovenie. Ďalšími nepriaznivými podmienkami je jeho beta rozpad a nízka špecifická aktivita. Z týchto dôvodov je nutné jód efektívne oddeliť od vzorky a zmerať ho s čo najvyššou citlivosťou. Efektívna separácia jódu od vzorky je stále predmetom skúmania, čoho dôkazom je vývoj nových separačných techník a neustále vylepšovanie už zavedených metód. Úspech stanovenia ^{129}I závisí tiež od vhodne zvolenej detekčnej techniky. Pre stanovenie ultranízkej hladiny ^{129}I vo vzorkách sa využíva najcitlivejšia detekčná technika – urýchľovačová hmotnostná spektrometria, ktorá dosahuje najnižšie detekčné limity oproti ostatným technikám využívajúcim sa pre meranie ^{129}I .

Ciele tejto práce sú nasledujúce. Vypracovanie rešerše o metódach separácie jódu hlavne z kvapalných vzoriek a experimentálne osvojenie metódy kvapalinovej extrakcie jódu. V rámci experimentálneho osvojenia kvapalinovej extrakcie je úlohou optimalizovať separáciu pre prípravu AMS terčových matric úpravou kľúčových parametrov ako je napríklad dĺžka zahrievania a množstvá pridávaných činidiel. Následne optimalizovanú metódu aplikovať na prírodné vzorky a sériu požadových vzoriek pripravených z kamennej soli, ktoré by bolo možné využiť namiesto tzv. Woodward jódu.

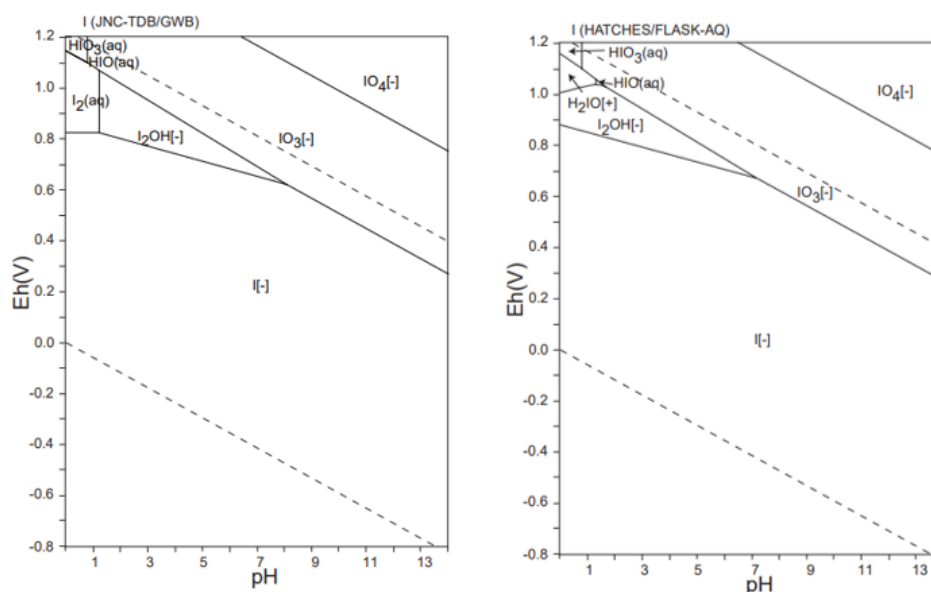
Vzhľadom na očakávané ultranízke množstvo ^{129}I vo vzorkách bude k meraniu využitý najmodernejší urýchľovačový hmotnostný spektrometer AMS MILEA (Multi-Isotope Low-Energy AMS) od spoločnosti IonPlus AG, Švajčiarsko.

2 Teoretická časť

2.1 Jód a jeho vlastnosti

Jód je chemický prvok zo skupiny halogénov, ktorý za štandardných podmienok existuje ako pololesklá, nekovová tuhá látka (Greenwood, Earnshaw, 1993). Objavený bol v roku 1811 francúzskym chemikom Bernardom Courtoisom v morských riasach. O tri roky neskôr LouisJoseph Gay-Lussac dokázal, že sa jedná o prvok a pomenoval ho. Názov je odvodený z gréckeho iodes – fialový, kvôli jeho fialovým výparom (De Laeter et al., 2003).

Ako silné oxidačné činidlo sa vyskytuje najmä v oxidačných stavoch -1 , $+5$ a $+7$, okrem toho nadobúda aj stavy 0 , $+1$ a $+3$. Tento prvok vytvára širokú škálu anorganických zlúčenín, najčastejšie vo forme jodidov a jodičnanov. V prírode sa často vyskytuje aj ako elementárny jód I_2 a kyselina jódna HOI (Hou et al., 2009). Hoci jód môže existovať v niekoľkých oxidačných stavoch na zemskom povrchu, jodidy (I^-) a jodičnany (IO_3^-) sú jediné termodynamicky stabilné anorganické formy jódu vo vode. V roztokoch sa tieto formy správajú väčšinou konzervatívne, podobne ako ostatné halogenidy (Moran et al., 2002). Závislosť oxidačno-redukčných potenciálov (Eh) od pH ilustrujú ostrovy stability chemických špecií. Špeciálne diagramy (Obr. 1) napr. z databáz JNC-TDB a HATCHES sa môžu využiť napr. na hodnotenie bezpečnosti geologického ukladania rádioaktívnych odpadov. Diagramy ale obsahujú široké spektrum chemických foriem jódu, a preto sa diagramy z týchto databáz využívajú aj k všeobecnému použitiu (Takeno, 2005).



Obr. 1: Špeciálne diagramy z databáz JNC-TDB (vľavo) a HATCHES (vpravo) (Takeno, 2005)

Elementárny jód je biofilný a vo vode rozpustný prvok, ktorý sa v morskom prostredí koncentruje v organickej forme mnohonásobne viac ako v morskej vode (Moran et al., 2002). Z organických zlúčenín je najbežnejšou alkyljodid, ale jód sa nachádza aj v mnohých proteínoch a polyfenoloch (Hou et al., 2009).

Jód svoje využitie nachádza v rôznych odvetviach a aplikáciách. V rámci priemyselných aplikácií jód nachádza uplatnenie predovšetkým ako kyslíkovo-jódový laser, ktorý sa využíva pri demontáži jadrových reaktorov a opracovávaní hliníka (Vetrovec, 1998). V chemickom a farmaceutickom priemysle je dôležité využitie pevného molekulového jódu a jodometrických titrácií, ktoré sa používajú ku kvantitatívnemu stanoveniu látok, napr. stanovenie hyperperoxidov v olejoch, organokovových zlúčenín (dimetyltitanocénu) v toluéne/tetrahydrofuráne, čo nachádza svoje uplatnenie pri syntéze liečiv (Deyrieux et al., 2018; Vailaya et al., 2001). Molekulový jód sa ako vynikajúci katalyzátor využíva v mnohých organických procesoch, konkrétne pri jódocyklizácii a reakciách s acetylovými skupinami za zásaditých podmienok (t.j. Liebenova jodoformová reakcia) (Breugst et al., 2016). Ďalšou z kľúčových funkcií jódu je zabezpečiť správne fungovanie štítnej žľazy, ktorá riadi produkciu hormónov. V štítnej žľaze sa jód podieľa na biosyntéze hormónov tyroxínu a trijódtyroxínu, ktoré ovplyvňujú vývoj pohybovej sústavy a mozgu. Okrem toho jód zvyšuje absorpciu sacharidov, ktorých využitie zrýchľuje procesy glykolýzy vo svaloch a pečeni. Vďaka týmto funkciám sa jód považuje za jeden z najdôležitejších stopových prvkov pre ľudský organizmus (Daňo et al., 2023; Dukueva et al., 2022). Látky obsahujúce jód sa tiež používajú na liečbu srdcových chorôb, infekcií dýchacích ciest, porúch štítnej žľazy a na dezinfekciu rán (Ricci et al., 1997). V medicíne sa využívajú rádioizotopy jódu, ktoré sa uplatňujú aj v skúmaní environmentálnych procesov a stanovovaní geologického veku (Liu et al., 2015).

2.1.1 Izotopy jódu

Dodnes bolo objavených 38 izotopov jódu s molekulovými hmotnosťami od 108 do 145. Zo všetkých izotopov je jeden stabilný, 18 izotopov má nadbytok neutrónov a 19 izotopov je ochudobnených o neutróny (Kathawa et al., 2013). Základné jadrové vlastnosti jódu s dobou polpremeny dlhšou než 10 minút sú uvedené v Tab. 1. Pre životné prostredie je významný stabilný ^{127}I a dva prirodzene sa vyskytujúce rádioizotopy ^{129}I a ^{131}I (Daňo et al., 2023).

Tab 1: Základné jadrové vlastnosti izotopov jódu s $T_{1/2} > 10$ minút (Daňo et al., 2023).

materský nuklid	$T_{1/2}^\dagger$	typ premeny [‡]	energia premeny [keV]	dcérsky nuklid
^{123}I	13,22 h	EZ, β^+	1228	^{123}Te
^{124}I	4,18 d	EZ, β^+	3160	^{124}Te
^{125}I	59,40 d	EZ, β^+	186	^{125}Te
^{126}I	12,93 d	EZ, β^+	2154 (52,7%)	^{126}Te
		β^-	1236 (47,3%)	^{126}Xe
^{127}I	stabilný			
^{128}I	29,99 m	EZ, β^+	1256 (6,9%)	^{128}Xe
		β^-	2123 (93,1%)	^{128}Te
^{129}I	$1,57 \cdot 10^7$ r	β^-	189	^{129}Xe
^{130}I	12,36 h	β^-	2944	^{130}Xe
^{131}I	8,03 d	β^-	971	^{131}Xe
^{132}I	2,30 h	β^-	3575	^{132}Xe
$^{132\text{m}}\text{I}$	1,39 h	IT	3581 (86%)	^{132}I
		β^-	3581 (14%)	^{132}Xe
^{133}I	20,83 h	β^-	1786	^{133}Xe
^{134}I	52,50 m	β^-	4082	^{134}Xe
^{135}I	6,58 h	β^-	2634	^{135}Xe

[†]d – deň, h – hodina, m – minúta, r – rok; [‡]EZ – elektrónový záchyt, IT – vnútorný prechod

2.1.1.1 ^{127}I

Jód-127 je jediným stabilným izotopom jódu, ktorého celkový obsah na Zemi činí $\sim 8 \cdot 10^{14}$ kg. Viac ako 99 % celkového obsahu ^{127}I sa nachádza v oceánoch, z čoho 68 % je obsiahnutých v morských sedimentoch a sedimentárnych horninách (28 %). V morskej vode je rozpustených len 0,8 % ^{127}I (Fabryka-Martin et al., 1985).

2.1.1.2 ^{129}I

Jód-129 je rádioaktívny izotop jódu s dlhou dobou polpremeny ($T_{1/2} = 15,7$ mil. rokov). Jeho celkový obsah na Zemi je mnohonásobne nižší ako ^{127}I a pohybuje sa okolo 50 000 kg. Nachádza sa predovšetkým v litosfére a len 263 kg je súčasťou atmosféry, hydrosféry a biosféry. Prirodzene tento izotop vzniká najmä spontánnym štiepením ^{238}U a interakciami

kozmičkého žiarenia s xenónom (Fabryka-Martin et al., 1985; Hou et al., 2009). Od roku 1945 sa uvoľňuje veľké množstvo ^{129}I antropogénnymi aktivitami, medzi ktoré patrí testovanie jadrových zbraní, jadrové havárie a prepracovávanie vyhoreného paliva (Englund et al., 2010). Odhad množstva uvoľneného ^{129}I z testovania jadrových zbraní je približne od 43 do 150 kg, v dôsledku havárie v Černobyle od 2 do 6 kg a v dôsledku nehody vo Fukushime 1,2 kg (Daraoui et al., 2012; Hou et al., 2013).

Jadrové elektrárne a závody na prepracovávanie paliva sú sústredené prevažne na severnej pologuli. Dôsledkom je, že viac ako 95 % súčasného mobilného ^{129}I sa distribuuje práve v tejto časti Zeme (Snyder et al., 2010). Odhadovaná koncentrácia ^{129}I na južnej pologuli je asi o dva rády nižšia ako na severnej (Fehn, Snyder, 2000). V Európe sú dva významné prepracovateľské závody La Hague v severnom Francúzsku a Sellafield vo Veľkej Británii. Závody v La Hague a v Sellafielde vypustili do roku 2005 približne 251 kg ^{129}I do atmosféry a 4 720 kg do Lamanšského prielivu a Írskeho mora (Daraoui et al., 2012). Samotné prepracovávanie vyhoreného paliva spôsobilo za posledné desaťročia zvýšenie pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ viac ako 106-krát oproti prirodzenému pomeru v morskej vode, ktorý bol odhadnutý na $(0,04 - 3,0) \cdot 10^{-12}$ (Englund et al., 2010, Edwards, 1962). Odhad globálneho zvýšenia pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ je veľmi hrubým, pretože prepracovateľské závody, najmä vojenské, zväčša neposkytujú údaje o svojej činnosti (Daraoui et al., 2012).

Vďaka neustálej produkcii ^{129}I v životnom prostredí a veľkej afinite jódu s organickým materiálom je ^{129}I ideálnym indikátorom pre environmentálne procesy a stanovenie geologického veku datovaného do približne 80 miliónov rokov (Liu et al., 2015).

Vzhľadom na zameranie tejto bakalárskej práce sa celosvetovo pre meranie jódu pomocou urýchľovačovej hmotnostnej spektrometrie využíva tzv. „Woodward iodine“. Ide o materiál čerpaný z hlbokých soľných vrtov nachádzajúcich sa v severnej Oklahome (USA) spoločnosťou Deepwater Chemicals Inc. Má veľmi nízky obsah ^{129}I , a preto sa v súčasnosti využíva, buď to pre prípravu izotopických štandardov $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$, alebo sa použije ako pozadový materiál a metodický “blank”/nosič. Izotopický pomer $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ sa udáva okolo $7 \cdot 10^{-14}$ (Jenson et al., 2014).

2.1.1.3 ^{131}I

Jód-131 je izotopom jódu s krátkou dobou polpremeny ($T_{1/2} = 8$ dní), ktorý vzniká ako vedľajší produkt štiepenia ^{235}U . Tento izotop je jedným z najviac nebezpečných izotopov

uvoľňujúcich sa pri jadrových haváriách, pretože sa kumuluje v štítnej žľaze a premieňa sa β^- žiarením, ktoré poškodzuje bunky. Poškodenie štítnej žľazy spôsobuje mutácie, ktoré v najhorších prípadoch vedú k rakovine a následnej smrti. Jód-131 má niekoľko priemyselných a medicínskych využití. Svoje uplatnenie nachádza pri detekcii netesností, hydraulickom štiepení v ropnom priemysle, lekárskej diagnostike a terapii štítnej žľazy. Ako je z textu zrejmé, ^{131}I je možné využiť v prospech ale aj v neprospech ľudí, kde sa z neho stáva dostupný zdroj pre potenciálne teroristické využitie (Braverman et al., 2014).

2.2 Separčné metódy jódu a postupy prípravy vzoriek pre meranie na urýchľovačovom hmotnostnom spektrometri

V súčasnosti sa koncentrácia ^{129}I stanovuje v najrôznejších vzorkách. Príkladom môžu byť vzorky slanej a sladkej vody (Zang, Hou, 2021), morské riasy (Raisbeck a Yiou, 1999), sedimenty, vzorky ľadovcov (Reithmeier a kol., 2006) ale aj vína (Fitoussi et al., 2010). Pre stanovenie obsahu jódu vo vzorke je potrebné jód zo vzorky odseparovať a upraviť ho do merateľnej formy vhodne zvolenou separačnou metódou. Separčná metóda sa najčastejšie volí v závislosti od povahy a typu vzorky (mlieko, sedimenty, voda,...). K separácii jódu z tuhých vzoriek sa využívajú deštruktívne spôsoby, medzi ktoré patrí alkalické tavenie, pomocou KOH alebo K_2CO_3 a metóda alkalického suchého spopolnenia. Ďalšími metódami ako odseparovať jód z tuhých vzoriek sú rozklad v mikrovlnnej peci, Schrödingerova metóda spaľovania, alebo lúhovanie a následná extrakcia roztokom tetrametylamóniumhydroxidu (TMAH). Rozklad pyrolýzou je vhodná metóda pre extrakciu jódu z rastlín (Duborská, Bujdoš, 2018). Medzi najčastejšie separačné metódy pre spracovanie vzoriek vody patria kvapalinové extrakcie a iónová chromatografia (Kaizer, 2015).

Táto práca je zameraná na stanovenie jódu vo vzorkách slanej a sladkej vody, ktoré sú merané metódou AMS, preto sú v tejto kapitole popísané metódy separácie jódu z vodných vzoriek, využívané pre meranie na AMS.

2.2.1 Príprava vzoriek jódu pre meranie na AMS z vody

Úpravu kvapalných vzoriek je možné popísať v troch krokoch: rozklad organického jódu, samotná separácia a príprava terča. Pred začatím práce s kvapalnými vzorkami je vhodné vzorky prefiltrovať pre odstránenie pevných nečistôt. V prípade, že sa očakáva, že vzorky obsahujú malé množstvo jódu, je vhodné pridanie nosiča (Woodward Iodine). Pre rozloženie

organických foriem jódu je potrebné pridať oxidačné činidlo, najčastejšie to je peroxodisíran draselný. Následne sa upravuje pH na 1-2 kyselinou dusičnou. Úprava pH znižuje straty jódu pri rozklade. Takto upravené vzorky sa uzavreté miešajú a zahrievajú na 60 °C. Po ochladení je možné odseparovať jód, ktorý sa nachádza v anorganických formách (Zhang, Hou, 2021).

2.2.1.1 Kvapalinová extrakcia

Najčastejšou metódou separácie jódu je kvapalinová extrakcia pomocou tetrachlórmetánu alebo chloroformu. V prvom kroku tejto metódy je potrebné premeniť anorganické formy na elementárny jód. K tejto premene sa používa hydrogénsiričitan draselný, hydrogén siričitan sodný alebo disiričitan sodný. Tieto činidlá je možné nahradiť roztokom hydroxylamínu a kyseliny chlorovodíkovej, avšak táto reakcia prebieha veľmi pomaly (Álvarez et al., 2016). pH musí byť udržiavané v rozmedzí 1–2 bežne kyselinou dusičnou, inak by dochádzalo k redukcii elementárneho jódu na jodid. Ďalej, aby I_2 neprechádzal do volatilnej formy, pridáva sa do extrakčného systému $NaNO_2$. Pre zvýšenie výťažku je vhodné vodnú fázu rozdeliť na niekoľko porcií. Po extrakcii je I_2 reextrahovaný z organickej do vodnej fázy pomocou kyslého roztoku (HNO_3). Pre konverziu I_2 na I^- je nutné do systému pridať redukčné činidlo, najčastejšie to je SO_3^{2-} . Reextrakcia sa prevádza niekoľkonásobne pre odstránenie čo najväčšieho množstva nežiadúcich prímiesí. Týmto spôsobom sa zredukuje veľký počiatkový objem vodnej vzorky do niekoľkých mililitrov objemu vhodného pre vyzrážanie jódu vo forme AgI . Preto sa do vodnej fázy pridá $AgNO_3$, čím dochádza k vyzrážaniu AgI . V závislosti od obsahu chloridov vo vodnej fáze sa súčasne vyzráža aj $AgCl$. Ak vzorka obsahuje veľké množstvo chloridu strieborného je vhodné ho rozpustiť premytím so zriedeným $NH_3(l)$. Po oddelení jodidu strieborného sa vzorka premyva zriedeným roztokom HNO_3 , vodou a necháva sa vysušiť (Chen et al., 2023).

2.2.1.2 Metóda koprecipitácie

Ďalšou separačnou metódou je metóda koprecipitácie AgI s Ag_2SO_3 , $AgCl$ a $AgBr$ prídavkom $AgNO_3$ a $NaHSO_3$ pri pH 4,2 – 5,5. To znamená, že po rozložení organických foriem jódu a zredukovaní všetkých anorganických foriem jódu na jodid, sa rovno za stáleho miešania pridá dusičnan strieborný. Vzniká koprecipitát $AgI-AgCl-Ag_2SO_3-Ag_2SO_4$. Ten sa preplachuje zriedenou kyselinou dusičnou a deionizovanou vodou. Na odstránenie siričitanu, síranu a väčšiny chloridu strieborného sa používa zriedený $NH_3(l)$. Takto pripravená vzorka sa necháva vysušiť (Luo et al., 2013).

2.2.2 Separácia jódu pomocou iónovo-výmennej chromatografie

Michel a kol. (2012) využili k separácii jódu iónomeničovú kolónu DOWEX® 1 × 8. Najprv premenili všetky formy pomocou $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ na jodičnany, ktoré následne redukovali použitím $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ a NaHSO_3 na I_2 . I_2 bol eluovaný roztokom dusičnanu draselného. Odseparovaný jód sa vyzrážal ako AgI a vzniknutá vysušená zrazenina bola využitá k príprave terča.

Táto metóda je často využívaná k separácii jodidových aniónov, ktoré vykazujú vysokú afinitu voči iónomeniču. Aj napriek jednoduchosti metódy, pri nej nedochádza k odstráneniu všetkých kontaminantov, ktoré by mohli následné meranie ovplyvniť. Z tohto dôvodu je viac využívaná pre merania rádiochemickou neutrónovou aktivačnou analýzou (RNAA) ako pre merania na hmotnostnom spektrometri s urýchľovačom (AMS) (Kaizer, 2015).

2.2.3 Porovnanie metódy extrakcie s rozpúšťadlom a metódy koprecipitácie

Výťažnosť celkového jódu metódy extrakcie s rozpúšťadlom a metódy koprecipitácie je nad 80 %, avšak metóda extrakcie s rozpúšťadlom nie je vhodná na analýzu veľkého objemu vzoriek. Dôvodom je, že je zdĺhavá a nešetrná k životnému prostrediu, pretože chloroform a tetrachlórmetán vytvárajú toxický organický odpad. Naopak výhodou metódy koprecipitácie je presnejšia analýza ultrastopových množstiev a menšie množstvo potrebných chemikálií. Táto metóda je rýchlejšia vďaka tomu, že separácia prebieha len v jednom kroku, a to umožňuje analýzu veľkého množstva vzoriek. Jednoduchosť prevedenia tejto techniky s využitím prídavku malého množstva nosiča robí z tejto metódy elegantný spôsob stanovenia nízkej hladiny ^{129}I , čo sa využíva predovšetkým pri geologických, environmentálnych a geochemických štúdiách (Zhang, Hou, 2021).

Metóda separácie iónovou chromatografiou nebola do porovnania zahrnutá, pretože táto metóda je pre meranie na AMS málo využívaná.

2.2.4 Príprava terča

Vysušené zrazeniny AgI je nutné homogenizovať rozomletím najemno. K tomu sa bežne využíva achátová trecia miska. Toto je veľmi dôležitý krok, pretože v prípade prítomnosti veľkých zŕn by nesúrodá vzorka mohla vypadnúť z meracej katódy (terča). Potom sa vzorka zmieša s vodivým kovovým práškovým materiálom. Úlohou vodivého materiálu je zabrániť nabitíu terča a odstrániť teplo vznikajúce v terči pri rozprašovaní céznymi iónmi. Medzi najpoužívanejšie matrice patrí Cu , Fe , Ag a Nb . Pre meranie ^{129}I na AMS je

najvhodnejším materiálom Nb a Ag vzhľadom na prúdovú intenzitu, stabilitu jódového iónu a množstva signálov pozadia. Optimálny hmotnostný pomer zmesi nióbu a zrazeniny je 5:1 (Liu et al., 2015) a pre zmes striebra a zrazeniny 4:1 (Christl et al., 2015).

Zrazenina AgI sa lisuje do katódy (terča) a tá sa vkladá do urýchľovača s hmotnostným spektrometrom k meraniu, okrem iného, aj obsahu jódu. Terč by mal byť pripravovaný krátko pred meraním a uložený v exsikátore alebo na tmavom chladnom mieste až pokiaľ nebude meraný. Terče, ktoré sú vystavené vzduchu majú tendenciu reagovať s materiálom katódy, čo je viditeľné pod mikroskopom vo forme bublín (Liu et al., 2015).

Liu a kol. (2015) skúmali vhodný materiál katód pre meranie ^{129}I . Prišli k záveru, že hliníkové katódy, ktorá sa používajú najmä na meranie ^{14}C s ^{10}Be , nie sú vhodné pre meranie ^{129}I , pretože dochádza k interakcii terča s hliníkovým materiálom, pričom vzniká tavenina. To má za následok nestabilný alebo takmer žiadny prúd jódových iónov, čo je príčinou zlyhania meraní. Naopak, pri medených katódach vystavených vzduchu nedošlo k interakcii terča s materiálom katódy ani po 7 dňoch, z čoho vyplýva, že meď je vhodnejším materiálom katód pre merania jódu vo forme I^{5+} na AMS. Na druhej strane pri meraní I^{2+} v Cu dochádza k tvorbe molekulových interferencií, ktoré putujú trasou AMS až do koncového detektora. Najvhodnejšie pre meranie I metódou AMS sú Ti katódy, ktoré molekulové interferencie nevykazujú.

Naplnená katóda sa pripevňuje na satelit, ktorý sa vkladá do disku na vzorky so 40 pozíciami, takzvaného magazínu.

2.3 Analytické stanovenie ^{129}I

Jód-129 je možné stanoviť viacerými analytickými technikami. Medzi najčastejšie patria neutrónová aktivačná analýza (NAA), hmotnostná spektrometria s urýchľovačom (AMS), hmotnostná spektrometria s indukčne viazanou plazmou (ICP-MS), röntgenova absorpčná spektroskopia a meranie na kvapalnom scintilačnom počítači (LSC). ICP-MS je považovaná za najspoľahlivejšiu metódu stanovenia celkového obsahu jódu, ale pre meranie ^{129}I táto metóda nie je najvhodnejšia, pretože detekčný limit tejto metódy pre stanovenie pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ je viac ako polovičný oproti AMS. Ďalej pri tejto metóde môže dochádzať k zhasaniu, čo tiež výrazne ovplyvňuje meranie (Hou et al., 2009; Duborská, Bujdoš, 2018). Detekčné limity zmienených metód sú uvedené v Tab. 2.

Tab 2: Detekčné limity analytických metód pre stanovenie ^{129}I (Daňo et al., 2023).

Metóda	Matrica	Detekčný limit	
		Aktivita	$^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$
LSC	I ₂ (l)	10 mBq	$10^{-6} - 10^{-5}$
RNAA	I ₂ (l)	1 μBq	10^{-10}
ICP-MS	priame meranie vzorky	40 – 100 μBq·cm ⁻³	$10^{-6} - 10^{-5}$
AMS	AgI (s)	1 nBq	10^{-14}
			$^{129}\text{I}/\text{total I}$
γ spektrometria	suchý prášok	–	$10^{-7} - 10^{-6}$

2.3.1 AMS

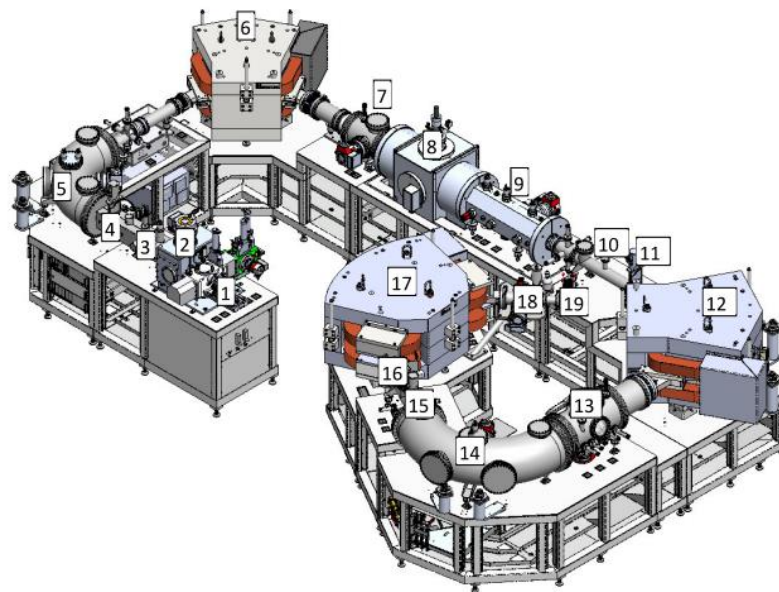
Pre ultrastopovú detekciu ^{129}I sa v dnešnej dobe používa najmä urýchľovačová hmotnostná spektrometria, ktorá je najcitlivejšou metódou v oblasti ppb a jedinou metódou, ktorá dokáže stanoviť ^{129}I vo vzorkách predjadrového veku (Lui et al., 2015).

Táto analytická metóda spája hmotnostný spektrometer a tandemový urýchľovač. Tandemový urýchľovač zvyšuje energiu iónov, čoho pozitívnym následkom je zamedzenie izobarických interferencií a zlepšenie rozlíšenia pík v koncovom detektore. K zvýšeniu energie dochádza dvakrát. Prvýkrát sú záporne nabité ióny priťahované k terminálovému napätiu urýchľovača, kde sa nachádza priestor s héliom, ktoré slúži ako stripper - premieňa záporne ióny na kladné a rozbíja molekuly na ióny. Druhýkrát sú urýchlené odpudzovaním od terminálového napätia do HE časti, pretože došlo k zmene náboja. AMS je oproti ostatným analytickým metódam náročná a drahá, ale vďaka vysokej citlivosti stále viac využívaná (Němec, 2015).

2.3.1.1 Popis prístroja AMS MILEA

Vývoj a výskum v oblasti AMS stále napreduje, hlavne v zdokonaľovaní technológie jednotlivých prvkov systému. ČVUT v rámci projektu RAMSES spolu s Ústavom jadrovej fyziky Českej akadémie vied a Archeologickým ústavom Praha získal jedinečný a najmodernejší prístroj AMS, MILEA (Multi-Isotope Low-Energy AMS) od spoločnosti IonPlus AG, Švajčiarsko (Ionplus AG). Je umiestnený v areáli ÚJV v Řeži a v rámci zmluvy o spoločnom pracovisku má ČVUT možnosť toto zariadenie využívať. Preto v nasledujúcej časti bude popísaný práve tento prístroj.

Konštrukciu celého systému AMS je možné rozdeliť na dve časti – A) nízkoenergetickú a B) vysokoenergetickú, ktoré delí urýchľovač (Obr. 2).



Obr. 2 Hmotnostný spektrometer s urýchľovačom MILEA (IonPlus AG, 2020)

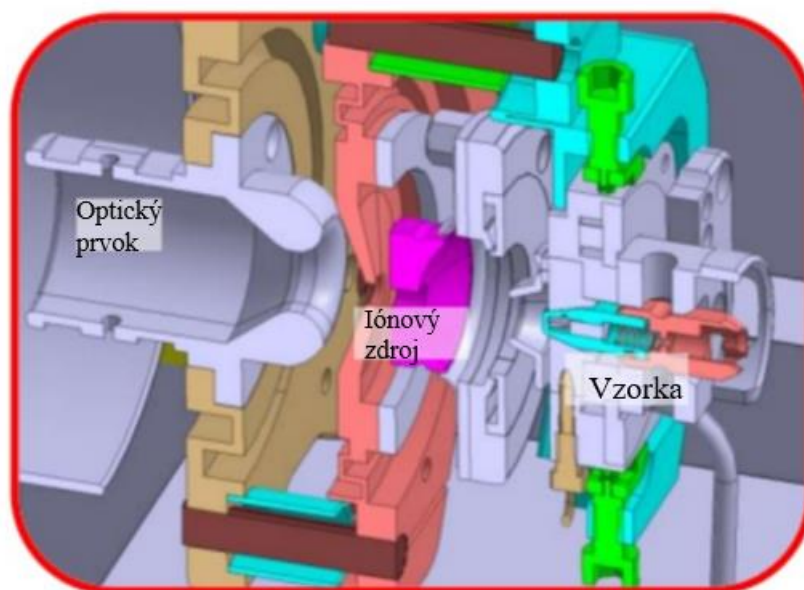
A) Pri pohľade na Obr. 2, pred iónovým zdrojom [2] je priestor pre výmenu vzoriek [1]. Sem sa vkladá magazín so vzorkami. Priestor medzi iónovým zdrojom a meničom vzoriek obsahuje tzv. „air lock“, výhodou ktorého je, že pri výmene vzoriek nie je potrebné zavzdušňovať iónový zdroj ako to býva u iných AMS systémov, čo výrazne šetrí čas. Optický prvok [3] (lens box alebo Einzel lens) slúži na fokusáciu iónového zväzku. [4] predstavuje armatúru zvanú posúvač (česky šoupátko, anglicky gate valve). Táto armatúra umožňuje oddelenie iónového zdroja od zvyšku systému. Ďalej do tejto oblasti patrí nízkoenergetický elektrostatický analyzátor (LE-ESA) [5] a nízkoenergetický magnet (LEM) [6]. Posledným prvkom pred vstupom zväzku do urýchľovača [8] je nízkoenergetická Faradayová klietka [7].

B) Za urýchľovačom [8] sa nachádza elektrostatický kvadrupólový triplet [9] (pozostáva z vonkajšieho kvadrupólu PS1 a PS2, vnútorného kvadrupólu PS3, PS4, a steereru y označeného ako PS5), ktorého úlohou je zaostrovať zväzok po urýchlení. Stredná Faradayova klietka [10] sa využíva podľa potreby, napríklad hodnoty prúdu nameraných touto komponentnou sa využívajú pri ladení alebo sa hmotnostné scany (angl. mass scans). Nasleduje posúvač [11], ktorý umožňuje prerušenie nízkoenergetickej časti a tandemového urýchľovača od vysokoenergetickej časti. Vysokoenergetická časť pokračuje vysoko

energetickým magnetom 1 (HEM1) [12], Faradayovými kliečkami (vysokoenergetický analyzátor) [13] a vysokoenergetickým elektrostatickým analyzátorom (HE-ESA) [14]. Za elektrostatickým analyzátorom sa nachádza ďalší posúvač [15], ktorý umožňuje oddelenie strany detektora od zvyšku trasy. Za touto armatúrou môže a nemusí byť vložená pomocná Faradayova kliečka [16], ktorá slúži pre účely ladenia. Posledným vysokoenergetickým prvkom je vysokenergetický magnet 2 (HEM2), za ktorým nasleduje posúvač [18] a detektor [19]. Posúvač tu umožňuje odpojenie koncového detektora [19] od zvyšku systému (IonPlus AG, 2020).

2.3.1.2 Iónový zdroj

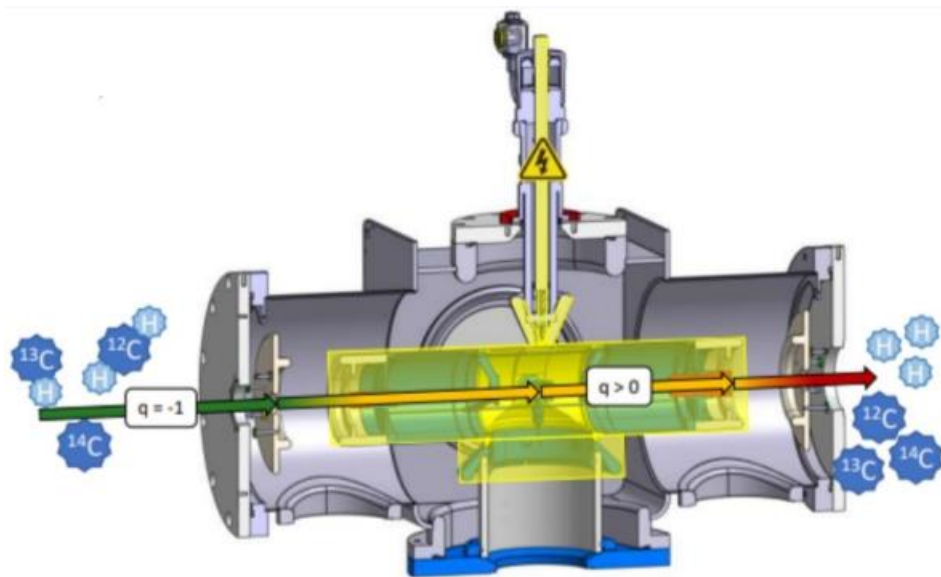
AMS MILEA využíva iónový zdroj (Obr. 3) tvorený sférickým ionizátorom, optickými prvkami, zásobníkom cézia a vákuovým čerpadlom. Zásobník cézia obsahuje vysoko čisté kovové cézium, ktoré je zahrievané bežne na teploty od 100 do 140 °C. Vzniknuté pary cézia vstupujú do priestoru ionizátoru, kde dochádza k ionizácii časti pár. Časť pár sa neionizuje, ale kondenzuje v okolí chladnejšieho povrchu katódy. Vygenerovaný rozprašovací lúč Cs^+ je rozdielom elektrických potenciálov urýchľovaný k terču a k jeho zaostreniu slúžia dve šošovky. Zdroj je konštruovaný tak, že umožňuje extrakciu záporných iónov až 40 keV. Energii rozprašovania je možné voliť v rozmedzí 5 – 12 keV. Celý iónový zdroj je udržiavaný pod vysokým vákuom. Zdroj disponuje multikatódovým meničom vzoriek. Zásobník obsahuje 40 polôh pre katódy (Němec, 2023; Synal et al., 2007).



Obr. 3: Konštrukcia iónového zdroja AMS MILEA (Ionplus AG, 2021)

2.3.1.3 Urýchľovač

Urýchľovač (Obr. 4) je tvorený vákuovo izolovanou vysokonapäťovou platformou, ktorú je možné prevádzkovať do terminálového napätia 300 kV a disponuje nastavcom, ktorým je vstrekaný plyn – hélium. Iné AMS využívajú ako stripovací plyn aj argón, dusík alebo namiesto stripovacieho plynu využívajú tenkú fóliu. Pre AMS MILEA bolo zvolené hélium, čím sa oproti používaniu iných stripovacích plynov dosiahlo menšieho rozptylu častíc vo zväzku po priechode plynom, a tiež účinnejšej ionizácie. Používa sa na transformáciu dopadajúceho lúča záporných iónov na kladné ióny a na rozbíjanie molekúl (Christl et al., 2023; Němec, 2023).



Obr. 4: Nákres tandemového urýchľovača (IonPlus AG, 2021)

2.3.1.4 Elektrostatické analyzátory

Elektrostatický analyzátor sa nachádza v nízkoenergetickej aj vysokoenergetickej časti. Nízkoenergetický elektrostatický analyzátor (LE-ESA) je tvorený dvomi kovovými elektródami, ktoré sú počas merania nabité na +/- 4 kV. Elektrické pole vznikajúce medzi elektródami slúži k odklonu iónov ako energetický filter a k fokusácii iónov. Vo vysokoenergetickej časti sú dva analyzátory usporiadané za sebou. Jeden je tvorený 7 Faradayovými klietkami s rozsahom integrátora 1 pA – 300 μ A. Druhý je elektrostatický (HE-ESA) a konštrukciou je podobný elektrostatickému analyzátoru v nízkoenergetickej časti. Vychýľuje sa o 120° a jeho elektródy môžu byť nabité až do +/- 60 kV. Kombinácia oboch vysokoenergetických analyzátorov slúži k achromatickému mapovaniu (Ionplus AG, 2021).

2.3.1.5 Magnety

V nízkoenergetickej časti sa nachádza jeden magnet (LEM) a vo vysokoenergetickej časti 2 magnety (HEM1 a HEM2). LEM a HEM1 fungujú ako filtre izobarických interferencií. Obsahujú vychyľovač zväzkov, ktorý zmenou elektrického poľa vychyľuje zväzok o danom m/z do Faradajových klietok. HEM2 sa nachádza tesne pred detektorom a je zakrivený pod uhlom 110° . Jeho úlohou odkloniť zostávajúce izobarické interferencie a naviesť merané ióny do koncového detektoru. Vďaka vysokej rozlišovacej schopnosti HEM2 je možné merať na AMS aj aktinoidy (Ionplus AG, 2021; Němec, 2023).

2.3.1.6 Detektor

Celý prístroj je zakončený plynovou ionizačnou komorou s Frischovou sieťkou. Okienko detektora je o veľkosti niekoľko milimetrov s hrúbkou 30 - 100 nm, je tvorené fóliou z Si_3N_3 a priestor je vyplnený izobutánom s tlakom približne 20 hPa (Kučera et al., 2023, Synal et al., 2007).

2.3.2 Princíp fungovania AMS MILEA

Vzorka je bombardovaná Cs^+ iónmi z céziového zdroja, ktorý systém MILEA využíva. Tieto ióny narážajú na vzorku a postupne ju odprašujú (angl. sputtering). Extrakčným potenciálom je negatívny zväzok (zmes nabitých iónov, molekúl a obsahuje všetky merané izotopy) posunutý cez iónovú optiku (Einzel lens) do 90° nízkoenergetickým elektrostatického analyzátora (LE-ESA). LE-ESA pripraví zväzok na achromatický transport do nízkoenergetického magnetu (LEM). Viac podrobne, v LE-ESA nastáva separácia nabitých častíc podľa pomeru kinetickej energie a náboja. Zväzok je pred vstupom do LEM usmerňovaný a tvarovaný pomocou x-ových a y-ových clôn a tzv. steererov (vysielajú nízkonapäťové impulzy do prichádzajúceho zväzku iónov).

V 90° LEM sa ióny vo zväzku rozdelia podľa pomeru svojich hmotností k náboju. Pred LEM je systéme MILEA umiestnený pulzný systém, kde sa generujú pravidelné, veľmi krátke napäťové impulzy. Tie menia energiu prichádzajúceho zväzku iónov. Týmto spôsobom sa dosiahne odklon izotopov záujmu do danej Faradajovej klietky (FC) (tiež nazvaný nízkoenergetický analyzátor), ktoré merajú prúd odkloneného zväzku.

Zväzok vstupuje do tandemového urýchľovača, ktorý je rozdelený na dve polovice tzv. terminálom. Ióny sa urýchľujú – sú prítahované vzhľadom na náboj až narazia v strede urýchľovača na tzv. stripper („odstraňovač“ alebo „zvliekač“). Systém MILEA využíva

plynné He ako strippovací plyn. Zväzok naráža na molekuly He, a tým sa rozbíjajú molekulárne ióny. Súčasne sa negatívny zväzok zbavuje elektrónov a mení tak polaritu na kladnú. Tým dochádza k odstráneniu potenciálne interferujúcich polyatomických molekúl. Kladný zväzok iónov je potom odpudzovaný a postupuje do tzv. vysokoenergetickej časti systému. Ďalej, elektrostatický kvadrupólový triplet slúži ako optická šošovka, ktorá znova zaostruje zväzok po urýchlení. Za kvadrupólovým tripletom sa nachádza FC, ktorú je možné vsunúť do trasy zväzku pre kontrolné a ladiace účely.

Optimalizovaný iónový zväzok pokračuje do vysokoenergetického magnetu 1 (HEM1). Ako pri LEM aj tu nastáva separácia iónov na základe hmotnosti resp. hybnosti. Pozitívne nabitý tzv. „vzácný izotop“ (tu $^{129}\text{I}^{2+}$) pokračuje až na koniec celého systému, zatiaľ čo ióny stabilného izotopu $^{127}\text{I}^{2+}$ sú vďaka pulznému systému odklonené a merané mimoosovou Faradayovou klietkou (nachádza sa v časti nazývanej vysokoenergetický analyzátor). Zväzok obsahujúci $^{129}\text{I}^{2+}$ pokračuje do vysokoenergetického elektrostatického analyzátora (HE-ESA). Tento elektrostatický deflektor vyfiltráva častice s nesprávnou energiou. Za HE-ESA sa nachádza vsunuteľná FC pre účely ladenia zariadenia. Druhý vysokoenergetický magnet (HEM2) umožňuje dodatočné rozlíšenie achromatického zväzku na základe pomeru hmotnosti a náboja. Zväzok obsahujúci $^{129}\text{I}^{2+}$ zakončuje svoju trasu v plynovej ionizačnej komore s Frishovou sieťkou (GIC). Táto GIC poskytuje počty impulzov $^{129}\text{I}^{2+}$ a spektrum výšky impulzov vo zväzku. Účinnosť GIC je 100 % (Kaizer, 2015; Liu et al., 2015; IonPlus AG, 2020).

2.3.3 *Využitie*

Metóda hmotnostnej spektrometrie s urýchľovačom v súčasnosti nachádza uplatnenie v mnohých oblastiach. Využíva sa hlavne k meraniu ^{10}Be , ^{14}C , ^{26}Al , ^{36}Cl a ^{129}I a aktinoidov. Medzi hlavné využitie patrí chronometria, ktorá je dôležitá najmä v archeológii, geológii a v environmentálnych vedách. Christl a kol. (2019) využili AMS k stanovovaniu veku jadrového paliva pomocou merania pomerov izotopov Cm. Najrozšírenejším využitím je rádiokarbonová metóda datovania, pomocou ktorej napr. Solis a kol. (2017) zisťovali stav zachovania kostí z archeologických nálezísk v Mexiku. V kostiach vystavených vlhkosti dochádza k degradácii kolagénu, čo vedie k ťažkostiam pri datovaní kostí z tropických, vlhkých alebo predtým ponorených archeologických lokalít. Štúdia ukázala, že aj zo vzoriek s veľmi malým alebo takmer žiadnym obsahom filtrovaného kolagénu je možné získať reprodukovateľné výsledky. Guo a kol., (1995) na univerzite v Pekingu skúmali vek 1,2 m

vysokého stalagmitu pochádzajúceho z jaskyne Panlong alebo aj zuhoľnateného semienka pšenice z provincie Gansu. V environmentalistike sa táto technika uplatňuje aj pri oceánografických štúdiách, konkrétne pri výskume morského dna a pri sledovaní cirkulácie morskej vody. K tomuto výskumu sa využíva najmä ^{129}I (Hou et al., 2001), ktorého meranie nachádza uplatnenie aj pri detekcii jadrového znečistenia. Analýzy ťažkého izotopu – plutónia zase prispievajú k odhaľovaniu nedeklarovaných jadrových aktivít (Stan-Sion, Enachescu, 2014). Vesmírne vedy a vedy o Zemi využívajú túto metódu k sledovaniu slnečnej modulácie kozmického žiarenia dosahujúceho Zem a datovaniu povrchovej expozície. Rozkvet AMS je viditeľný aj vo farmácii a medicíne, kde sa rádionuklidy podieľajú na vývoji liekov a štúdiách mikrodávkovania (Christl et al., 2015; Moriya et al., 2019). V medicíne sa využíva najmä meranie ^{26}Al , ^{41}Ca a ^{79}Se , ktoré prispievajú tiež k štúdiám o karcinogénnych látkach spôsobujúcich rakovinu a výskumu chorôb súvisiacich s nedostatkom selénu v ľudskom tele (napr. Kašín-Beckova choroba). ^{26}Al sa využíva ako indikátor pri štúdiu respiračného ochorenia pneumokoniózy. Metóda merania a detekcie prostredníctvom AMS nachádza aplikácie v geofyzike, jadrovej fyzike a tiež forenzných vedách (Jiang et al., 2000).

3 Praktická časť

3.1 Overenie metódy separácie jódu

Táto práca je zameraná na overenie a optimalizáciu separácie jódu z kvapalných vzoriek pomocou kvapalinovej extrakcie s CHCl_3 a prípravu terčových matric vhodných pre meranie na zariadení MILEA. Vychádzalo sa z nasledujúcich publikácií:

- CHEN, N.; ZHOU, W.; FAN, Y.; ZHANG, L.; XING, S. et al., 2023. Determination of ^{129}I in waters associated with coalbed methane using solvent extraction and accelerator mass spectrometry measurement. Online. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. Roč. 332, č. 4, s. 1007-1013. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s10967-022-08679-2>.
- HOU, X. and WANG, Y., 2016. Determination of ultra-low level ^{129}I in vegetation using pyrolysis for iodine separation and accelerator mass spectrometry measurements. Online. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. Roč. 31, č. 6, s. 1298-1310. Dostupné z: <https://doi.org/10.1039/C6JA00029K>.

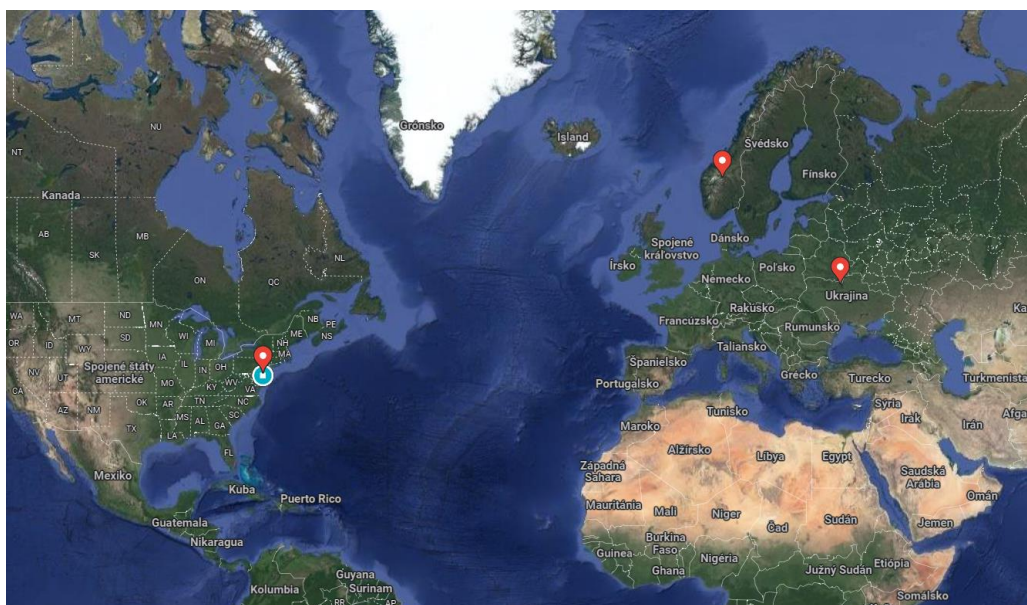
Kvapalinová extrakcia pomocou CHCl_3 bola uskutočnená na 0,5 l vzorky vody z vodovodného kohútika z laboratória FJFI ČVUT, m.č. B-317. Do vzorky bolo pridaných 15 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, avšak s tým rozdielom oproti publikovaným prácam, že vzorka nebola zahrievaná počas 20 hodín. Ďalej bol postup otestovaný bez zahrievania na dvoch vzorkách deionizovanej vody (15 M Ωcm) s prídavkom jodidu draselného. Do jednej vzorky boli pridané 3,0 mg jodidu draselného a do druhej 1,3 mg. V ďalšom kroku bola metóda s rozpúšťadlom prevedená na 0,8 l vzorke vody z vodovodného kohútiku s tým, že bola zahrievaná po dobu 17 hodín pri 60 °C za stáleho miešania, čím malo dôjsť k rozkladu organického jódu.

3.2 Výsledky overenia metódy separácie jódu

Zo vzorky vody o objeme 0,5 l nedošlo k vytvoreniu zrazeniny po zrážaní s AgNO_3 , čo bolo dôsledkom toho, že sa stihla rozložiť len malá časť organického jódu. Otestovaním metódy na dvoch vzorkách deionizovanej vody s prídavkom jodidu draselného bolo zistené, že extrakcie boli účinné, čo potvrdilo vytvorenie zrazeniny po pridaní zrážadla. To potvrdilo hypotézu, že chyba nenastala v inom kroku postupu, ale dôvodom bolo naozaj malé množstvo rozloženého organického jódu. Zvýšením objemu na 0,8 l vody z vodovodného kohútiku a zahrievaním sa po prevedení extrakcie podarilo získať 90 mg zrazeniny. Zo získaných poznatkov bol vytvorený postup uvedený v kapitole 3.4 pre sladké vody a v kapitole 3.5 pre morské vody.

3.3 Vzorky

Jódu bol stanovovaný v prírodných sladkovodných vzorkách a vo vzorkách roztoku NaCl o rôznych koncentráciách. Sladkovodné vzorky pochádzajú z USA, Nórska a Ukrajiny (Obr. 5). Konkrétne v USA boli odobraté dve vzorky. Jedna riečneho pôvodu, z rieky Schuylkill vo Philadelphii v Pensylvánii (39.9432014N, 75.1998825W) a druhá z vodovodu vo Philadelphii (39.9554117N, 75.19972777W), kde netečie pitná voda. Obe vzorky boli odobraté do 0,6l PET fľaše dňa 19.2.2023. Vzorka z Ukrajiny bola odobratá 5.4.2023 v Černobyľskej oblasti (51.2068980N, 30.1404540W) o objeme 1,5 l do PET fľaše. V Nórsku bola odobratá vzorka vody z ľadovcovej rieky Bovra (61.83908N, 8.56735E) dňa 9.9.2023 o objeme 1,5 l do PET fľaše. Do všetkých vzoriek bolo pridaných 12,6 g siričitanu sodného na 1 l vzorky, čím došlo k „zakonzervovaniu“ jódu (udržanie jódu v redukovanej forme), pretože vzorky neboli spracovávané hneď po odobratí. Vzorka vody z Ukrajiny bola spracovaná 30.5.2023, vzorky z USA 31.5.2023 a vzorka z Nórska 4.10.2023.



Obr. 5: Mapa s vyznačenými miestami odberu vzoriek

Vzorky roztoku chloridu sodného boli pripravované z kamenej soli a deionizovanej vody (15 M Ω cm) do objemu 2 l. Boli pripravené vzorky NaCl s obsahom od 3 % po 5,5 %, s tým, že príprava 3,5% a 4% vzorky bola opakovaná z dôvodu optimalizácie postupu.

3.4 Postup spracovania sladkovodných vzoriek

Každá vzorka bola prefiltrovaná cez filtračný papier FILTRAK 389. Do všetkých vzoriek bol pridaný peroxidisíran draselný, tak aby výsledná koncentrácia oxidačného činidla bola

30 mg/l. Vzorky boli zahrievané na 60 °C 23 hodín za stáleho miešania, okrem vzorky z Nórska, ktorá bola zahrievaná na 60 °C a miešaná len 17 hodín. Vzorky boli ďalej spracovávané po častiach – približne po 0,5 – 0,6 l, z dôvodu veľkosti deliaceho lievika a na tento objem sú uvádzané pridávané množstvá činidiel. Po vychladnutí bolo 0,5 – 0,6 l vzorky prevedeného do deliaceho lievika a boli pridané 3 ml 0,5 M disiričitanu draselného. Následne bolo pridaných 5 kvapiek 3 M kyseliny dusičnej a pH bolo skontrolované univerzálnym pH papierikom. Ak sa pH nenachádzalo v rozmedzí 1 – 2, bolo pridaných ešte pár kvapiek, tak aby sa pH v tomto rozmedzí nachádzalo. Potom bolo pridaných 10 – 15 ml chloroformu, vzorka bola pretrepaná, a keďže v ani jednom prípade nedošlo k vytvoreniu tretej fázy, tak do vzorky boli postupne pridané 2 ml 1 M NaNO₂. Dusitan sodný by sa mal pridávať pokiaľ nedôjde k zafarbeniu organickej fázy na ružovo, avšak vzorky obsahovali, tak malé množstvo jódu, že k zafarbeniu nedochádzalo ani po pridaní činidla v nadbytku. Vzorka bola opäť pretrepaná a následne bola organická fáza odpustená do kadičky. K vodnej fáze bol znovu pridaný chloroform v rovnakom množstve a extrakcia bola zopakovaná. Tento krok bol uskutočnený ešte raz s tým, že do oddeľovacieho lievika bolo pridaných ešte pár kvapiek 3M HNO₃, jedna kvapka 1 M dusitanu sodného a pH bolo skontrolované či sa stále nachádza medzi 1 – 2. Organické fázy boli skombinované a spolu s 20 ml ultračistej vody (15 MΩcm) prevedené do oddeľovacieho lievika. Potom bolo pridaný 0,1 ml 0,5 M K₂S₂O₅ a vzorka bola pretrepaná. Potom bola organická fáza odpustená a preliata do odpadovej fľaše. K vodnej fázy bolo pridaných 10 ml chloroformu, 5 kvapiek 3 M kyseliny dusičnej a 0,1 ml dusitanu sodného. pH bolo skontrolované a bola uskutočnená extrakcia. K vodnej fázy bolo pridaných nových 10 ml chloroformu a extrakcia bola zopakovaná. Vodná fáza bola vyliata do odpadu, organické fázy boli spojené, a preliate do nového oddeľovacieho lievika. Po pridaní 3 ml ultračistej vody, 0,1 ml 0,5 M disiričitanu sodného bola uskutočnená extrakcia. Organická fázy bola prenesená do odpadovej fľaše a vodná fáza bola odpustená do 50 ml centrifugačnej skúmavky. V prípade, že bola vzorka rozdelená na viac častí, boli všetky vodné fázy jednej vzorky prevedené do jednej centrifugačnej tuby. Následne bol pridaný 1 ml 1 M dusičnanu strieborného a 1 ml 3 M kyseliny dusičnej. Vzniknutá zrazenina bola centrifugovaná 2 minúty na 2300 rpm a premytá dvakrát 1 ml 3 M kyseliny dusičnej a ultračistou vodou. Zrazenina bola vysušená, rozdrvená v achátovej miske a zmiešaná s jej päťnásobkom hmotnosti s nióbovým práškom. Všetky vzorky boli nakoniec vtlačené do medených katód pomocou pneumatického lisu (Pneumatic Sample Press, IonPlus, AG), pripevnené k satelitu a vložené do magazínu. Magazín bol vložený do

AMS MILEA. Vzorky boli zmerané pri nastavení I-002 a I-004 (označenie magazínov so vzorkami) pre meranie ^{129}I uvedených v Prílohách.

3.5 Postup spracovania vzoriek roztoku NaCl

Do vzoriek bol pridaný peroxodisíran draselný, tak aby výsledná koncentrácia činila 30 mg/l. Z dôvodu nedostatku peroxodisírany draselného bol do niektorých vzoriek pridaný peroxodisíran sodný v rovnakom množstve (uvedené v Tab. 3). Vzorky boli zahrievané na 60 °C 18 – 23 hodín za stáleho miešania okrem jedného 3,5% roztoku NaCl (presné časy jednotlivých vzoriek sú uvedené v Tab. 3). Pripravené roztoky mali objem 2 l, a preto boli spracovávané po 0,5 l, z dôvodu veľkosti deliaceho lievika, a na tento objem sú uvádzané pridávané množstvá činidiel.

Po vychladnutí boli vzorky spracovávané podľa postupu uvedenom v kapitole 3.4 s rozdielmi v objemoch pridávaných činidiel. Pre slanú vodu boli použité väčšie objemy činidiel, pretože morská voda obsahuje väčšie množstvo chloridov, čo by mohlo ovplyvniť výťažok merania. K separácii jódu bolo použitých 20 – 25 ml chloroformu. V prvých reextrakciách bolo použitých 60 ml ultračistej vody a 0,4 ml 0,5 M $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$. Ostatné činidlá boli pridávané v dvojnásobnom množstve okrem dusičnanu strieborného, ktorého množstvo bolo postupne navyšované (množstvá pridávaného AgNO_3 sú uvedené v Tab. 3).

Tab. 3: Jednotlivé roztoky NaCl s časom zahrievania, prídavkom peroxodisírany sodného alebo draselného a množstvo pridávaného AgNO_3 pri zrážaní

Roztok NaCl	Prídavok $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	Čas zahrievania [hod]	Prídavok AgNO_3 [ml]
3,0%	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	21,5	2,0
3,5% 1.	$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	61	2,0
3,5% 2.	$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	18,5	2,5
4% 1.	$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	23	3,0
4% 2.	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	23	2,5
4,5%	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	23	3,5
5%	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	19	3,5
5,5%	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	21,5	4,0

3.6 Výsledky

Z nameraných hodnôt, prístrojom AMS MILEA, pre každú vzorku boli vypočítané izotopové pomery $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ (Tab. 4 a 5) a zostrojené grafy závislostí. Vzorky boli merané v dvoch magazínoch I-002 a I-004 pri rôznych nastavenia prístroja (uvedené v Prílohách), z tohto dôvodu sú grafy uvedené pre obe merania.

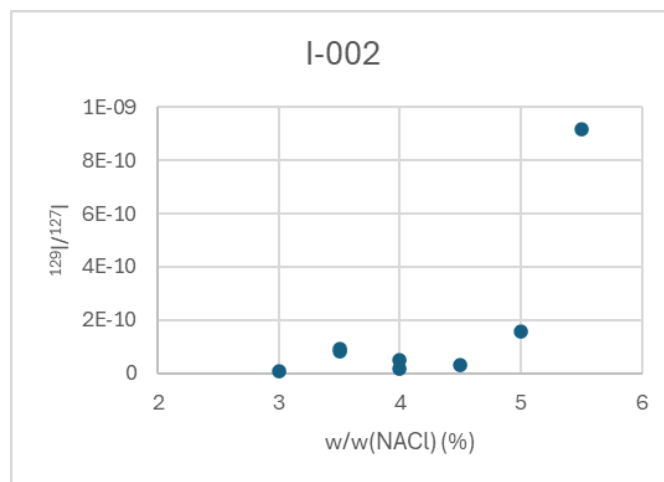
Tab. 4: Vypočítané hodnoty izotopových pomerov pre jednotlivé vzorky merané v magazíne I-002

Vzorka	Nekorigovaný pomer $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$	Korigovaný pomer 1 $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$	Korigovaný pomer 2 $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$
Vzorka z Černobylu (UA)	$2,2939 \cdot 10^{-11}$	$2,4289 \cdot 10^{-11}$	$2,5608 \cdot 10^{-11}$
Vzorka z rieky Schuylkill (USA)	$1,3311 \cdot 10^{-11}$	$1,5973 \cdot 10^{-11}$	$1,6481 \cdot 10^{-11}$
Vzorka z vodovodu (USA)	$1,3580 \cdot 10^{-11}$	$1,4440 \cdot 10^{-11}$	$1,5276 \cdot 10^{-11}$
Vzorka z rieky Bovra (NO)	$1,7184 \cdot 10^{-11}$	$1,9336 \cdot 10^{-11}$	$2,070 \cdot 10^{-11}$
3,0% roztok NaCl	$7,5822 \cdot 10^{-12}$	–	$7,2861 \cdot 10^{-12}$
3,5% roztok NaCl 1.	$5,3507 \cdot 10^{-11}$	$8,4939 \cdot 10^{-11}$	$9,2583 \cdot 10^{-11}$
3,5% roztok NaCl 2.	$2,8425 \cdot 10^{-11}$	$6,6105 \cdot 10^{-11}$	$8,1594 \cdot 10^{-11}$
4% roztok NaCl 1.	$2,7385 \cdot 10^{-11}$	$4,7216 \cdot 10^{-11}$	$5,0690 \cdot 10^{-11}$
4% roztok NaCl 2.	$1,1472 \cdot 10^{-11}$	$1,6871 \cdot 10^{-11}$	$1,5990 \cdot 10^{-11}$
4,5% roztok NaCl	$1,5150 \cdot 10^{-11}$	$2,9135 \cdot 10^{-11}$	$3,0813 \cdot 10^{-11}$
5% roztok NaCl	$4,7463 \cdot 10^{-11}$	$1,2558 \cdot 10^{-10}$	$1,5649 \cdot 10^{-10}$
5,5% roztok NaCl	$1,2096 \cdot 10^{-12}$	$6,0479 \cdot 10^{-10}$	$9,1876 \cdot 10^{-10}$

Meranie magazínu so vzorkami sa opakuje požadovaný počet krát. Pri príprave, napr. pri lisovaní vzoriek do katód môže nastať kontaminácia hornej vrstvy vzorky. Z toho dôvodu výsledky, ktoré sa získajú z prvých meraní sa vo všeobecnosti, nie však vždy, zanedbajú. Preto sú v Tab. 4 tri druhy výsledkov pomerov. Nekorigovaný pomer predstavuje priemer všetkých údajov meraní. Korigovaný pomer 2 predstavuje priemer hodnôt pomerov $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$, ktorých výpočet neobsahuje prvé meranie vzorky a začína až druhým, a navyše do priemeru neboli započítané nulové namerané hodnoty (ak sa takáto situácia vyskytla). Korigovaný pomer 1 predstavuje hodnoty so započítaním aj prvého merania vzoriek a bez nulových hodnôt (ak sa takáto situácia vyskytla).

Pri pohľade na Tab. 4 vidno, že najvyššia hodnota izotopového pomeru prírodných vzoriek bola dosiahnutá pre vzorku sladkej vody z Černobyľu. Vzorka vody z vodovodu v Pensylvánii v USA dosahuje len o trochu nižšie izotopové pomery ako vzorka riečnej vody. Dôvodom môže byť, že kohútiková vody v Pensylvánii nie je pitná, a teda nie je natoľko chemicky prečisťovaná. Korigovaný izotopový pomer vzorky z ľadovcovej rieky Bovra v Nórsku dosiahol hodnotu $2,0700 \cdot 10^{-11}$, čo je vyššia hodnota ako vzorky riečnej vody z USA.

Zo získaných izotopových pomerov roztokov NaCl by pri 100% účinnostiach extrakcií a správnom nastavení AMS MILEA mala vzniknúť rovnomerná distribúcia, pretože pomer by sa meniť nemal s rovnomerným vzrastom koncentrácií ako ^{129}I , tak i ^{127}I . Graf 1 zobrazuje závislosť korigovaných pomerov $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na percentuálnom zastúpení chloridu sodného v roztoku. Z tejto závislosti je viditeľné, že sa nejedná o rovnomernú závislosť. Extrakcia vzorky s 3,5% a 4% roztokom sa opakovala dva krát, kvôli viditeľne nevhodnému postupu. Preto postup pre druhé opakovanie extrakcie bol mierne pozmenený v zmysle koncentrácií činidiel. To môže byť hlavnou príčinou veľkého rozdielu medzi dvoma opakovaniami rovnakej vzorky. Ďalej, z dôvodu zlého zapojenie nádoby s tekutým Cs (chyba operátora, ktorý pripevňoval nádobku) boli prúdy vo FC príliš nízke, z toho dôvodu je možné sa domnievať, že aj nastavenia AMS neboli úplne ideálne. Preto (z vtedajšej nevedomosti zlého nasadenia nádoby s Cs) sa mierne prenastavil prístroj MILEA a vzorky boli zmerané ešte raz (magazín I-004). Namerané hodnoty sú uvedené v Tab. 5.

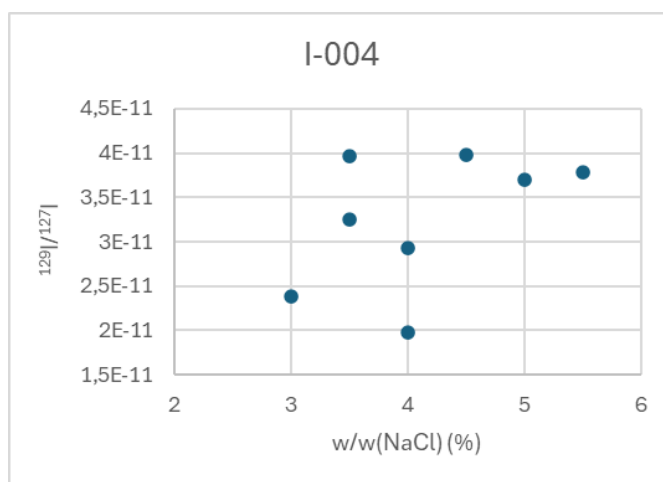


Graf 1: Závislosť korigovaného izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na obsahu NaCl vo vzorke meraných pri nastaveniach magazínu I-002

Tab 5: Vypočítané hodnoty izotopových pomerov pre jednotlivé vzorky merané v magazíne I-004

Vzorka	Nekorigovaný	Korigovaný	Korigovaný
	pomer	pomer 1	pomer 2
	$^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$	$^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$	$^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$
Vzorka z Černobylu (UA)	$2,5765 \cdot 10^{-11}$	$2,7120 \cdot 10^{-11}$	$2,8118 \cdot 10^{-11}$
Vzorka z rieky Schuylkill (USA)	$1,7099 \cdot 10^{-11}$	$1,8739 \cdot 10^{-11}$	$1,8554 \cdot 10^{-11}$
Vzorka z vodovodu (USA)	$1,4430 \cdot 10^{-11}$	$1,6729 \cdot 10^{-11}$	$1,7694 \cdot 10^{-11}$
Vzorka z rieky Bovra (NO)	$2,1699 \cdot 10^{-11}$	$2,3459 \cdot 10^{-11}$	$2,4912 \cdot 10^{-11}$
3,0% roztok NaCl	$1,2944 \cdot 10^{-11}$	$2,7252 \cdot 10^{-11}$	$2,3852 \cdot 10^{-11}$
3,5% roztok NaCl 1.	$2,1188 \cdot 10^{-11}$	$3,9420 \cdot 10^{-11}$	$3,9701 \cdot 10^{-11}$
3,5% roztok NaCl 2.	$1,7616 \cdot 10^{-11}$	$3,3554 \cdot 10^{-11}$	$3,2463 \cdot 10^{-11}$
4% roztok NaCl 1.	$2,0527 \cdot 10^{-11}$	$3,0410 \cdot 10^{-11}$	$2,9250 \cdot 10^{-11}$
4% roztok NaCl 2.	$1,0493 \cdot 10^{-11}$	$2,1525 \cdot 10^{-11}$	$1,9839 \cdot 10^{-11}$
4,5% roztok NaCl	$3,1200 \cdot 10^{-11}$	$4,0258 \cdot 10^{-11}$	$3,9839 \cdot 10^{-11}$
5% roztok NaCl	$1,8163 \cdot 10^{-11}$	$3,5440 \cdot 10^{-11}$	$3,6992 \cdot 10^{-11}$
5,5% roztok NaCl	$2,4176 \cdot 10^{-11}$	$4,1151 \cdot 10^{-1}$	$3,7780 \cdot 10^{-11}$

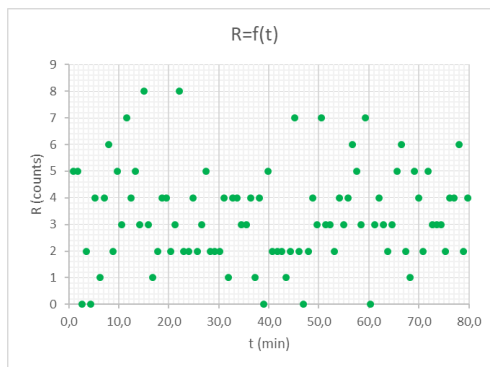
Pri porovnaní hodnôt získaných pri inom nastavení boli získané vyššie hodnoty izotopových pomerov, avšak vzájomné porovnanie vzoriek odpovedá trendu pri nastavení pre magazín I-002. Rovnako ako pre magazín I-002, tak aj pre roztoky NaCl meraných pri nastaveniach I-004 bola zosťovená závislosť korigovaných pomerov na obsahu NaCl vo vzorke (Graf 2).



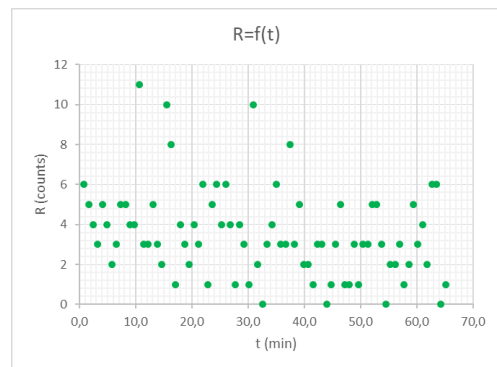
Graf 2: Závislosť korigovaného izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 2 na obsahu NaCl vo vzorke meraných pri nastaveniach magazínu I-004

Pri jednej 3,5% vzorke je viditeľný vyšší korigovaný pomer, čo je pravdepodobne zapríčinené dlhším zahrievaním (61 hodín), a teda došlo k rozkladu väčšieho množstva organického jódu. Pri 3% a 4% roztokoch došlo pravdepodobne k nižším účinnostiam extrakcií a z tohto dôvodu nevznikla rovnomerná závislosť. Chyby pomerov zatiaľ neboli dopočítané z dôvodu časovej náročnosti a veľkého množstva vzoriek pri kampani na MILEA. Rovnako nastala pri kampani nehoda na napájaní vysokého napätia (mimo areál ÚJF) a z toho dôvodu bol čas pre meranie vzoriek redukovaný. Rozptyl hodnôt pomerov pri meraní I-004 je menší než pri meraní magazínu I-002. Aj keď boli iónové prúdy (z dôvodu zlého pripevnenia nádoby s Cs) malé, predpokladá sa zachovanie pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$.

3.6.1 Vzorka z Černobylu (UA)

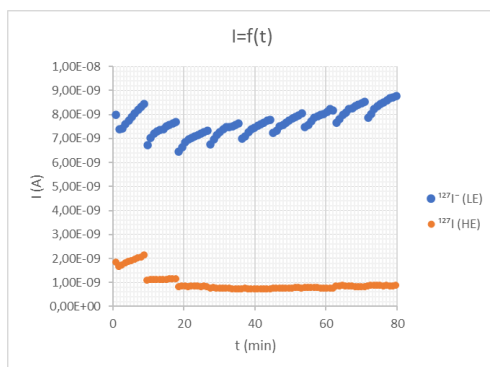


Graf 3: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-002

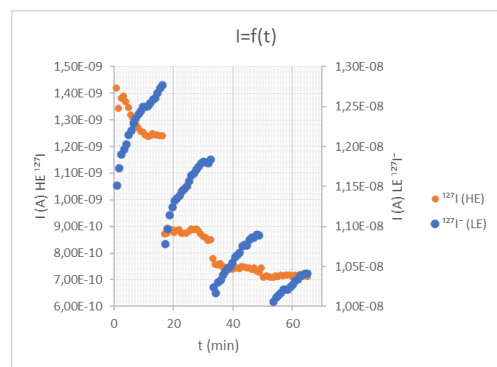


Graf 4: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-004

Namerané počty impulzov pri rôznych nastaveniach (Graf 3 a 4) sú veľmi podobné. Maximálna nameraná hodnota počtu impulzov pre vzorky v magazíne I-004 je 11, zatiaľ čo v magazíne I-002 len 8.

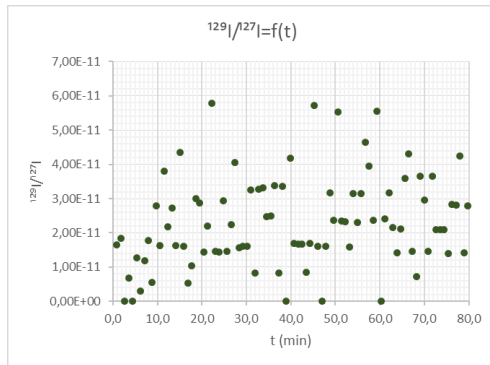


Graf 5: Závislosť prúdov na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-002

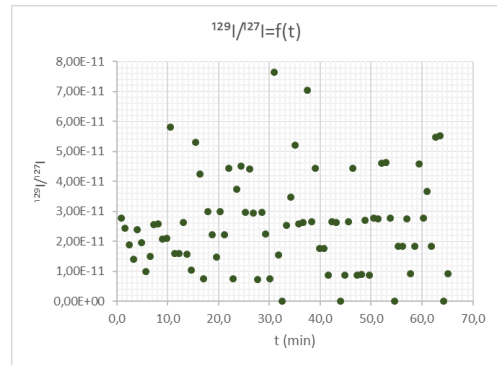


Graf 6: Závislosť prúdov na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-004

Graf 5 a 6 popisuje závislosti prúdov nízkoenergetického (LE) a vysokoenergetického (HE) elektrostatického analyzátoru. Vzorka meraná pri nastavení I-002 dosahovala vyššie prúdy pre oba analyzátory.

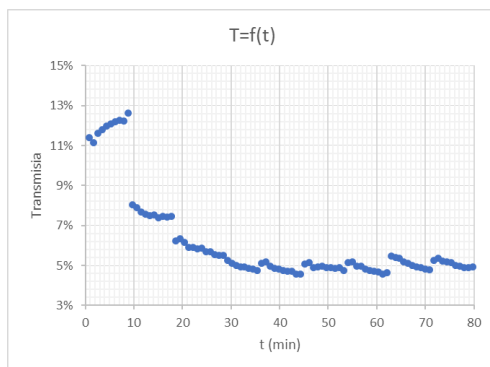


Graf 7: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-002

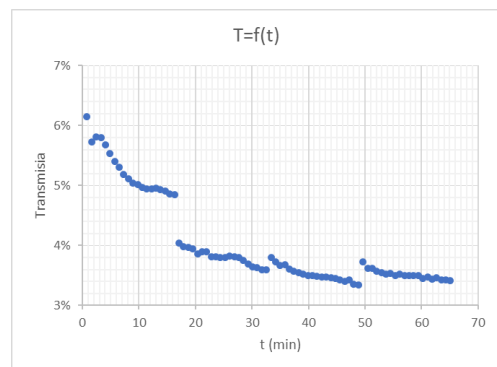


Graf 8: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-004

Grafy závislostí izotopových pomerov (Graf 7 a 8) na čase nie sú veľmi odlišné, avšak Vzorka meraná v magazíne I-002 vykazuje vyšší rozptyl hodnôt a taktiež vyššie hodnoty.



Graf 9: Závislosť transmieie na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-002

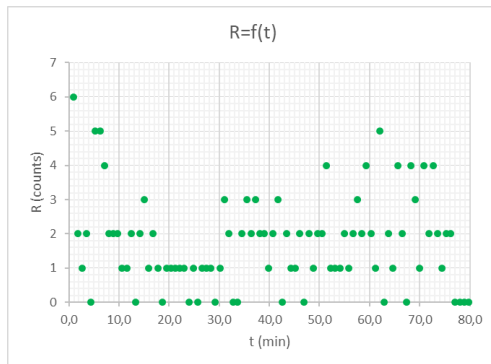


Graf 10: Závislosť transmieie na čase vzorky z Černobylskej oblasti (UA) meranej v magazíne I-004

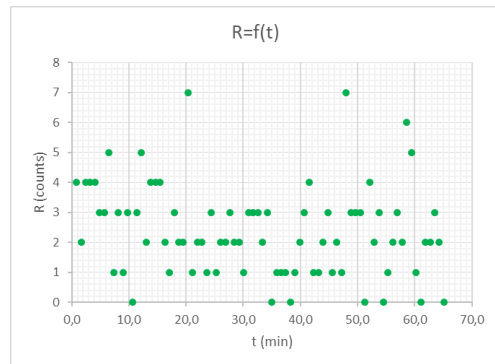
Získané hodnoty transmieie (Graf 9 a 10) sú veľmi nízke pre obe merania. Jedným z požadovaných kritérií AMS je prenos iónov urýchľovačom. To interpretuje transmieia, ktorá je normálne vysoko reprodukovateľným parametrom. Transmieiu je možné definovať ako podiel počtu iónov, ktoré vstupujú do urýchľovača k počtu iónov, ktoré prejdú (v tejto práci) cez stripovací prvok a pokračujú do ďalších častí urýchľovača. Očakávané hodnoty transmieie pre ^{129}I by mali byť 50 %. Ako však z grafov vidno, dosiahla sa transmieia maximálne okolo 13 a 6 %. Z dôvodu nízkych transmieií boli merania opakované pri rôznych nastaveniach. Tieto nízke hodnoty boli s vysokou pravdepodobnosťou dosiahnuté kvôli zle nasadenej nádobke s kvapalným Cs. Tým pádom v iónovom zdroji sa vytváral malý prúd

iónov Cs. Navyiac nízke koncentrácie jódu vo vzorkách tiež zohrali svoju úlohu pri vzniku nedostatočných prúdov. To isté platí aj pre ostatné grafy zobrazujúce transmisiiu.

3.6.2 Vzorka z rieky Schuylkill (USA)

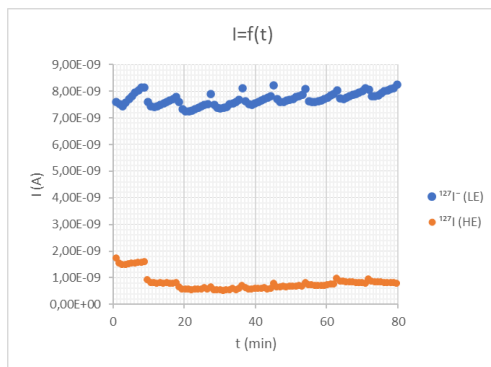


Graf 11: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-002

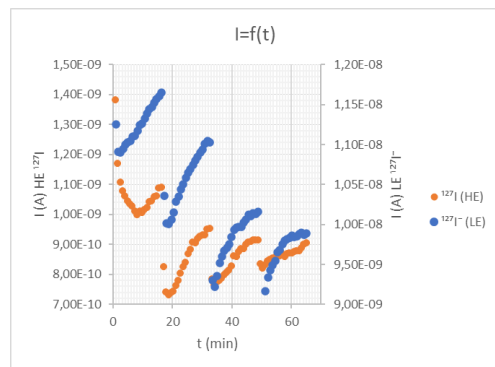


Graf 12: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-004

Namerané počty impulzov v oboch magazínoch sú veľmi nízke (Graf 11 a 12). V magazíne I-002 je viac meraní s počtom impulzov 0.

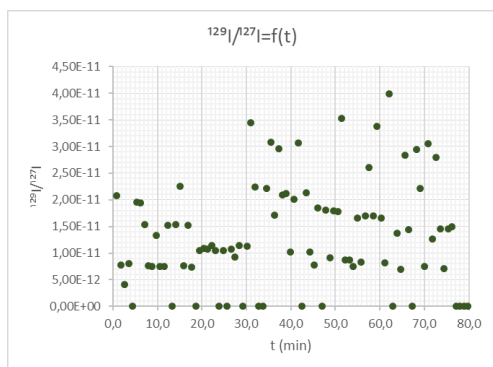


Graf 13: Závislosť prúdov na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-002

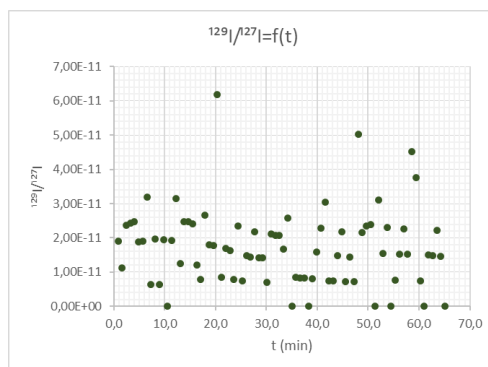


Graf 14: Závislosť prúdov na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-004

Namerané prúdy obomi analyzátorami sú pri meraní vzorky v magazíne I-002 (Graf 13) menšie ako v magazíne I-004 (Graf 14). Prúdy, pri nastaveniach magazínu I-002, sú relatívne konštantné na rozdiel od merania vzorky v magazíne I-004, kde dochádzalo k výrazným zmenám prúdov oboch analyzátorov.

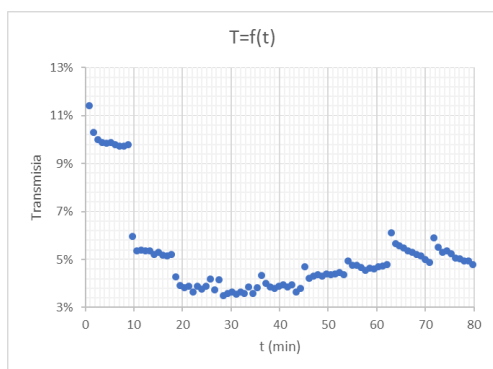


Graf 15: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-002

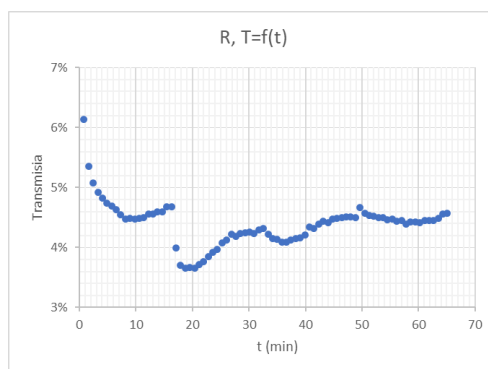


Graf 16: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-004

Vypočítané izotopové pomery jódu pri rôznych nastaveniach (Graf 15 a 16) boli vynesené do grafu, z ktorých je viditeľné rozptýlenie hodnôt.



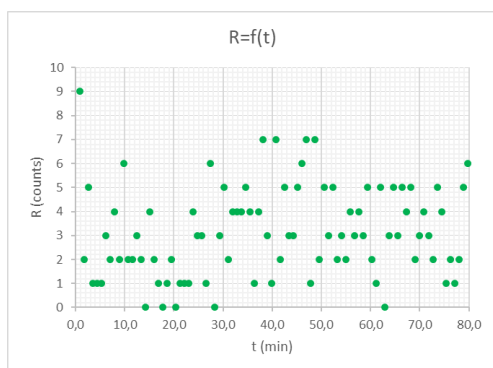
Graf 17: Závislosť transmisie na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-002



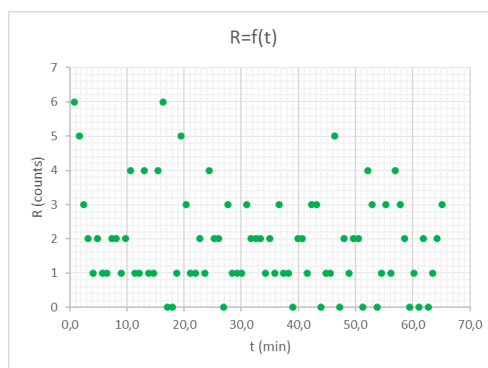
Graf 18: Závislosť transmisie na čase vzorky z rieky Schuylkill (USA) meranej v magazíne I-004

Transmisia (Graf 17 a 18) je pre obe nastavenia AMS MILEA veľmi nízka. Pri meraní v magazíne I-002 dosahovala transmisia v začiatku meria až 10 %, avšak približne po 10 minútach je viditeľný výrazný pokles.

3.6.3 Vzorka z vodovodu (USA)

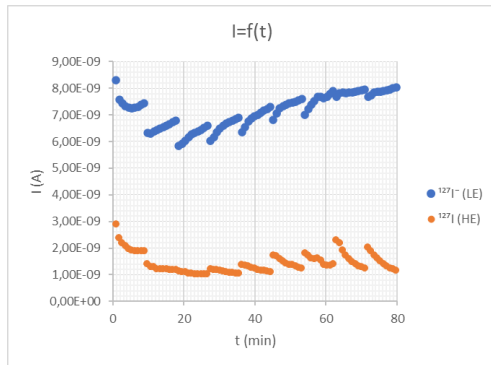


Graf 19: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-002

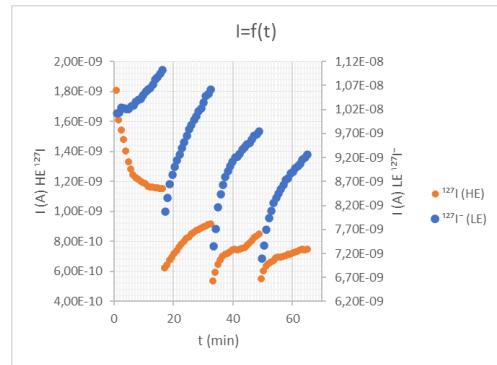


Graf 20: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-004

Vzorka vody z vodovodného kohútiku (Graf 19 a 20) vykazuje o niečo vyššie počty impulzov ako vzorka riečnej vody z rieky Schuylkill (Graf 11 a 12).

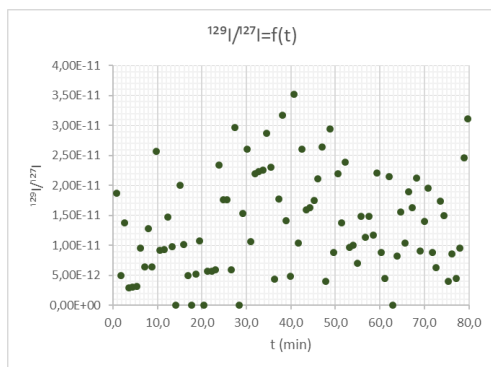


Graf 21: Závislosť prúdov na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-002

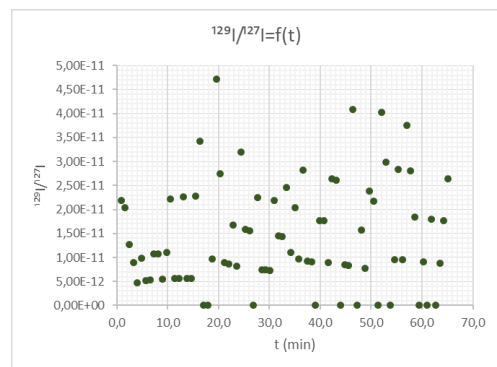


Graf 22: Závislosť prúdov na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-004

Prúdy pri nastaveniach magazínu I-002 (Graf 21) vykazujú mierne nárasty a poklesy, zatiaľ čo merania vzorky v magazíne I-004 (Graf 22) opakovane ukazujú výrazný nárast prúdu a následný strmý pokles v nízkoenergetickom analyzátore. Zároveň je pre nastavenie I-004 viditeľný prvotný pokles a následné postupné nárasty a strmé poklesy prúdu vo vysokoenergetickom analyzátore.

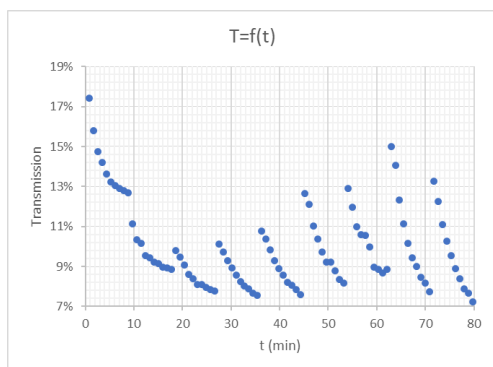


Graf 23: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-002

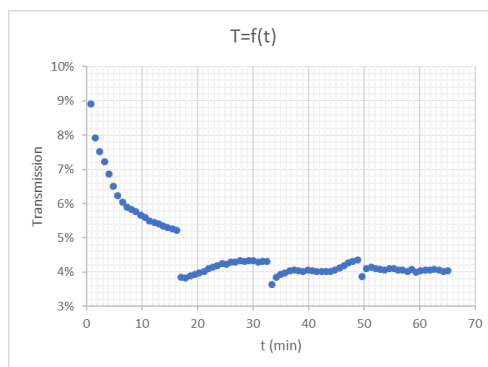


Graf 24: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-004

Izotopové pomery pri oboch nastaveniach (Graf 23 a 24) zobrazujú rozptýlenú množinu bodov.



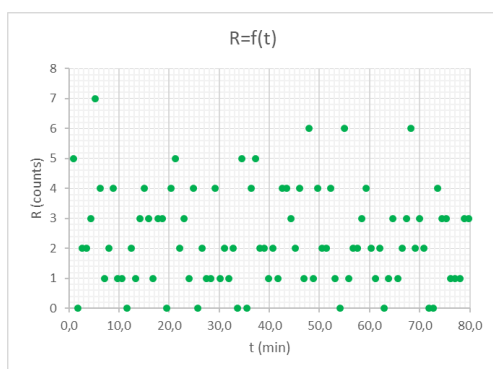
Graf 25: Závislosť transmie na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-002



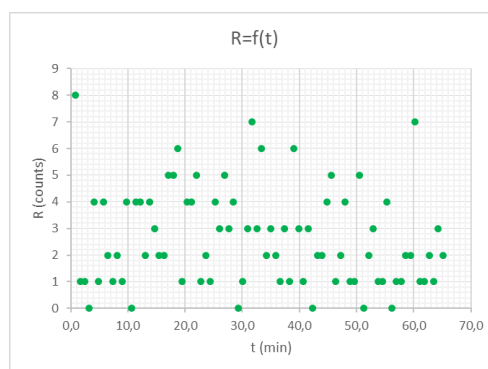
Graf 26: Závislosť transmie na čase vzorky z vodovodu (USA) meranej v magazíne I-004

Vzorka z vodovodu meraná pri nastavení I-004 (Graf 26) vykazuje exponenciálny pokles transmie, zatiaľ čo pri nastavení I-002 (Graf 25) dochádza postupne k poklesom transmie a prudkým nárastom. Takýto trend je však normálny.

3.6.4 Vzorka z rieky Bovra (NO)

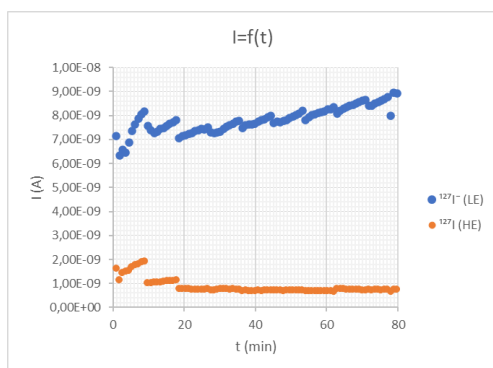


Graf 27: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-002

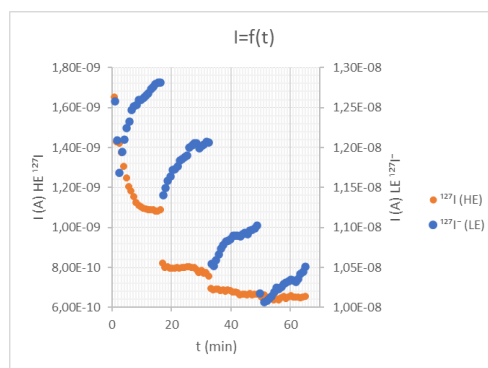


Graf 28: Závislosť počtu impulzov na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-004

Vzorka riečnej vody z Nórska vykazuje nízke hodnoty počty impulzov pre merania pri oboch nastaveniach (Graf 27 a 28).

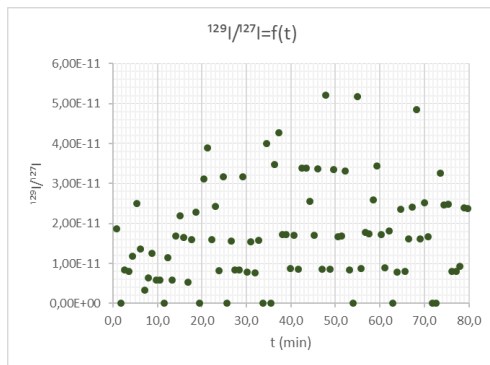


Graf 29: Závislosť prúdov na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-002

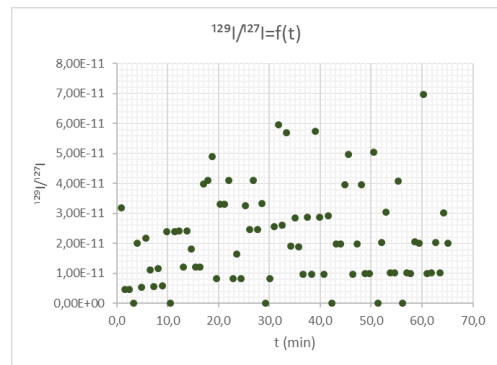


Graf 30: Závislosť prúdov na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-004

Nízkoenergetický analyzátor zaznamenal mierny nárast prúdu pri nastavení I-002 (Graf 29) a nárasty prúdu vo vlnách pre nastavenie I-004 (Graf 30). Vysokoenergetický analyzátor zaznamenal takmer konštantný prúd pre nastavenie I-002 a klesajúci prúd pre I-004.

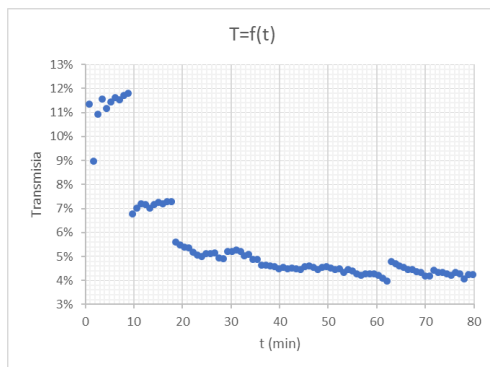


Graf 31: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-002

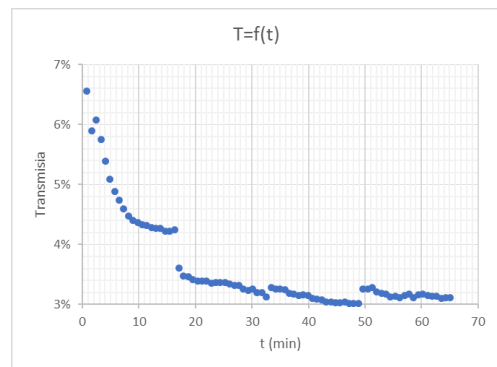


Graf 32: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-004

Grafy 31 a 32 popisujú závislosti pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase merania pre vzorky vody z ľadovcovej rieky Bovra v Nórsku.



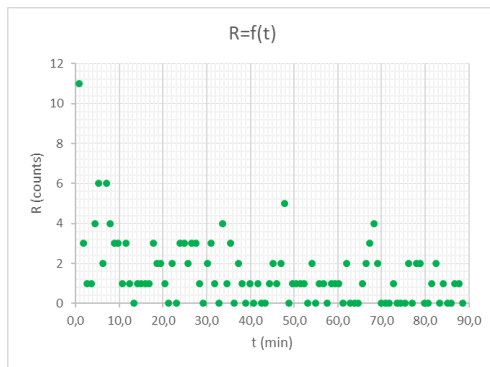
Graf 33: Závislosť transmieie na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-002



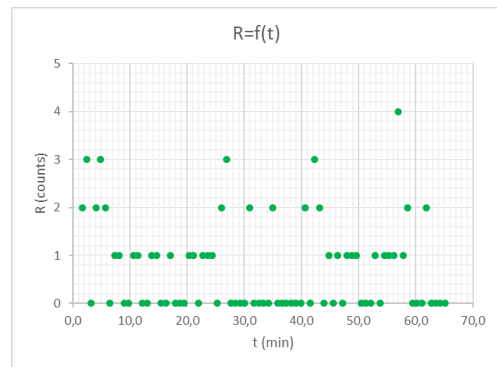
Graf 34: Závislosť transmieie na čase vzorky z rieky Bovra (NO) meranej v magazíne I-004

Grafy závislostí transmieie na čase pri oboch nastaveniach (Graf 33 a 34) postupne klesajú. Počas väčšiny času merania sa transmisia pohybuje 4 – 5 % pre nastavenie I-002 a 3 – 4 % pre nastavenie I-004.

3.6.5 3,0% roztok NaCl

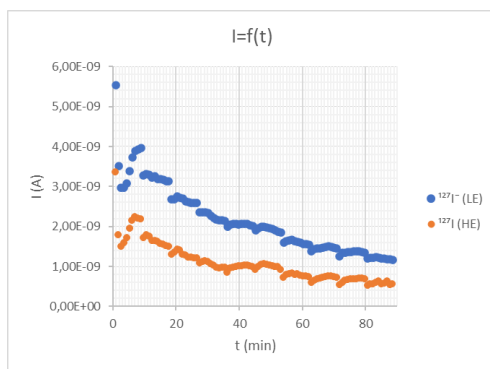


Graf 35: Závislosť počtu impulzov na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

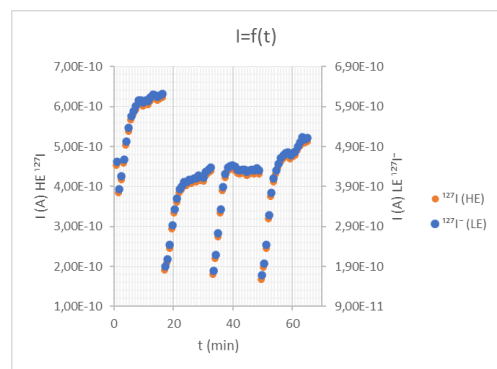


Graf 36: Závislosť počtu impulzov na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Zo vzorky 3% roztok chloridu sodného boli namerané veľmi nízke počty impulzov (Graf 35 a 36) – takmer všetky namerané hodnoty sú pod 5 impulzov pri oboch nastaveniach.

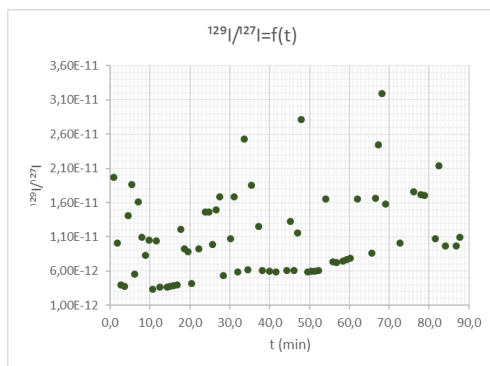


Graf 37: Závislosť prúdov na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

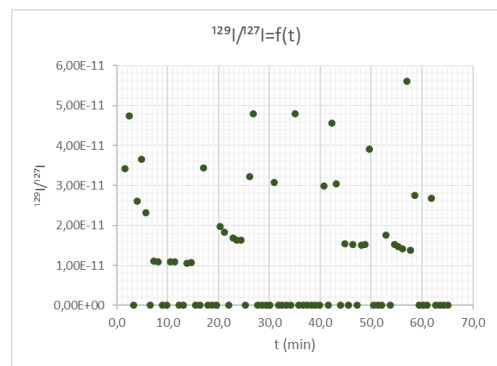


Graf 38: Závislosť prúdov na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Oba hmotnostné analyzátory zaznamenali pokles prúdu pri nastavení I-002 (Graf 37) na rozdiel od nastavenia I-004 (Graf 38), pri ktorom sú viditeľné výrazné zmeny prúdu.

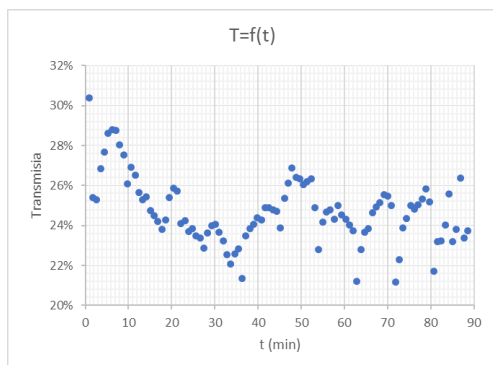


Graf 39: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

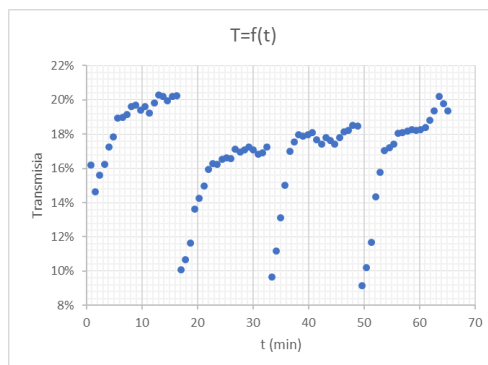


Graf 40: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-004 (Graf 40) boli získané vyššie izotopové pomery $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$, ale mnohokrát bola nameraná 0, čo sa pri nastavení I-002 (Graf 39) nestalo toľkokrát.



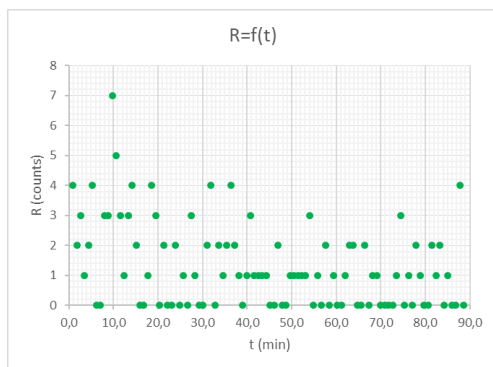
Graf 41: Závislosť transmie na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002



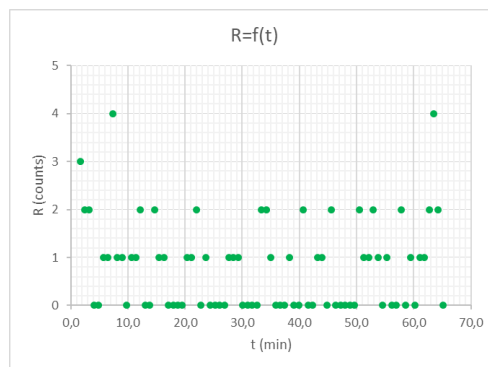
Graf 42: Závislosť transmie na čase 3% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-002 (Graf 41) je veľmi premenlivá transmisia, kdežto pri nastavení I-004 (Graf 42) dochádza k postupným nárastom a prudkým poklesom ako bolo vidieť už pri niektorých predchádzajúcich vzorkách. Oproti predchádzajúcim vzorkám 3% roztok NaCl vykazuje vyššie hodnoty transmie, a to až 20 % pre nastavenie I-004 a 28 % pre nastavenie I-002. To či sú tieto čísla precízne je diskutabilné z dôvodov uvedených v kapitole 3.6.1.

3.6.6 3,5% roztok NaCl 1.

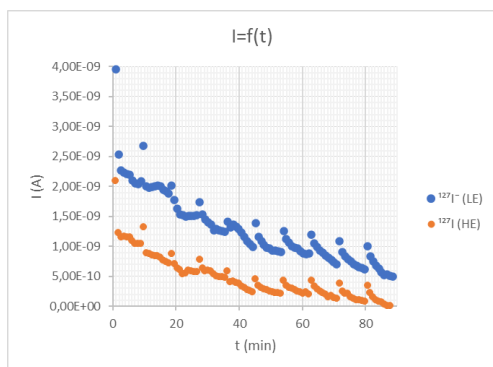


Graf 43: Závislosť počtu impulzov na čase 3,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

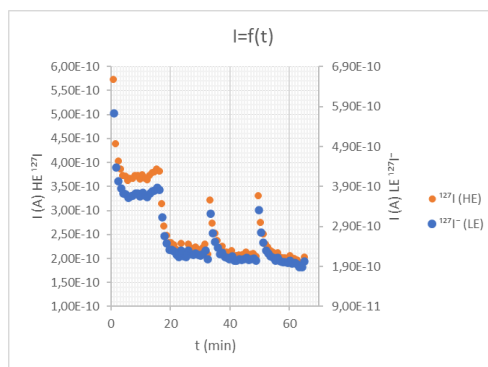


Graf 44: Závislosť počtu impulzov na čase 3,5% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-004

Graf 43 a 44 zaznamenávajú závislosť počtu impulzov na čase pre 3,5% roztok NaCl pri dvoch rôznych nastaveniach s tým, že pri nastavení I-002 je maximálna hodnota 7 a pri nastavení I-004 4 impulzy.

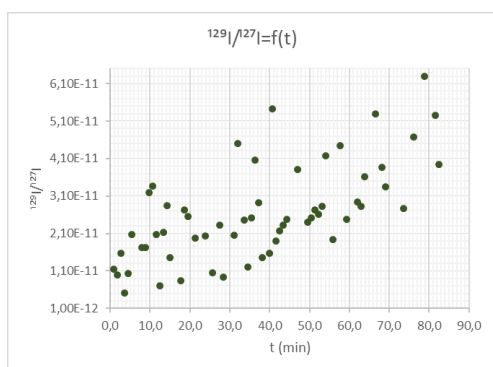


Graf 45: Závislosť prúdov na čase 3,5% roztoku NaCl I. meraného v magazíne I-002

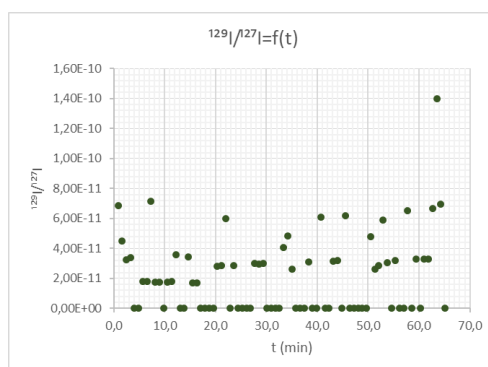


Graf 46: Závislosť prúdov na čase 3,5% roztoku NaCl I. meraného v magazíne I-004

Prúdy v oboch analyzátoroch pre nastavenie I-002 postupne klesá (Graf 45). V Grafe 46 je viditeľný pokles prúdov so strmým nárastom pre nastavenie I-004.

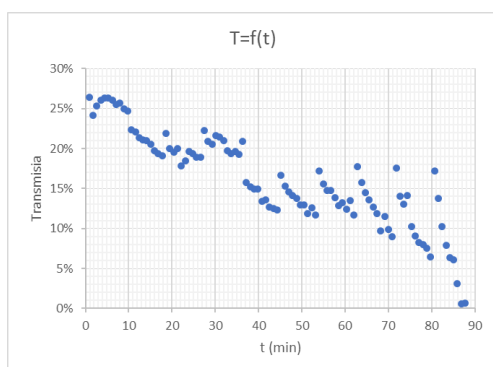


Graf 47: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 3,5% roztoku NaCl I. meraného v magazíne I-002

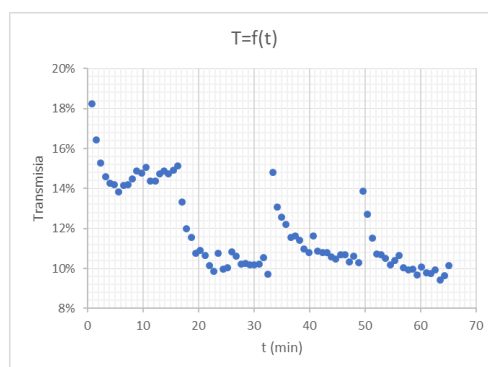


Graf 48: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 3,5% roztoku NaCl I. meraného v magazíne I-004

Závislosť izotopového pomeru na čase stúpa pre nastavenie I-002 a po 60 minútach merania sa žiadna vypočítaná hodnota pomeru nenachádza pod $2,7654 \cdot 10^{-11}$ (Graf 47). Pre nastavenie I-004 (Graf 48) sa takmer všetky hodnoty nachádzajú pod $6,9421 \cdot 10^{-11}$.



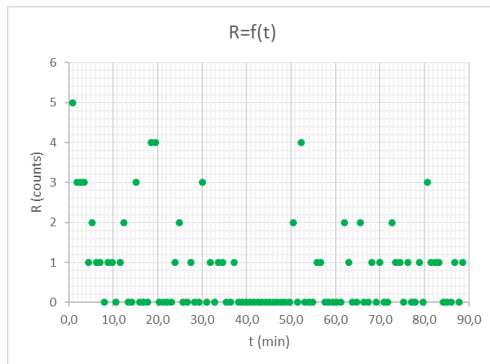
Graf 49: Závislosť transmisie na čase 3,5% roztoku NaCl I. meraného v magazíne I-002



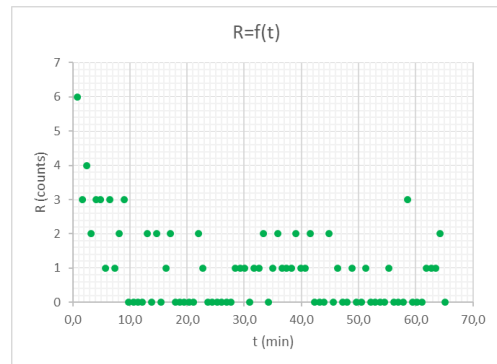
Graf 50: Závislosť transmisie na čase 3,5% roztoku NaCl I. meraného v magazíne I-004

Hodnoty transmisíí pre 3,5% roztok NaCl 1. (Graf 49 a 50) sú vyššie ako v prírodných vzorkách a pri oboch nastaveniach vykazujú klesajúci trend.

3.6.7 3,5% roztok NaCl 2.

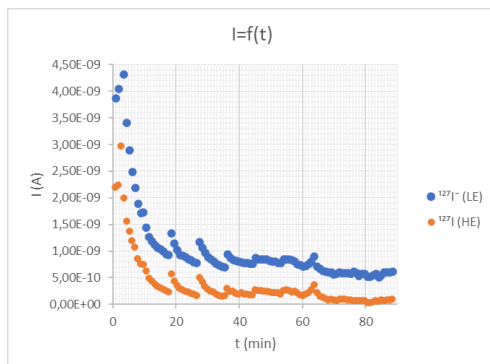


Graf 51: Závislosť počtu impulzov na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002

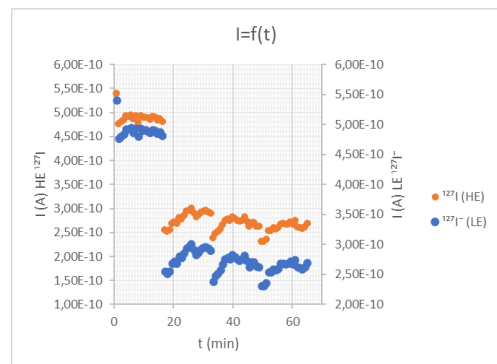


Graf 52: Závislosť počtu impulzov na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Pri porovnaní nameraných počtov 3,5% vzorky 1. a 2. sú pri oboch nastaveniach veľmi podobné. Väčšina hodnôt sa pohybuje do 4 impulzov (Graf 51 a 52).

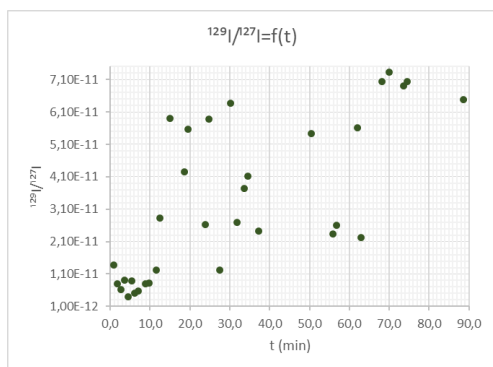


Graf 53: Závislosť prúdov na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002

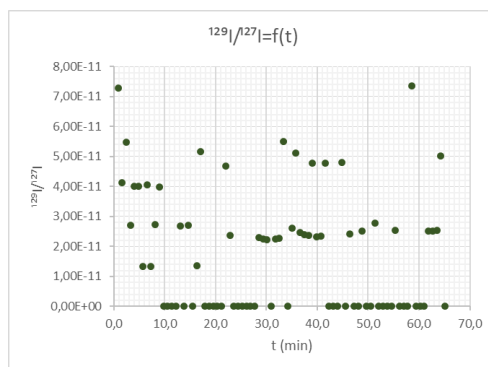


Graf 54: Závislosť prúdov na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-002 (Graf 53) je pre 3,5% roztok NaCl 2. viditeľný trend exponenciálneho poklesu. Pri nastavení I-004 (Graf 54) prúdy pre oba analyzátory kolíšu a tento trend nevykazujú.

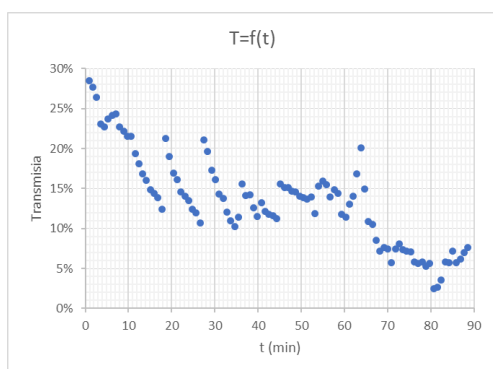


Graf 55: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002

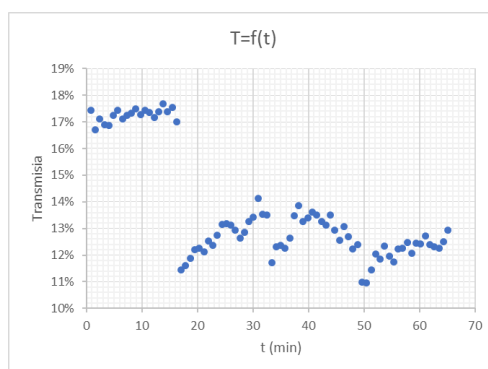


Graf 56: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Grafy 55 a 56 zobrazujú závislosti izotopových pomerov $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase pri nastavení I-002 a I-004. Hodnoty izotopových pomerov sú rozptýlené a všetky hodnoty sa pohybujú do $7,3619 \cdot 10^{-11}$.



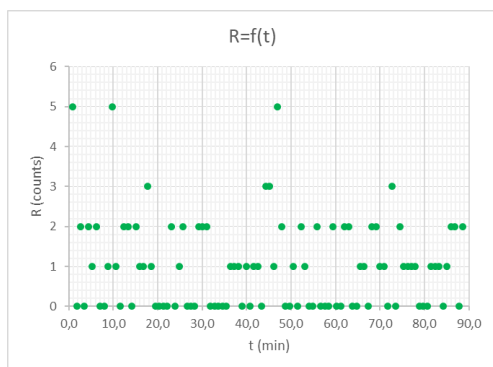
Graf 57: Závislosť transmisie na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002



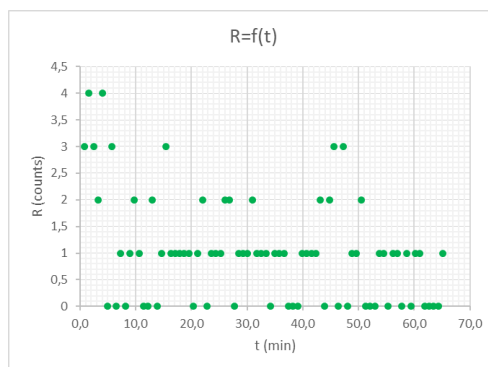
Graf 58: Závislosť transmisie na čase 3,5% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Hodnoty transmisie pri nastavení I-002 (Graf 57) postupne klesajú. Pri nastavení I-004 (Graf 58) je približne v 15 minúte merania viditeľný rapidný skok, kedy transmisia skočila z cca 17 % na 11,5 %.

3.6.8 4% roztok NaCl 1.

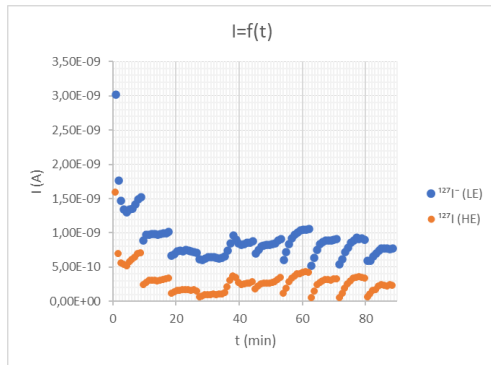


Graf 59: Závislosť počtu impulzov na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-002

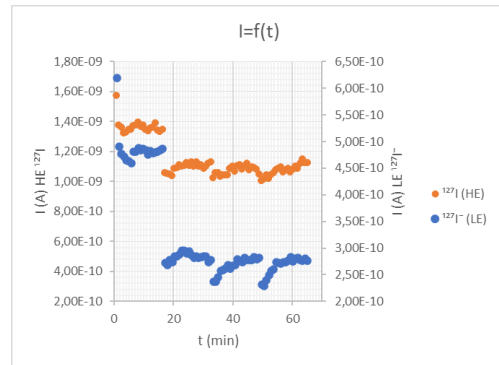


Graf 60: Závislosť počtu impulzov na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-004 vzorka 4% roztoku NaCl 1. dosahovala vyššie počty impulzov ako pri nastavení I-002 (Grafy 59 a 60).

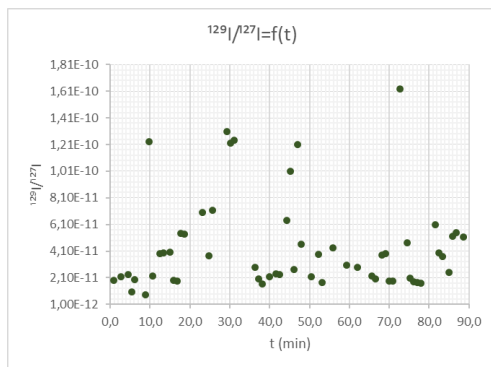


Graf 61: Závislosť prúdov na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-002

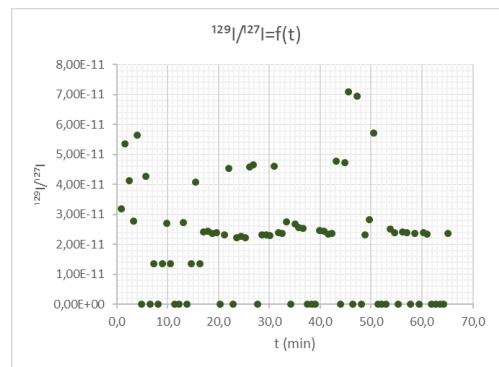


Graf 62: Závislosť prúdov na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-004

Prúdy vzorky 4% roztoku NaCl 1. (Graf 61 a 62) vykazujú premenlivé správanie pri meraní v magazíne I-002. Pri nastavení I-004 je približne v 18. minúte merania viditeľný prudký pokles prúdov v oboch analyzátoroch.

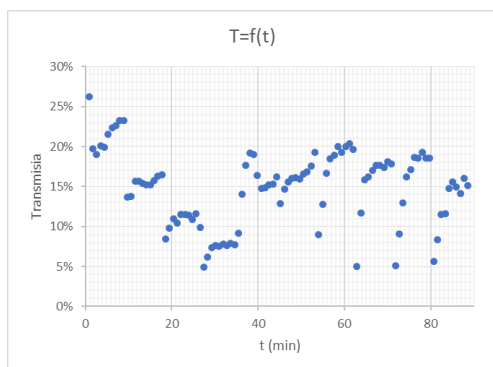


Graf 63: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-002

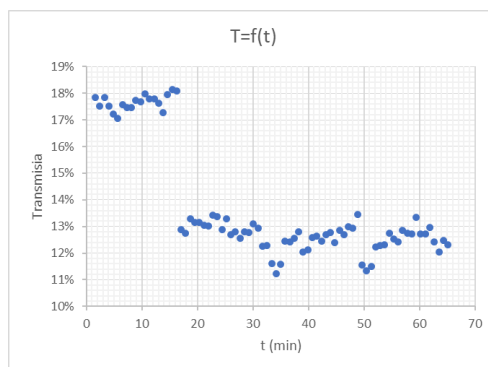


Graf 64: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-004

Grafy 63 a 64 zobrazujú závislosť izotopového pomeru na čase pri dvoch rôznych nastaveniach. Pri nastavení I-002 dosahujú niektoré hodnoty pomerov rádovo 10^{-10} , čo sa pri nastavení I-004 neobjavuje.



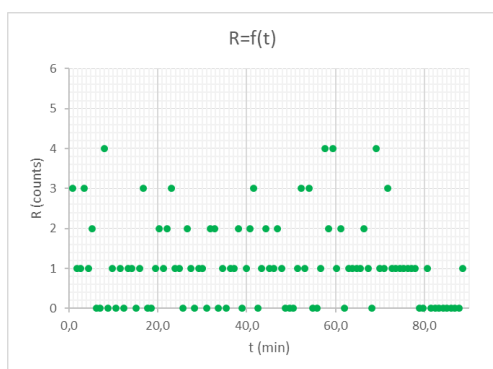
Graf 65: Závislosť transmie na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-002



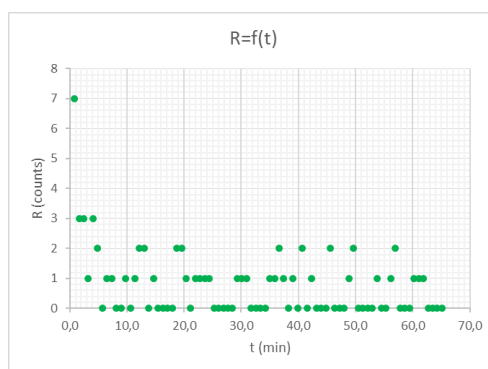
Graf 66: Závislosť transmie na čase 4% roztoku NaCl 1. meraného v magazíne I-004

Rovnako ako pri 3,5% roztoku NaCl 2. (Graf 57 a 58), tak aj pri 4% roztoku NaCl 1. (Graf 65 a 66) sú rozptýlené hodnoty transmie pre nastavenie I-002 a pri nastavení I-004 je viditeľný výrazný skok približne v 18. minúte.

3.6.9 4% roztok NaCl 2.

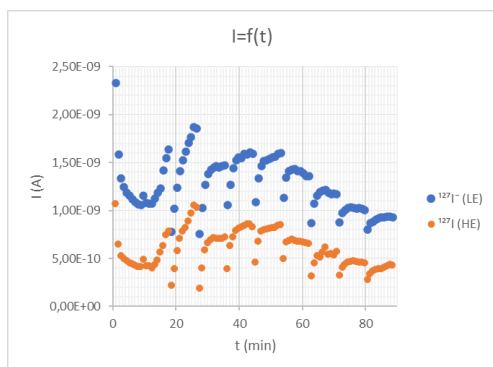


Graf 67: Závislosť počtu impulzov na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002

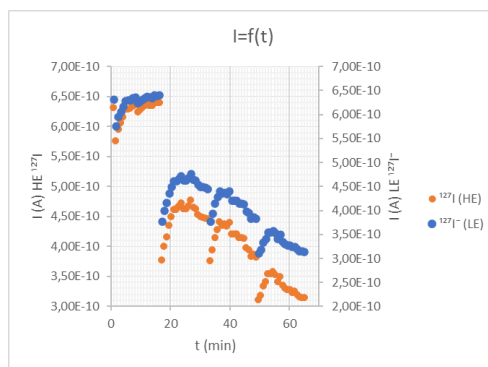


Graf 68: Závislosť počtu impulzov na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Grafy 67 a 68 popisujú závislosť počtu impulzov na čase pre 4% roztok NaCl 2. pre nastavenie I-002 a I-004. Väčšina hodnôt sa vyskytuje do 3 impulzov vrátane.

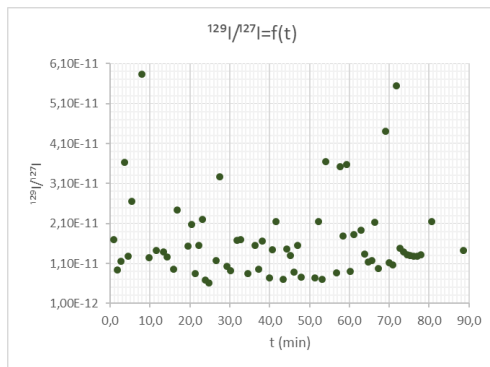


Graf 69: Závislosť prúdov na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002

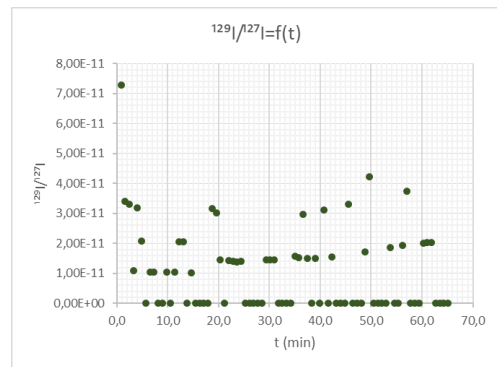


Graf 70: Závislosť prúdov na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Pre 4% roztok NaCl 2. pri nastavení I-002 (Graf 69) sú body usporiadané do jednej väčšej vlny, na rozdiel od rovnakej vzorky pri nastavení I-004 (Graf 70), kedy prúdy vykazujú prudký skok v 18 minúte a následne tri po sebe idúce vlny pre vysokoenergetický aj nízkoenergetický analyzátor.

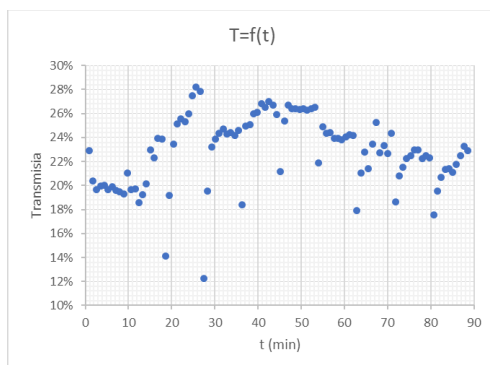


Graf 71: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002

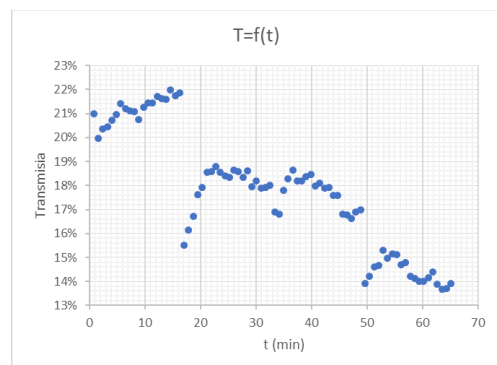


Graf 72: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 4% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Grafy 71 a 72 zobrazujú vypočítané izotopové pomery v priebehu merania pri nastavení I-002 a I-004.



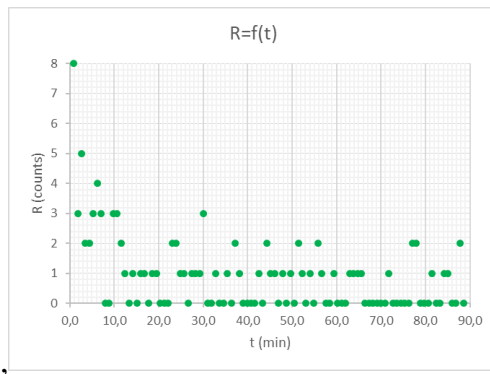
Graf 73: Závislosť transmie na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-002



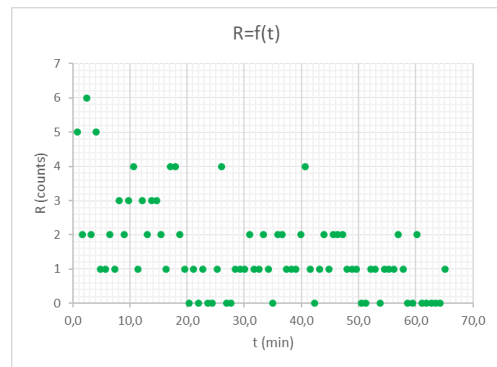
Graf 74: Závislosť transmie na čase 4% roztoku NaCl 2. meraného v magazíne I-004

Hodnoty transmie pre 4% roztok NaCl 2. pri nastavení I-002 (Graf 73) sú veľmi rozptýlené, oproti nastaveniu I-004 (Graf 74), kde sú body transmie v priebehu merania usporiadané v štyroch vlnách. Po prvej vlne je prudký pokles, za ktorým nasleduje nárast druhej vlny. Ďalší, trochu menej výrazný pokles je viditeľný približne v 49 minúte. Hodnoty transmie pri oboch nastaveniach dosahujú vždy nad 10 %.

3.6.10 4,5% roztok NaCl

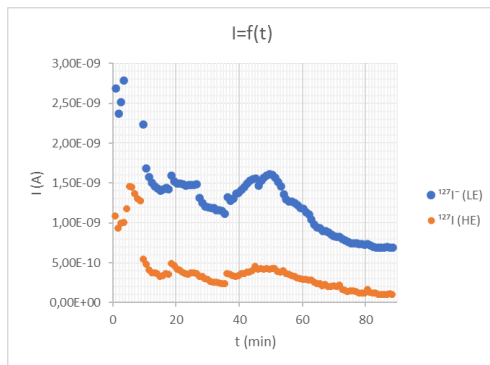


Graf 75: Závislosť počtu impulzov na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

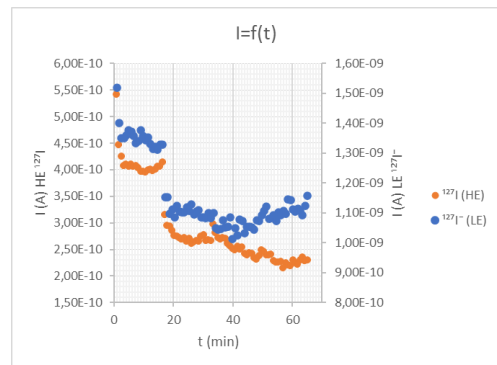


Graf 76: Závislosť počtu impulzov na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Grafy 75 a 76 popisujú namerané počty impulzov 4,5% vzorky v priebehu merania. Ako pri ostatných vzorkách, aj táto dosahuje nízke hodnoty.

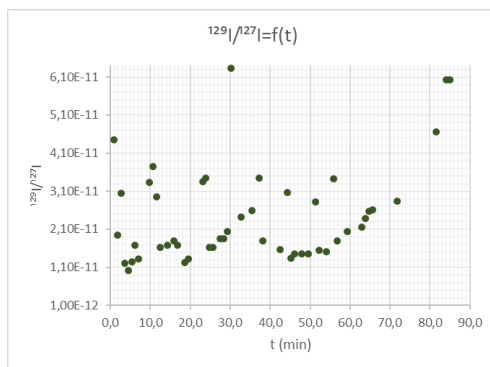


Graf 77: Závislosť prúdov na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

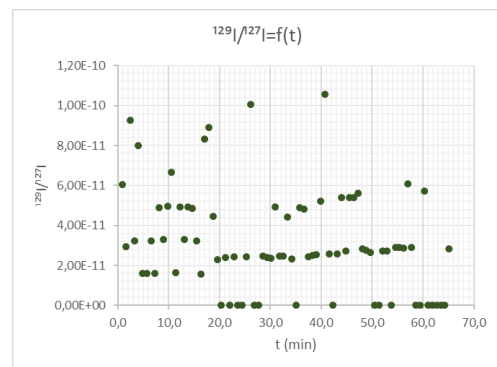


Graf 78: Závislosť prúdov na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Približne v 50. minúte pri nastavení I-002 (Graf 77) je viditeľný pík zaznamenaný vysokoenergetickým aj nízkoenergetickým analyzátorom. Pri nastavení I-004 (Graf 78) sú hodnoty získaných prúdov rozptýlené a v 18. minúte je pozorovaný prudký pokles.

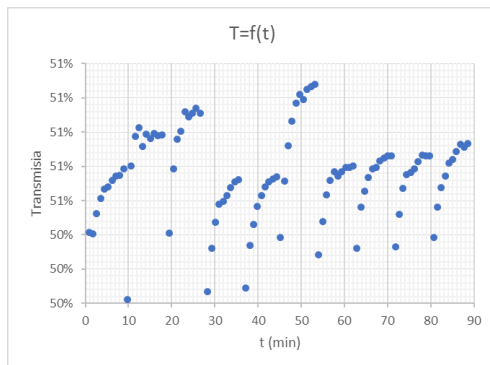


Graf 79: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

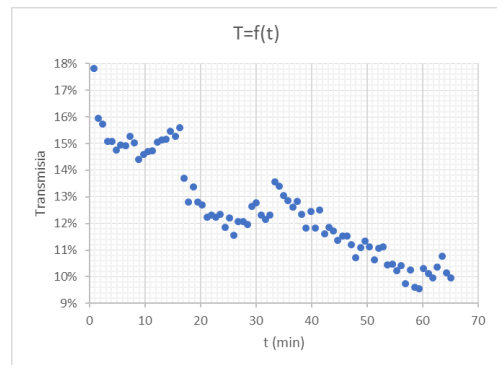


Graf 80: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri oboch nastaveniach boli pre jednotlivé merania vypočítané izotopové pomery, z ktorých boli zostrojené grafy (Graf 79 a 80). Pri nastavení I-002 boli získané vyššie izotopové pomery ako pri nastavení I-004.



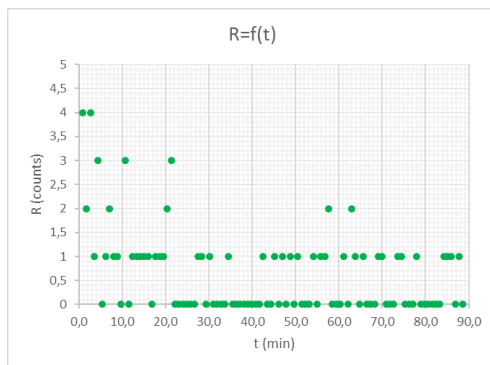
Graf 81: Závislosť transmie na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002



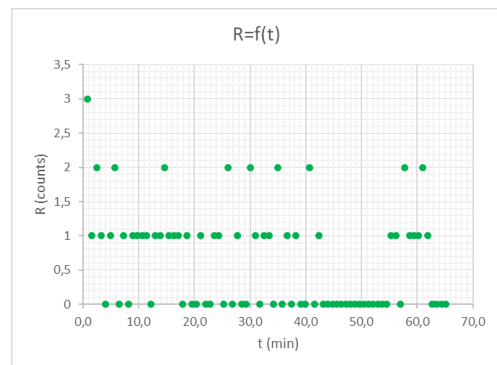
Graf 82: Závislosť transmie na čase 4,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-002 dosahuje 4,5% roztok NaCl 50% transmitáciu (Graf 81). Pri nastavení I-004 je transmitácia oveľa menšia s postupným poklesom až na 10 % (Graf 82).

3.6.11 5% roztok NaCl

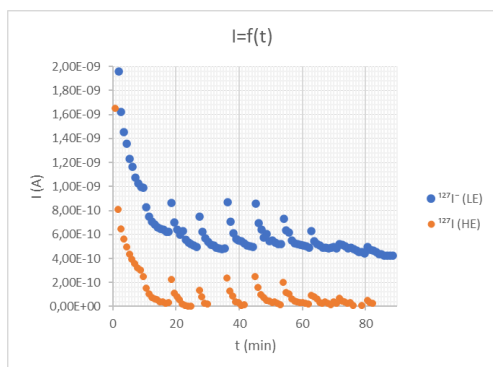


Graf 83: Závislosť počtu impulzov na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

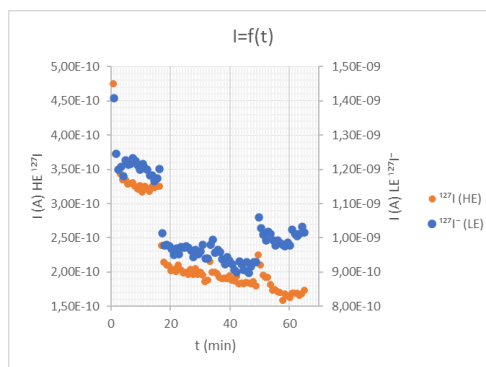


Graf 84: Závislosť počtu impulzov na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Grafy 83 a 84 znázorňujú závislosť nameraných počtov impulzov v priebehu merania pre obe nastavenia.

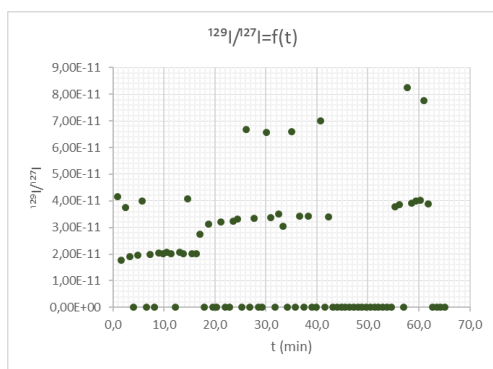


Graf 85: Závislosť prúdov na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

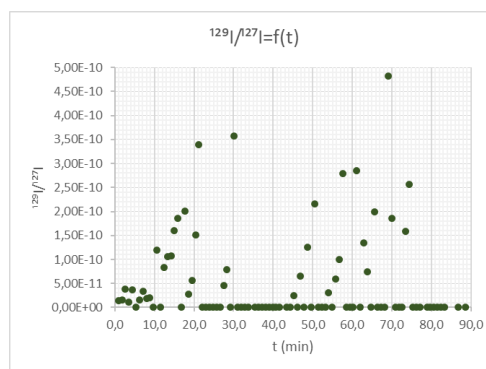


Graf 86: Závislosť prúdov na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Hodnoty prúdu nameraného nízkoenergetickým a vysokoenergetickým analyzátorom zobrazujú grafy 85 a 86. Pri nastavení I-002 dochádza k opakovanému nárastu a poklesu prúdov oboch analyzátorov, kdežto pri nastavení I-004 sú hodnoty prúdov viac rozptýlené (Graf 86). Pri nastavení I-002 bol viackrát získaný nulový prúd. Tento jav sa pri nastavení I-004 neobjavil.

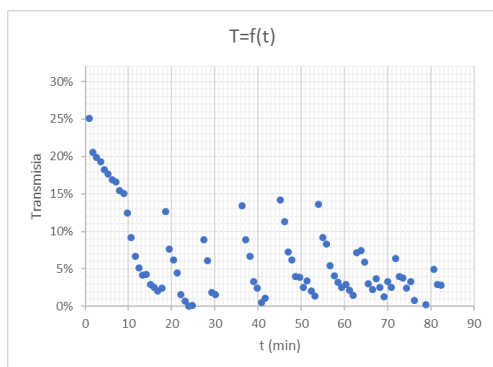


Graf 87: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

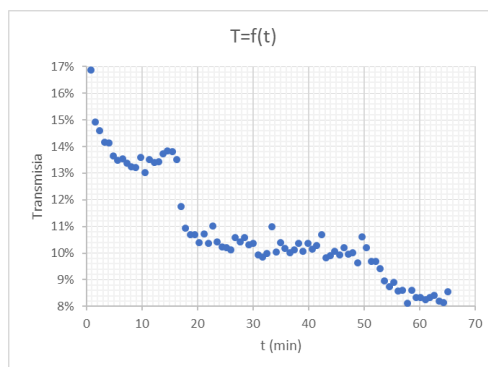


Graf 88: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-004 (Graf 88) dosahujú izotopové pomery $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ vo viacerých bodoch nulové hodnoty. Najvyššie hodnoty izotopových pomerov pri tomto nastavení sa vyskytujú o rád vyššie ako pri nastavení I-002. Pri nastavení I-002 je získaných nulových hodnôt menej (Graf 87).



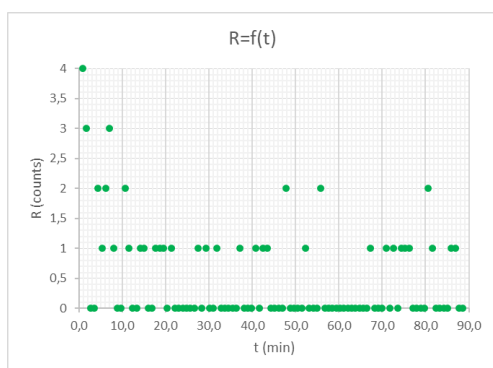
Graf 89: Závislosť transmie na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002



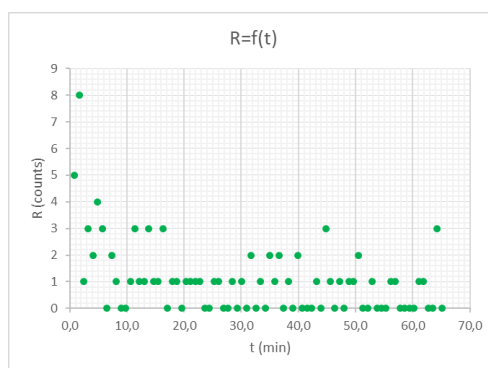
Graf 90: Závislosť transmie na čase 5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-002 vzorka dosahuje veľmi nízke hodnoty transmittácie, v niektorých prípadoch až nulové hodnoty (Graf 89). Pri nastavení I-004 (Graf 90) sa hodnota transmittácie pohybuje nad 10 % takmer počas celej doby merania.

3.6.12 5,5% roztok NaCl

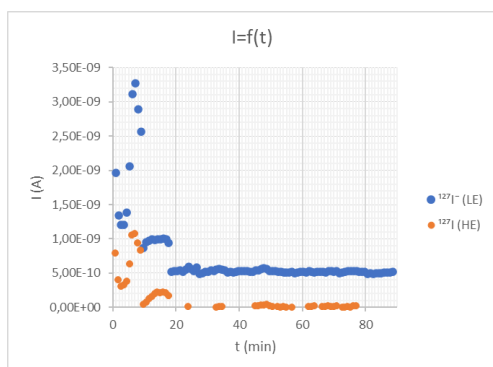


Graf 91: Závislosť počtu impulzov na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

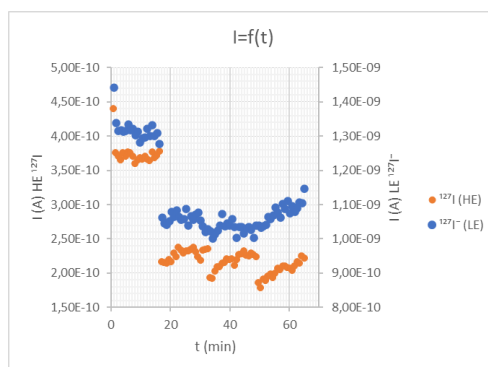


Graf 92: Závislosť počtu impulzov na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Grafy 91 a 92 reprezentujú závislosť nameraných počtov impulzov počas merania pri nastavení I-002 a I-004.

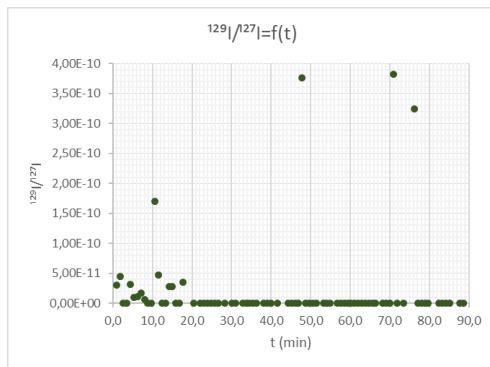


Graf 93: Závislosť prúdov na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

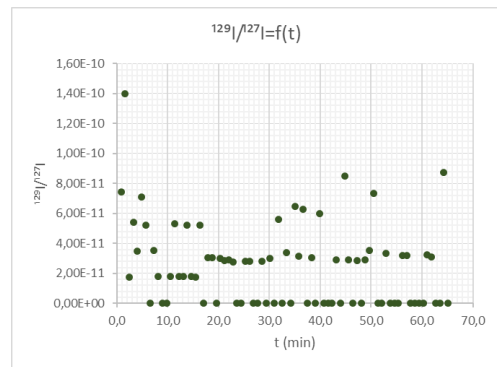


Graf 94: Závislosť prúdov na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Rovnako ako pri 5% roztoku NaCl (Graf 85) dosahuje aj 5,5% vzorka pri nastavení I-002 (Graf 93) nulových hodnôt pre nízkoenergetický prúd. Pri nastavení I-004 nulové hodnoty pozorované nie sú (Graf 94).

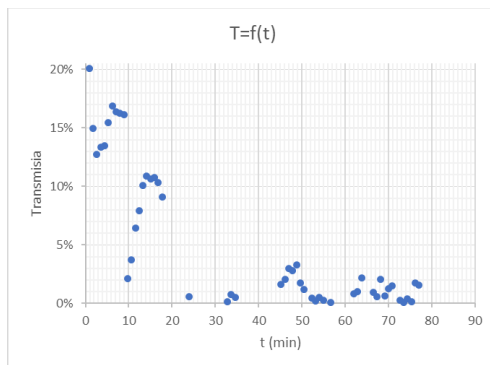


Graf 95: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002

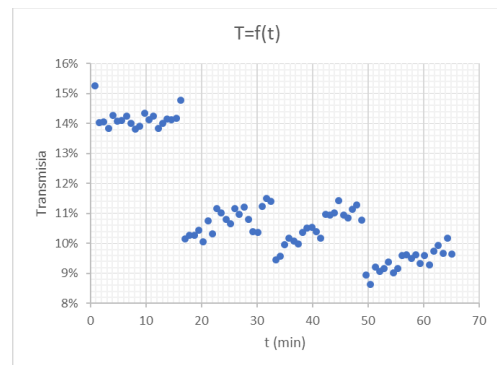


Graf 96: Závislosť izotopového pomeru $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Pri nastavení I-002 sa mnoho izotopových pomerov pohybuje okolo nuly (Graf 95). Graf 96 znázorňuje závislosť izotopových pomerov na čase pri nastavení I-004 a nulových hodnôt je v ňom pozorovaných menej ako pri nastavení I-002.



Graf 97: Závislosť transmie na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-002



Graf 98: Závislosť transmie na čase 5,5% roztoku NaCl meraného v magazíne I-004

Grafy 97 a 98 zobrazujú závislosť transmie na čase pre nastavenie I-002 a I-004. Z pohľadu na merania ako celok dosahuje transmissia vyššie hodnoty pri nastavení I-004.

4 Diskusia a záver

Pri nastavení magazínu I-002 vzorky dosahovali veľmi malé prúdy a z tohto dôvodu bol vymenený intergátor a vzorky boli opätovne premerané pri nastavení I-004.

Vzorka z Černobyľu dosahovala korigovaný izotopový pomer $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ $2,8118 \cdot 10^{-11}$. Táto hodnota je veľmi nízka pri porovnaní so získanými pomermi z pevných vzoriek z epicentra Černobyľskej havárie. Tieto vzorky dosahovali izotopové pomery $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ $(2 - 3) \cdot 10^{-6}$ (Shaw et al., 2019). Dôvodom tak veľkého rozdielu môže byť, že vzorka pochádza zo širšieho okolia Černobyľskej havárie a jedná sa o povrchovú vodu riečneho toku, kdežto vzorky analyzované Shawom a kol. (2019) boli pevnej povahy, odobraté z 20 cm hĺbky v epicentre havárie. Pri porovnaní izotopového pomeru vzorky z Černobyľu s ostatnými vzorkami dosahuje táto vzorka najvyšší izotopový pomer, ale nevykazuje výrazne vyššiu kontamináciu antropogénnym jódom.

Pri porovnaní ostatných riečnych vzoriek, vzorka z rieky Bovra dosahuje vyšší izotopový pomer ako vzorka z rieky Schuylkill, čo môže byť spôsobené blízkosťou závodu na prepracovanie paliva v Sellafielde. Voda zo závodu v Sellafielde je vypúšťaná do Severného mora, kde dochádza ku kontaminácii ^{129}I . Kontaminácia ^{129}I sa prejavila aj vo vzorkách zo Severného ľadového oceánu a Baltského mora (Michel et al., 2012), preto nie je vylúčená ani vo vzorke z Nórska. V Severnom mori bol zistený izotopový pomer $4,6 \cdot 10^{-9}$ vo vzorkách z roku 1991 (Yiou et al., 1994). Vo vzorkách povrchovej vody z prielivov Skagerrak a Kattegat odobratých v lete 2006 (prielivy v Severnom a Baltskom mori) sa izotopový pomer pohybuje v rozmedzí $(2 - 5) \cdot 10^{-7}$ (Yi et al., 2011). Vzorka z rieky Bovra dosahuje oveľa menší izotopový pomer, konkrétne $2,4912 \cdot 10^{-11}$, čoho dôvodom môže byť, že sa jedná o vzorku z vnútrozemia. V Číne bol ^{129}I separovaný kvapalinovou extrakciou zo vzoriek riečnej vody z Xi'an, v ktorých izotopový pomer $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ dosahoval $(3,9 - 4,1) \cdot 10^{-9}$ (Zhang, Hou, 2021). V porovnaní s týmto pomerom sú pomery z rieky Schuylkill a Bovra o dva rády nižšie.

Zo vzoriek pripravených z kamennej soli boli zostrojené závislosti izotopového pomeru na obsahu kamennej soli vo vzorke. Predpoklad konštantnej závislosti sa nenaplnil, čo je pravdepodobne spôsobené nižšími účinnosťami extrakcií. Či je tento dôvod oprávnený bude predmetom ďalšieho výskumu otestovaním iných metód.

Všetky prírodné vzorky dosahovali nižšie hodnoty transmisií ako vzorky pripravené z kamennej soli. Pri správnom nastavení by transmisia mala dosahovať 50 %. Dôvodom nízkych transmisií bola zle pripevnená nádobka po výmene kvapalného cézia technikom. Vo vzorkách, ktoré obsahovali málo jódu, tak mohlo dôjsť k nepresnému meraniu a ovplyvneniu výsledkov.

Hlavnou úlohou tejto práce bolo oboznámiť sa a vypracovať rešerš o separačných metódach ^{129}I a jeho analytických stanoveniach. Následne boli získané poznatky využité v praktickej časti, kde bola metóda kvapalinovej extrakcie pre separáciu ^{129}I otestovaná a optimalizovaná. Optimalizované podmienky boli aplikované na prírodné vzorky. Ďalej bola optimalizovaná kvapalinová extrakcia použitá k separácii jódu zo série pozad'ových vzoriek pripravených z kamennej soli, pri ktorých sa dá predpokladať využitie namiesto tzv. Woodward jódu. Vzhľadom na očakávané ultranízke množstvo ^{129}I vo vzorkách bol k meraniu využitý najmodernejší urýchľovačový hmotnostný spektrometer AMS MILEA (Multi-Isotope Low-Energy AMS) od spoločnosti IonPlus AG, Švajčiarsko.

Výsledky tejto práce by mali prispieť k zlepšeniu spracovania prírodných vzoriek pre meranie ultranízkej hladiny ^{129}I . Séria nízkopozad'ových vzoriek pripravených z kamennej soli by mala poukázať možnosť ich využitia. Prírodné vzorky by mali priniesť nové informácie o ^{129}I vo vzorkách riečnej vody z rôznych častí sveta, a tým prispieť k mapovaniu jódu v životnom prostredí.

5 Literárne zdroje

ÁLVAREZ, F.; REICH, M.; SNYDER, G.; PÉREZ-FODICH, A.; MURAMATSU, Y. et al., 2016. Iodine budget in surface waters from Atacama: Natural and anthropogenic iodine sources revealed by halogen geochemistry and iodine-129 isotopes. Online. *Applied Geochemistry*. Roč. 68, s. 53-63. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2016.03.011>.

BRAVERMAN, E.; BLUM, K.; LOEFFKE, B.; BAKER, R.; KREUK, F. et al., 2014. Managing Terrorism or Accidental Nuclear Errors, Preparing for Iodine-131 Emergencies: A Comprehensive Review. Online. *International Journal of Environmental Research and Public Health*. Roč. 11, č. 4, s. 4158-4200. Dostupné z: <https://doi.org/10.3390/ijerph110404158>.

BREUGST, M.; DETMAR, E. and VON DER HEIDEN, D., 2016. Origin of the Catalytic Effects of Molecular Iodine: A Computational Analysis. Online. *ACS Catalysis*. 2016-05-06, roč. 6, č. 5, s. 3203-3212. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/acscatal.6b00447>.

CHEN, N.; ZHOU, W.; FAN, Y.; ZHANG, L.; XING, S. et al., 2023. Determination of ¹²⁹I in waters associated with coalbed methane using solvent extraction and accelerator mass spectrometry measurement. Online. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. Roč. 332, č. 4, s. 1007-1013. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s10967-022-08679-2>.

CHRISTL, M.; CASACUBERTA, N.; LACHNER, J.; MAXEINER, S.; VOCKENHUBER, Ch. et al., 2015. Status of ²³⁶U analyses at ETH Zurich and the distribution of ²³⁶U and ¹²⁹I in the North Sea in 2009. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 361, s. 510-516. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2015.01.005>.

CHRISTL, M.; GAUTSCHI, P.; MAXEINER, S.; MÜLLER, A. M.; VOCKENHUBER, Ch. et al., 2023. ²³⁶U analyses with the ETH Zurich MILEA prototype system. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 534, s. 61-71. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2022.11.009>.

CHRISTL, M.; GUÉRIN, N.; TOTLAND, M.; GAGNÉ, A.; KAZI, Z. et al., 2019. A novel chronometry technique for dating irradiated uranium fuels using Cm isotopic ratios. Online. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. Roč. 322, č. 3, s. 1611-1620. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s10967-019-06767-4>.

DAŇO, M.; NĚMEC, M.; MINDOVÁ, M.; JOHN, J.; VIGLAŠOVÁ, E. et al., 2023. Methods and Application of ¹²⁹I Determination by Accelerator Mass Spectrometry. Online. *Chemické listy*. 2023-02-15, roč. 117, č. 2, s. 114-121. Dostupné z: <https://doi.org/10.54779/chl20230114>.

DARAOUI, A.; MICHEL, R.; GORNY, M.; JAKOB, D.; SACHSE, R. et al., 2012. Iodine-129, Iodine-127 and Caesium-137 in the environment: soils from Germany and Chile. Online. *Journal of Environmental Radioactivity*. Roč. 112, s. 8-22. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2012.02.011>.

DE LAETER, J. R.; BÖHLKE, J. K.; DE BIÈVRE, P.; HIDAKA, H.; PEISER, H. S. et al., 2003. Atomic weights of the elements. Review 2000 (IUPAC Technical Report). Online. *Pure and Applied Chemistry*. 2003-01-1, roč. 75, č. 6, s. 683-800. Dostupné z: <https://doi.org/10.1351/pac200375060683>.

DEYRIEUX, Ch.; VILLENEUVE, P.; BARÉA, B.; DECKER, E. A.; GUILLER, I. et al., 2018. Measurement of Peroxide Values in Oils by Triphenylphosphine/Triphenylphosphine Oxide (TPP/TPPO) Assay Coupled with FTIR-ATR Spectroscopy: Comparison with Iodometric Titration. Online. *European Journal of Lipid Science and Technology*. Roč. 120, č. 8. Dostupné z: <https://doi.org/10.1002/ejlt.201800109>.

DUBORSKÁ, E. and BUJDOŠ, M., 2018. Extrakčné metódy a techniky stanovenia jódu v prírodných materiáloch. Online. *Chemické Listy*. Roč. 112, č. 4. Dostupné z: <http://www.chemicke-listy.cz/ojs3/index.php/chemicke-listy/article/view/3064>.

DUKUEVA, M. Z.; ABDULLAYEVA, G. R.; KAGIROV, G. M.; BABAEV, Z. R.; SHAPOVALOV, L. O. et al., 2022. Biological Significance and Toxicological Properties of Iron, Selenium and Iodine. Online. *Pharmacophore*. Roč. 13, č. 4, s. 112-118. Dostupné z: <https://doi.org/10.51847/LYLLukyZLJ>.

EDWARDS, R. R., 1962. Iodine-129: Its Occurrence in Nature and Its Utility as a Tracer. Online. *Science*. 1962-09-14, roč. 137, č.3533, s. 851-853. Dostupné z: <https://doi.org/10.1126/science.137.3533.851>.

ENGLUND, E.; ALDAHAN, A.; HOU, X.L.; PETERSEN, R. and POSSNERT, G., 2010. Speciation of iodine (127I and 129I) in lake sediments. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 268, č. 7-8, s. 1102-1105. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2009.10.109>.

FABRYKA-MARTIN, J.; BENTLEY, H. ELMORE, D. and AIREY, P. L., 1985. Natural iodine-129 as an environmental tracer. Online. *Geochimica et Cosmochimica Acta*. Roč. 49, č. 2, s. 337-347. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(85\)90027-4](https://doi.org/10.1016/0016-7037(85)90027-4).

FEHN, U. and SNYDER, G., 2000. 129I in the Southern Hemisphere: Global redistribution of an anthropogenic isotope. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 172, č. 1-4, s. 366-371. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0168-583X\(00\)00085-9](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(00)00085-9).

FITOUSSI, C.; RAISBECK, G.M. and HUBERT, P., 2010. A wine tour around the world traced with 129I; potential as a forensic tool. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 268, č. 7-8, s. 1265-1268. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2009.10.149>.

GREENWOOD, N. N. and EARNSHAW, A., 1993. *Chemie prvků*. Přeložil František JURŠÍK. Praha: Informatorium.

GUO, Z.; LIU, K.; LI, K.; WANG, J.; LI, B. et al., 1995. Improvements and Applications of AMS Radiocarbon Measurement at Peking University. Online. *Radiocarbon*. Roč. 37, č. 2, s. 705-710. Dostupné z: <https://doi.org/10.1017/S0033822200031234>.

HOU, X. and WANG, Y., 2016. Determination of ultra-low level 129 I in vegetation using pyrolysis for iodine separation and accelerator mass spectrometry measurements. Online. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*. Roč. 31, č. 6, s. 1298-1310. Dostupné z: <https://doi.org/10.1039/C6JA00029K>.

HOU, X.; DAHLGAARD, H. and NIELSEN, S. P., 2001. Chemical speciation analysis of 129I in seawater and a preliminary investigation to use it as a tracer for geochemical cycle study of stable iodine. Online. *Marine Chemistry*. Roč. 74, č. 2-3, s. 145-155. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0304-4203\(01\)00010-X](https://doi.org/10.1016/S0304-4203(01)00010-X).

HOU, X.; HANSEN, V.; ALDAHAN, A.; POSSNERT, G.; LIND, O. Ch. et al., 2009. A review on speciation of iodine-129 in the environmental and biological samples. Online. *Analytica Chimica Acta*. Roč. 632, č. 2, s. 181-196. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.aca.2008.11.013>.

HOU, X.; POVINEC, P. P.; ZHANG, L.; SHI, K.; BIDDULPH, D. et al., 2013. Iodine-129 in Seawater Offshore Fukushima: Distribution, Inorganic Speciation, Sources, and Budget. Online. *Environmental Science & Technology*. 2013-04-02, roč. 47, č. 7, s. 3091-3098. ISSN 0013-936X. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/es304460k>.

IONPLUS AG, 2020. *MILEA manual*.

IONPLUS AG, 2021. *Presentation MILEA*.

IONPLUS AG. Ionplus. Online. Dostupné z: <https://www.ionplus.ch/>.

JENSON, D. D.; VOCKENBUBER, C.; ADAMIC, M. L.; OLSON, J. E. and WATROUS, M. G., 2014. *Iodine Standard Materials: Preparation and Inter-Laboratory Comparison*. 13th International Conference on Accelerator Mass Spectrometry. INL/CON-14-31387.

JIANG, S.; HE, M.; JIANG, S.; WU, S.; DONG, Y. et al., 2000. Development of AMS measurements and applications at the CIAE. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 172, č. 1-4, s. 87-90. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0168-583X\(00\)00370-0](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(00)00370-0).

KAIZER, J., 2015. *Rádionuklidy v životnom prostredí a vývoj metód ich stanovenia urýchľovačovou hmotnostnou spektrometriou*. Dizertačná práca, vedoucí prof. RNDr. Pavel P. Povinec, DrSc. Bratislava: Univerzita Komenského v Bratislave.

KATHAWA, J.; FRY, C. and THOENNESSEN, M., 2013. Discovery of palladium, antimony, tellurium, iodine, and xenon isotopes. Online. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*. Roč. 99, č. 1, s. 22-52. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.adt.2012.01.004>.

KUČERA, J.; BRABCOVÁ, K. P.; NĚMEC, M.; KAMENÍK, J.; TRUBAČ, J. et al., 2023. Status report of the first AMS laboratory in the Czech Republic at the Nuclear Physics Institute, Řež. Online. *Chemical Papers*. Roč. 77, č. 12, s. 7311-7317. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s11696-023-02904-2>.

LIU, Q.; HOU, X.; ZHOU, W. and FU, Y., 2015. Accelerator Mass Spectrometry Analysis of Ultra-Low-Level ¹²⁹I in Carrier-Free AgI-AgCl Sputter Targets. Online. *Journal of the American Society for Mass Spectrometry*. 2015-05-01, roč. 26, č. 5, s. 725-733. Dostupné z: <https://doi.org/10.1007/s13361-015-1086-1>.

LUO, M.; HOU, X.; HE, Ch.; LIU, Q. and FAN, Y., 2013. Speciation Analysis of ¹²⁹I in Seawater by Carrier-Free AgI-AgCl Coprecipitation and Accelerator Mass Spectrometric Measurement. Online. *Analytical Chemistry*. 2013-04-02, roč. 85, č. 7, s. 3715-3722. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/ac400060q>.

MICHEL, R.; DARAOU, A.; GORNY, M.; JAKOB, D.; SACHSE, R. et al., 2012. Iodine-129 and iodine-127 in European seawaters and in precipitation from Northern Germany. Online. *Science of The Total Environment*. Roč. 419, s. 151-169. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2012.01.009>.

MORAN, J. E.; OKTAY, S. D. and SANTSCHI, P. H., 2002. Sources of iodine and iodine 129 in rivers. Online. *Water Resources Research*. Roč. 38, č. 8. Dostupné z: <https://doi.org/10.1029/2001WR000622>.

MORIYA, T.; TAKEYAMA, M.; SAKURAI, H.; UMEBAYASHI, T.; TOYOGUCHI, T. et al., 2019. Status of the AMS system at Yamagata University. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 439, s. 94-99. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2018.11.004>.

NĚMEC, M., 2015. *Příprava vzorků pro urychlovačovou hmotnostní spektrometrii*. Habilitační práce. Praha: České vysoké učení technické v Praze.

NĚMEC, M., 2023. Principles and Applications of Accelerator Mass Spectrometry. Online. *Chemické listy*. 2023-02-15, roč. 117, č. 2, s. 86-93. Dostupné z: <https://doi.org/10.54779/chl20230086>.

RAISBECK, G. M. and YIOU, F., 1999. ^{129}I in the oceans: origins and applications. Online. *Science of The Total Environment*. Roč. 237-238, s. 31-41. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0048-9697\(99\)00122-9](https://doi.org/10.1016/S0048-9697(99)00122-9).

REITHMEIER, H.; LAZAREV, V.; RÜHM, W.; SCHWIKOWSKI, M.; GÄGGELER, H. W. et al., 2006. Estimate of European ^{129}I Releases Supported by ^{129}I Analysis in an Alpine Ice Core. Online. *Environmental Science & Technology*. 2006-10-01, roč. 40, č. 19, s. 5891-5896. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/es0605725>.

RICCI, C.; KRASOVEC, M. and FRENK, E., 1997. Amiodarone induced iododerma treated by cyclosporine. In: *Annales de Dermatologie et de Venereologie*. 1997.

SHAW, G.; BAILEY, E.; CROUT, N.; FIELD, L.; FREEMAN, S. et al., 2019. Analysis of ^{129}I and ^{127}I in soils of the Chernobyl Exclusion Zone, 29 years after the deposition of ^{129}I . Online. *Science of The Total Environment*. Roč. 692, s. 966-974. ISSN 00489697. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.07.319>.

SNYDER, G.; ALDAHAN, A. and POSSNERT, G., 2010. Global distribution and long-term fate of anthropogenic ^{129}I in marine and surface water reservoirs. Online. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*. Roč. 11, č. 4, s. n/a-n/a. Dostupné z: <https://doi.org/10.1029/2009GC002910>.

SOLIS, C.; PÉREZ-ANDRADE, G.; RODRÍGUEZ-CEJA, M.; SOLÍS-MEZA, E.; MÉNDEZ, T. et al., 2017. AMS ^{14}C Dating of Bones from Archaeological Sites in Mexico. Online. *Radiocarbon*. Roč. 59, č. 6, s. 1945-1954. Dostupné z: <https://doi.org/10.1017/RDC.2017.136>.

STAN-SION, C. and ENACHESCU, M., 2014. Applications of AMS in Bucharest for Detection Nuclear Pollution. Online. *Romanian Journal of Physics*. Roč. 59, č. 9-10, s. 930-940. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2019.09.033>.

SYNAL, H.-A.; STOCKER, M. and SUTER, M., 2007. MICADAS: A new compact radiocarbon AMS system. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 259, č. 1, s. 7-13. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2007.01.138>.

TAKENO, N., 2005. *Atlas of Eh-pH diagrams - Intercomparison of thermodynamic databases*. Geological Survey of Japan Open File Report No.419.

VAILAYA, A.; WANG, T.; CHEN, Y. and HUFFMAN, M., 2001. Quantitative analysis of dimethyl titanocene by iodometric titration, gas chromatography and NMR. Online. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. Roč. 25, č. 3-4, s. 577-588. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0731-7085\(00\)00526-4](https://doi.org/10.1016/S0731-7085(00)00526-4).

VETROVEC, J. Conceptual design of an industrial chemical oxygen-iodine laser. Online. Dostupné z: <https://doi.org/10.1117/12.334472>.

YI, P.; ALDAHAN, A.; HANSEN, V.; POSSNERT, G. a HOU, X. L., 2011. Iodine Isotopes (^{129}I and ^{127}I) in the Baltic Proper, Kattegat, and Skagerrak Basins. Online. *Environmental Science & Technology*. 2011-02-01, roč. 45, č. 3, s. 903-909. ISSN 0013-936X. Dostupné z: <https://doi.org/10.1021/es102837p>.

YIOU, F.; RAISBECK, G.M; ZHOU, Z.Q a KILIUS, L.R, 1994. ^{129}I from nuclear fuel reprocessing; potential as an oceanographic tracer. Online. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Roč. 92, č. 1-4, s. 436-439. ISSN 0168583X. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(94\)96050-X](https://doi.org/10.1016/0168-583X(94)96050-X).

ZHANG, M. and HOU, X., 2021. Rapid analysis of ^{129}I in natural water samples using accelerator mass spectrometry. Online. *Atomic Spectroscopy*. 2021-05-01, roč. 42, č. 3. Dostupné z: <https://doi.org/10.46770/AS.2021.071>

Tuning

Device	Normal	Actual 1	Actual 2
Source Cathode Potential	180	-8.205 kV	-1.13 mA
Source Ion Potential	3087	-37.526 kV	-1.04 mA
Source Ionizer Heating	2016	15.30A	8.80 V
Cesium Reservoir		125 °C	-
Source Extractor Potential	168	-0.886 kV	-0.46 mA
Source Steerer X	-3474	-88.5 V	57.6 V
Source Steerer Y	279	-0.9 V	-11.7 V
Source Bowlers	10865	-11.936 kV	-0.114 mA
LE ESA	11649	-4.21 kV	4.42 kV
LE Magnet	124182	776.84 mT	26 °C
Pulse A	3048	0.925 kV	-
Pulse B	-8500	-2.861 kV	-
Pulse Baseline	663	0.205 kV	-
ANA Steerer X	-8261	-10.4 V	-2.4 V
ANA Steerer Y	2955	47.5 V	-58.8 V
Accelerator	250.6 kV	250.77 kV	0.5 µA
Stripper Control	21800	4.71 MPa	-
Quadrupole PS 1		7.65 kV	0.08 mA
Quadrupole PS 2	6384	-7.65 kV	-0.08 mA
Quadrupole PS 3		-8.93 kV	-0.09 mA
Quadrupole PS 4	10246	9.34 kV	0.10 mA
Quadrupole PS 5	-449	-9.75 kV	-0.09 mA
HE 1 Magnet	174860	-12.10 mT	31 °C
HE ESA	18629	33.31 kV	-35.88 kV
HE 2 Magnet	207140	-1183.77 mT	31 °C

Measurement Setup

Active setting: 129_231011 - ROI

129_231018 - Ultra

ROI R-ROI: RZL1

ROI G-ROI: None

ROI G2-ROI: None

Duration: 60 s

ROI Name: RZL1

ROI Range: Hz

ROI G1 Name: None

ROI G1 Range: Hz

ROI G2 Name: None

ROI G2 Range: Hz

Change Size: 2x

11836 - Single Run

2023-10-21 16:39 Live

Ion Beam

0 Hz, 0.0 mA, 0.3 mA

Sample Changer

Source valve: OPEN

Change sample: IN

Change magazine: OUT & VENT

STOP

Vacuum

Device	mbar
P11: EV T1-T3	4.10e-1
P12: EV T4-T8	1.97e-1
P16: EV T9-T11	6.10e-2
P16: LOCK	9.93e-2
P16: Source	6.38e-8
P21: LE ESA	2.19e-8
P22: LE Acceler	7.17e-8
P31: Quadrupole	1.07e-7
P32: HE Analyser	7.22e-8
P33: HE ESA	3.44e-8
P34: HE 2 Mag	3.19e-7
P36: Reheat Det	2.14e-1
P36: Absorber	8.31e-2
P36: Det Press	2.38e+1

Tuning Settings

Tag	Created at	Created by
Sold	2023-10-21 16:41	Miriam Miroňová
Sold	2023-10-21 15:28	Miriam Miroňová
Sold	2023-10-19 12:38	Miriam Miroňová
Sold	2023-10-19 12:30	Miriam Miroňová
Sold	2023-10-18 14:35	Miriam Miroňová
Sold	2023-10-18 11:11	Miriam Miroňová
Sold	2023-10-17 10:22	Josef Peci
Sold	2023-10-16 14:20	Tomáš Píasek
Sold	2023-10-16 12:23	Miriam Miroňová

Measurement Setup Settings

129_tuning

2022-06-25 16:30

Created by: Tomáš Píasek

Sample Changer Camera

MILEA_3 Mon 23-10-2023 12:28:47

Currents

Name	Integrator	Range	UI Scale	Delay	Length	Int Time
ANA(B) I17	LE-2	300 nA	100 µs	100 µs	1700 µs	1700 µs
A	I17	HE-5	300 nA	150 µs	1700 µs	1700 µs
B	None	None	-µs	-µs	-µs	-µs
ISO(A)	None	None	-µs	-µs	-µs	-µs

Pulse timing

Name	Integrator	Range	UI Scale	Delay	Length	Int Time
Pulse A	None	None	10 µs	5500 µs	5500 µs	5500 µs
Pulse B	None	None	10 µs	7000 µs	7000 µs	7000 µs
Gate A	None	None	6 µs	6500 µs	6500 µs	6500 µs
Gate B	None	None	6 µs	8200 µs	8200 µs	8200 µs
Separation AB	None	None	39000 µs	40000 µs	40000 µs	40000 µs

Obr. 7: Nastavenie AMS MILEA pre meranie pre meranie magazínu I-004