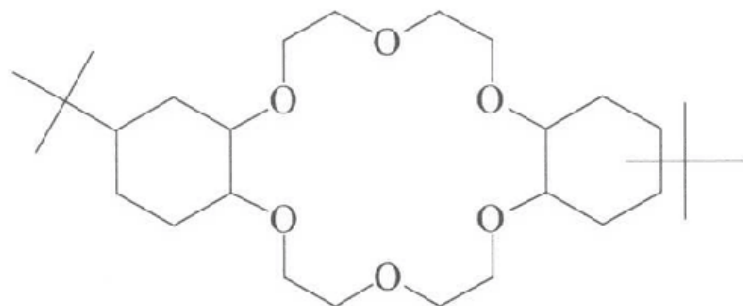


**ПРИМЕНЕНИЕ ЭКСТРАКЦИОННО-
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ СМОЛ
КОМПАНИИ ТРИСКЕМ ДЛЯ ВЫДЕЛЕНИЯ
Sr-90 И Pb-210 ИЗ ПРОБ ПОЧВЫ И ВОДЫ**

**Воронина А.В., Семенищев В.С., Недобух Т.А., Палига А.Г.
УрФУ, г. Екатеринбург**

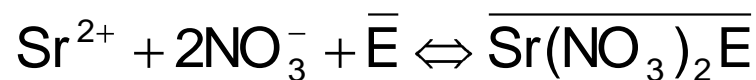
Смола SR



4,4'(5')-ди-*t*-бутилциклогексано-18-краун-6

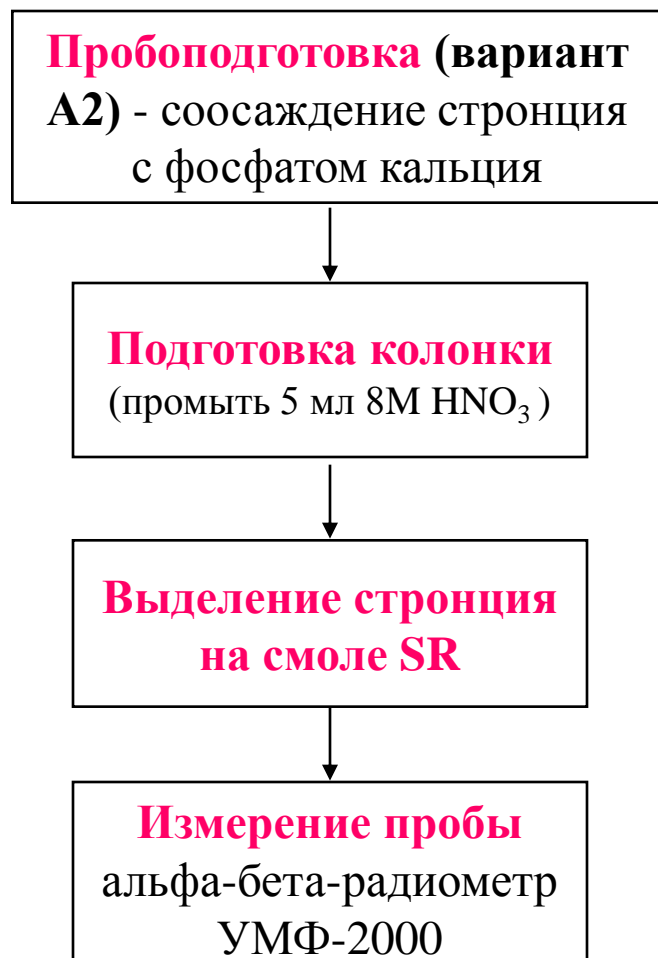
- **Экстрагент:** краун-эфир
- **Разбавитель:** *n*-октанол
- Концентрация краун-эфира в смоле – 1М
- Экспериментально определенная емкость смолы SR составляет 8 мг Sr/мл смолы.

**Предполагаемое уравнение
процесса экстракции:**



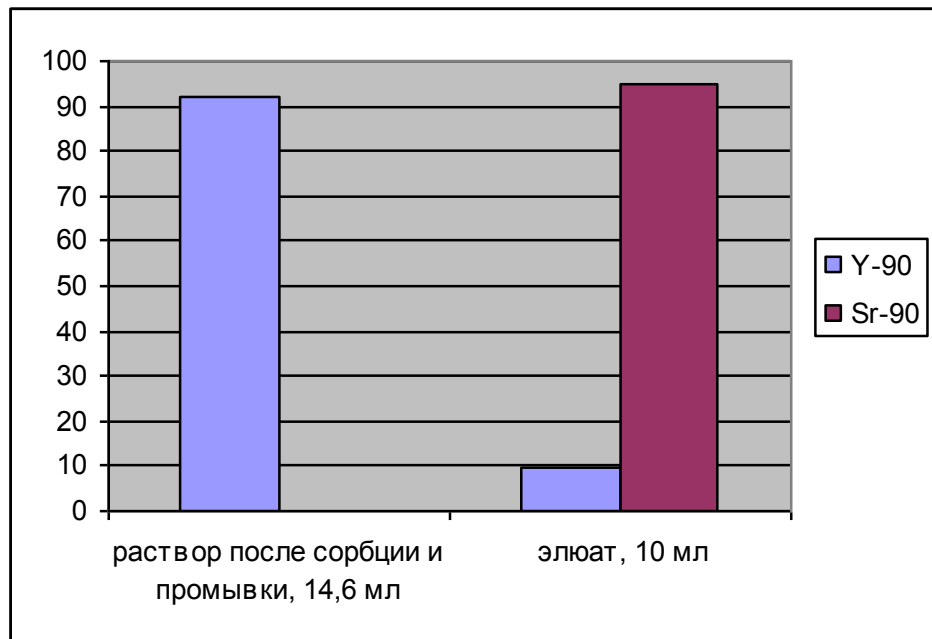
где E = краун-эфир

Схема анализа питьевой воды на стронций



- Закислить пробу до pH = 2;
 - добавить 0,5 мл 1.25 М Ca(NO₃)₂ и нагреть до кипения;
 - добавить 2-3 капли фенолфталеина и 3,2 М раствора (NH₄)₂HPO₄;
 - добавить концентрированный аммиак до появления розовой окраски и формирования осадка;
 - осадок отфильтровать, промыть водой и растворить в 10 мл концентрированной HNO₃.
-
- Полученный раствор пропустить через колонку;
 - промыть колонку 5 мл 8 М раствора HNO₃, фракции собрать вместе;
 - десорбировать стронций 5 мл 0,05 М раствора HNO₃.

Анализ питьевой воды на стронций



Химический выход стронция

Пробоподготовка	(96±5)%
-----------------	---------

Выход в элюат	(95±6)%
---------------	---------

По методике	(91±8)%
-------------	---------

Распределение Sr-90 и Y-90 по фракциям

Анализ проб почв на радионуклиды Стронция

Экстракт растворов после
выщелачивания почвы

Два модельных раствора объемом по
26 мл и состава:

- 8 моль/л HNO_3 ,
- 3 мг стабильного Sr,
- 30 мг Ca,
- 1,5 мг Y,
- 1,5 мг Fe,
- метка Sr-90.

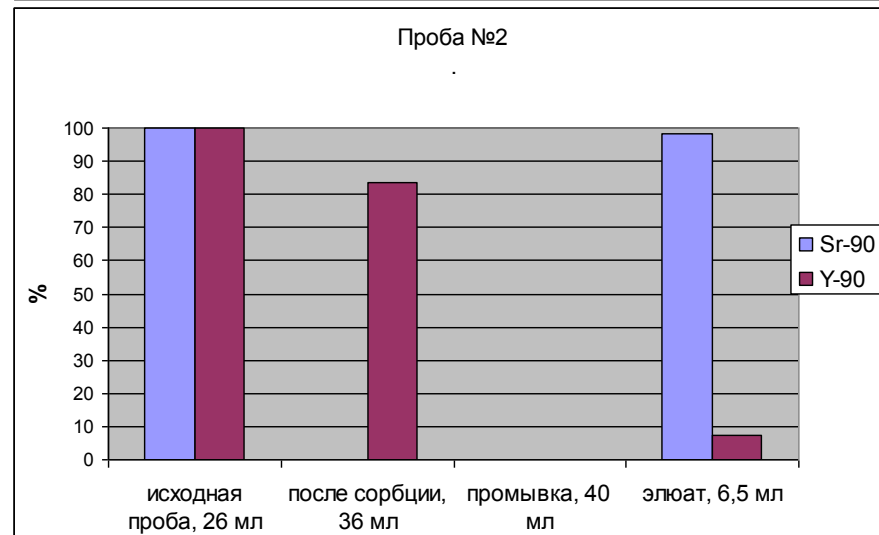
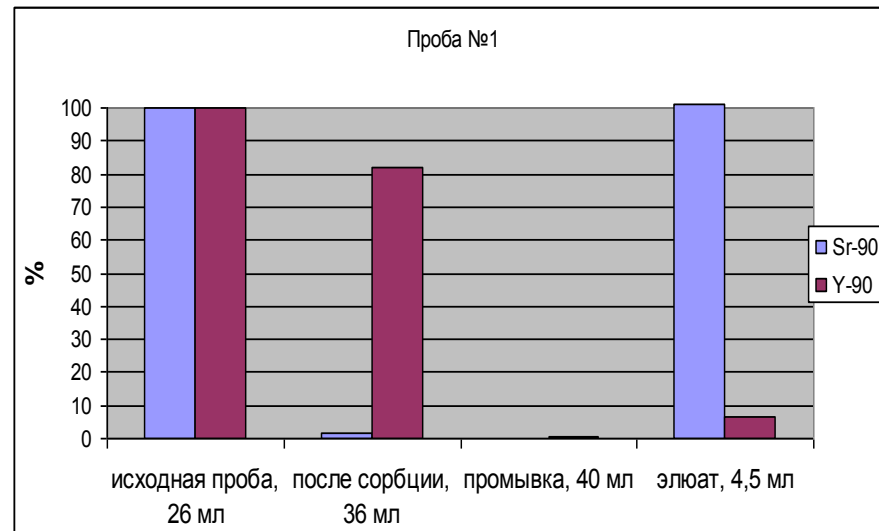
Химический выход стронция

Проба 1 (101±2)%

Проба 2 (98±1)%

Средний (99,5±1,4)%

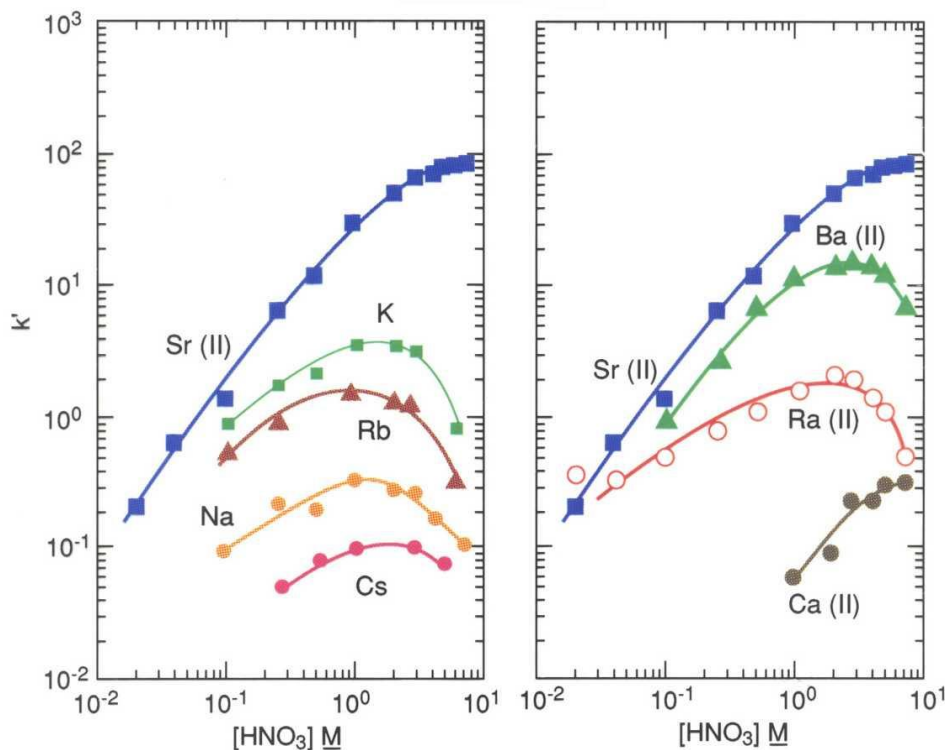
Распределение Sr-90 и Y-90 по фракциям



Изучение поведения Cs-137 при определении Sr-90

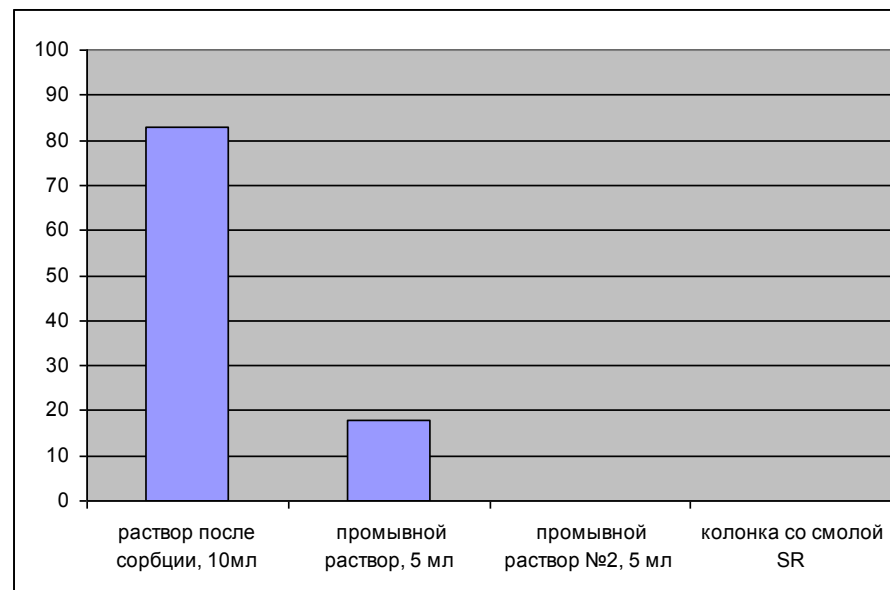
Acid dependency of k' for various ions at 23-25°C.

Sr Resin



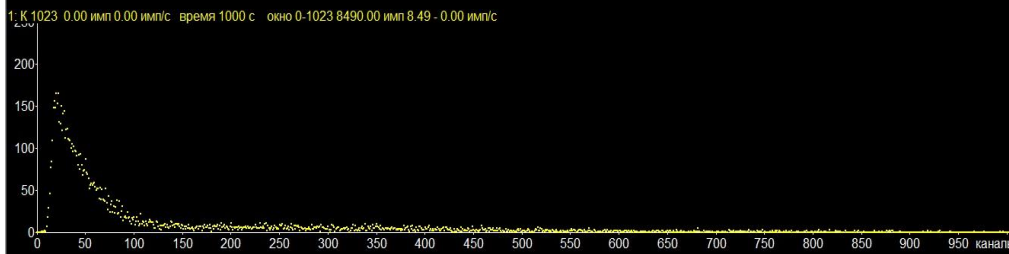
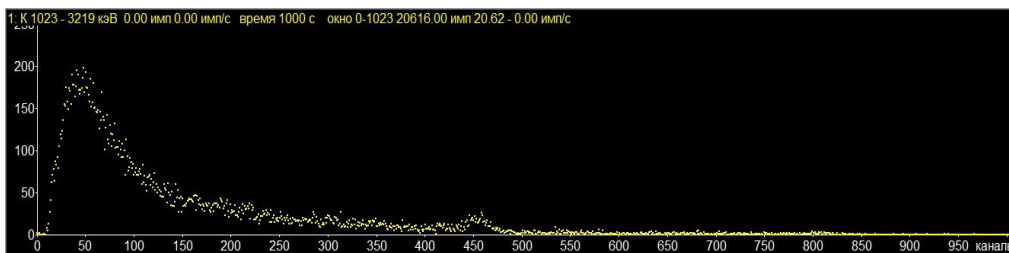
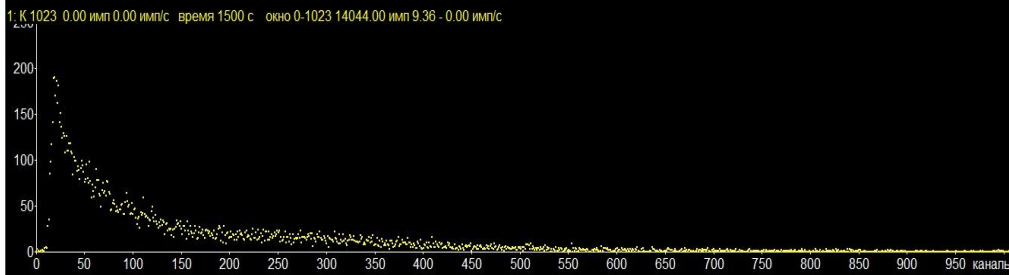
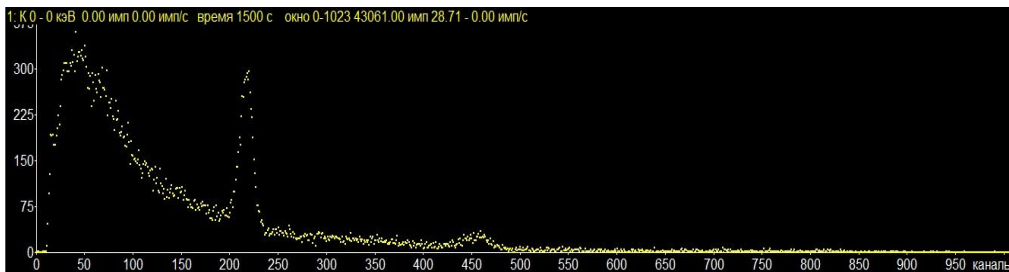
Кривые элюирования различных элементов на смоле Sr

- Выделение на предварительно кондиционированной колонке со смолой SR;
- Промывка колонки 5 мл 8M раствора HNO_3 , 2 фракции промывных растворов собрали отдельно;
- Измерение на сцинтиляционном гамма-спектрометре



Распределение Cs-137 по фракциям

Определение удельной активности Sr-90 в техногенно-загрязненных объектах окружающей среды



Удельная активность по Sr- 90

вода реки Теча	$1,4 \pm 0,3$ Бк/л
донные отложения и пруда-охладителя ЧАЭС	$(2,9 \pm 0,7)$ и $(4,2 \pm 0,9)$ кБк/кг
песок с берега реки Теча	(155 ± 38) Бк/кг

Гамма-бета-спектры пробы донных отложений из пруда-охладителя Чернобыльской АЭС

а - исходная проба;
б - фракция Sr-90, измеренная
непосредственно после выделения

	Характеристика	МВИ № 49090.3Н61, ВИМС	Методика TrisKem International
1.	Область применения	Количественное определение радионуклидов ^{210}Pb и ^{210}Po в природных подземных и поверхностных водах при массовой концентрации солей до 5 г/дм ³ Выделение и количественное определение свинца-210 и полония-210 в водных пробах	Количественное определение радионуклидов ^{210}Pb и ^{210}Po в природных подземных и поверхностных водах при массовой концентрации солей до 5 г/дм ³ Выделение и количественное определение свинца-210 и полония-210 в водных пробах
2.	Диапазон активностей	0,02 - 10 ³ Бк/дм ³ для ^{210}Po ; 0,05 - 10 ³ Бк/дм ³ для ^{210}Pb (по ^{210}Bi)	
3.	Объем пробы	1 дм ³	(0,5 – 1,5) дм ³
4.	Метод концентрирования	Соосаждение с гидроксидом железа	Соосаждение с гидроксидом железа или сорбция на катионообменной колонке
5.	Метод выделения	Совмещен с получением образца для измерения	Отделение Pb и Po на смоле SR компании Eichrom.
6.	Метод получения образца для измерения	Спонтанное селективное выделение полония и висмута на подложке из нержавеющей стали	Электрохимическое выделение изотопов полония на серебряном диске. Осаждение сульфата свинца
7.	Метод измерения	Альфа-, бета- радиометрия	Альфа-спектрометрия; бета-радиометрия; на жидкосцинтилляционном спектрометре или масс-спектрометре.

Определение свинца рентгенофлуоресцентным методом

Состав анализируемой воды

Проба 1,3,4	Жесткость общая, моль/м ³ SO ₄ ²⁻ , мг/дм ³ Cl ⁻ , мг/дм ³	≤ 7,0 ≤ 500 ≤ 350
Проба 2	Минерализация, г/дм ³ Na ⁺ +K ⁺ , мг/дм ³ Mg ²⁺ , мг/дм ³ Ca ²⁺ , мг/дм ³ SO ₄ ²⁻ , мг/дм ³ Cl ⁻ , мг/дм ³	1,5-4,0 500-800 ≤ 25 ≤ 50 ≤ 25 500-1000



*Энергодисперсионный
рентгенофлуоресцентный
спектрометр ARL QUANT'X*

Состав растворов для градуировки на свинец

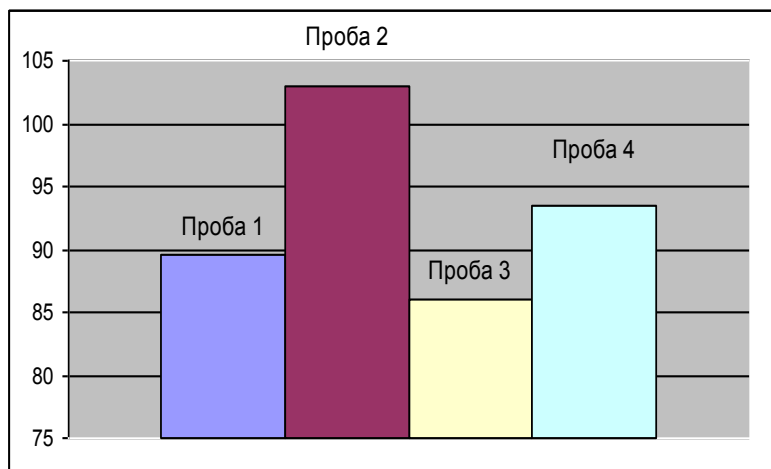
№	Содержание Pb, мкг/мл	Содержание Pb ^{опр} , мкг/мл	Δm, мкг	δ, %
1	20	25,67	3,62	14,1
2	50	47,50	3,49	7,4
3	100	101,81	3,96	4,0
4	200	191,50	4,69	2,4
5	400	403,53	6,21	1,6

Концентрирование свинца из водных проб

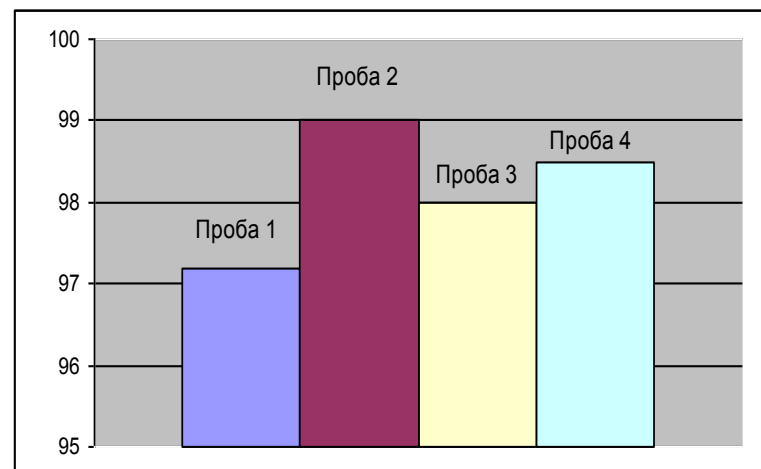
1. **Пробу** объемом 0,5 дм³ **подкисляли** HCl до pH ≤ 1, перемешивали и **кипятили** в течении 20 минут.
2. Затем прибавляли 1 см³ хлорного железа (25 мг железа в 1 см³) и **осаждали гидроксид железа** аммиаком при pH 8-9, нагревали до коагуляции осадка и **осадок фильтровали**.
3. **Осадок и стакан промывали** 2 раза по 20 см³ горячей дистиллированной водой с несколькими каплями аммиака.
4. **Осадок растворяли** на фильтре горячей разбавленной (1:4) HCl.
5. **Раствор пробы упаривали** до 5 см³, не допуская высыхания; переносили на водяную баню и выпаривали досуха.
6. **Сухой остаток смачивали концентрированной HCl** и снова выпаривали досуха. Обработку соляной кислотой проводили еще 2 раза.
7. **Сухой остаток растворяли**: приливали 2 см³ концентрированной HCl, добавляли дистиллированную воду до объема 50 см³ и нагревали на плите до растворения.
8. Затем для восстановления Fe(3+) до Fe(2+) **добавляли аскорбиновую кислоту** до обесцвечивания раствора (250 мг). Раствор тщательно перемешивали. **В растворе определяли содержание свинца**.
9. **Фильтрат** после отделения осадка гидроксида железа **упаривали** примерно до 100 мл и **определяли в нем содержание свинца**.

Выход свинца по стадиям

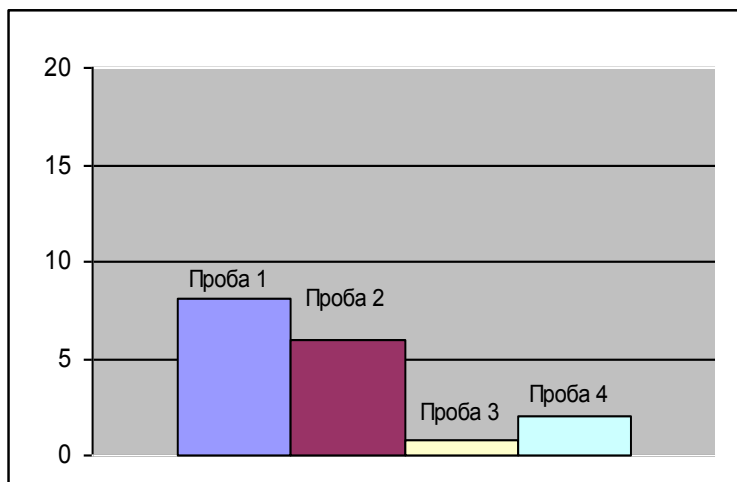
Соосаждение Pb с гидроксидом железа



Сорбция Pb на смоле SR



Потери свинца на стадии десорбции полония



Выход свинца средний

концентрирование	(93±12)%
------------------	----------

выделение	(98,2±1,2)%
-----------	-------------

стадия десорбции полония	(96±5)%
-----------------------------	----------

Десорбция свинца со смолы SR

	Элюент	m_{Pb} , мг	Степень десорбции Pb, %
Проба 1	10 мл 6M HCl	3,8	42,5
Проба 2	10 мл 0,05M Цитрат аммония	8,276	80,3
Проба 3	10 мл 0,1M Лимонная кислота	7,837	91,1
Проба 4	10 мл 0,05M Цитрат аммония	8,748	93,6
Среднее по пробам 2-4			88 18

Суммарный выход свинца по всей методике, рекомендованной TrisKem International

	Суммарный выход Pb, %
Проба 1	38,0
Проба 2	82,8
Проба 3	78,4
Проба 4	87,5
Среднее по пробам 2-4	83 11

Заключение

1. Апробированы методики радиохимического анализа природных вод и почвы на радионуклиды стронция и свинца.
2. Показана высокая эффективность применения смолы SR для выделения: химический выход стронция при анализе природных вод составил (95 6)%, при выделении из растворов, моделирующих растворы выщелачивания из почвы, (99,5 1,4)%. Химический выход Sr-90 по методике радиохимического анализа составил (91 9)%, свинца (83 11)%.
3. Установлено, что методика определения свинца МВИ № 49090.3Н61, ВИМС и методика, предложенная Triskem international, имеют сравнимые значения выходов: (85 13) и (83 11)% соответственно.
4. Апробированные методики радиохимического анализа использованы для определения удельной активности Sr-90 в техногенно-загрязненных объектах окружающей среды: пробах воды из реки Теча, песка с берега реки Теча и проб донных отложений из пруда-охладителя Чернобыльской АЭС.



Спасибо за внимание!