

Использование экстракционно-хроматографических смол для анализа актиноидов и Sr в пробах почв большого объема

S. Happel, A. Bombard
TrisKem International, Рэн, Франция

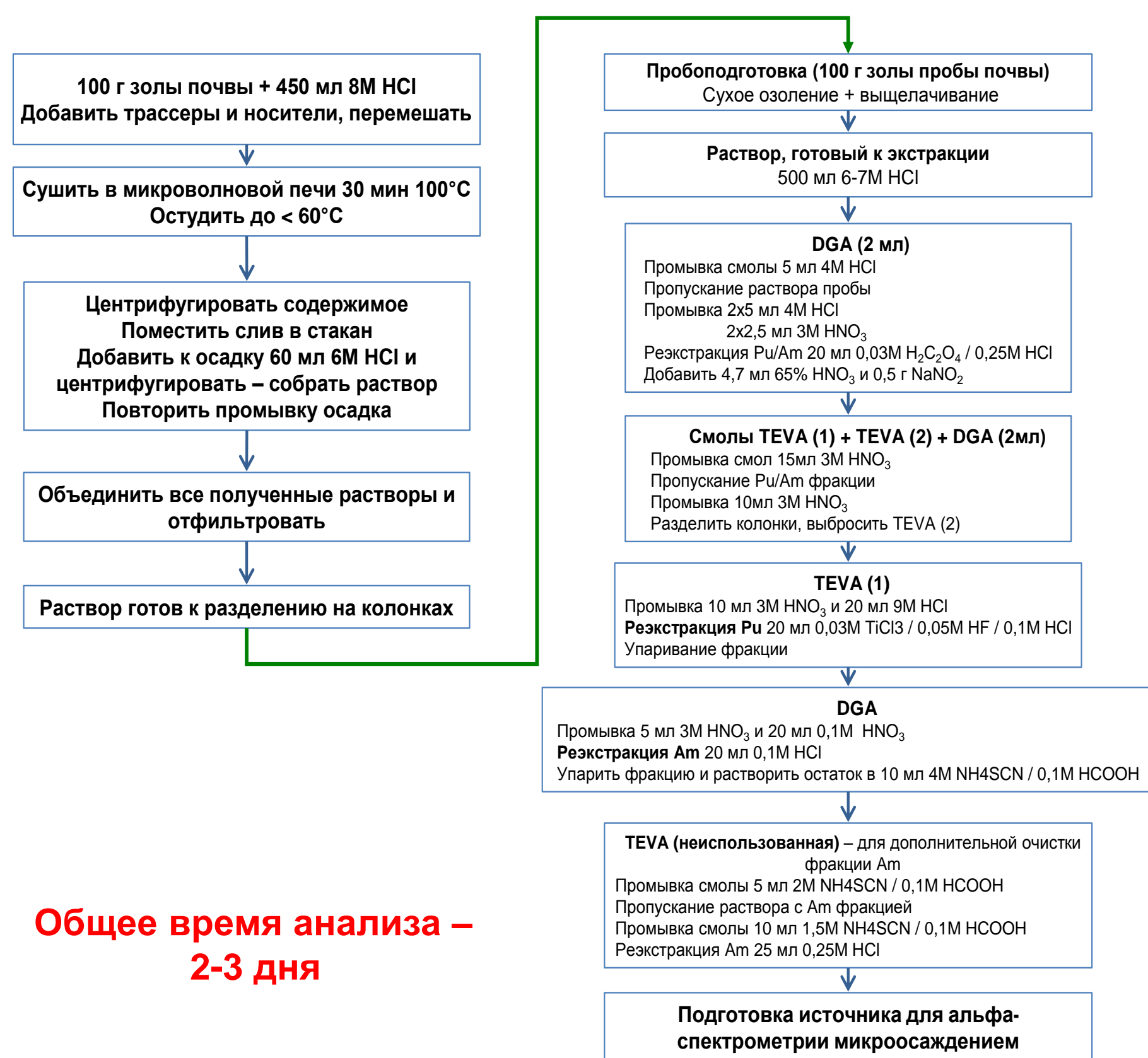
Введение

Регулирующие нормы, в частности в Европе, требуют достижения всё меньших пределов обнаружения, особенно при определении актиноидов в пробах почв. К примеру, в лабораториях мониторинга в Германии требуется достигать пределов обнаружения 10 мБк/кг сухой массы по изотопам Am и Pu для программы наблюдений IMIS и ещё меньших пределов обнаружения при проведении радиоэкологических исследований. Требуемые пределы обнаружения могут быть достигнуты только увеличением размера анализируемых проб до 30 или даже 100 г сухой массы наряду с высокими химическими выходами и альфа-спектрами с достаточно высоким разрешением пиков по энергии. Такие большие количества проб означают существенное усложнение методик радиохимического разделения в отношении удаления элементов матрицы, а также потенциально мешающих элементов. Данная презентация описывает некоторые методы анализа актиноидов и радиостронция в пробах почв большого объёма, основанные на использовании экстракционной хроматографии.

Метод анализа Pu/Am в крупных пробах почвы, D. Tait и др. [2] Основано на оригинальной публикации Hogwitz и др. [1]

Предварительная подготовка

Операции разделения



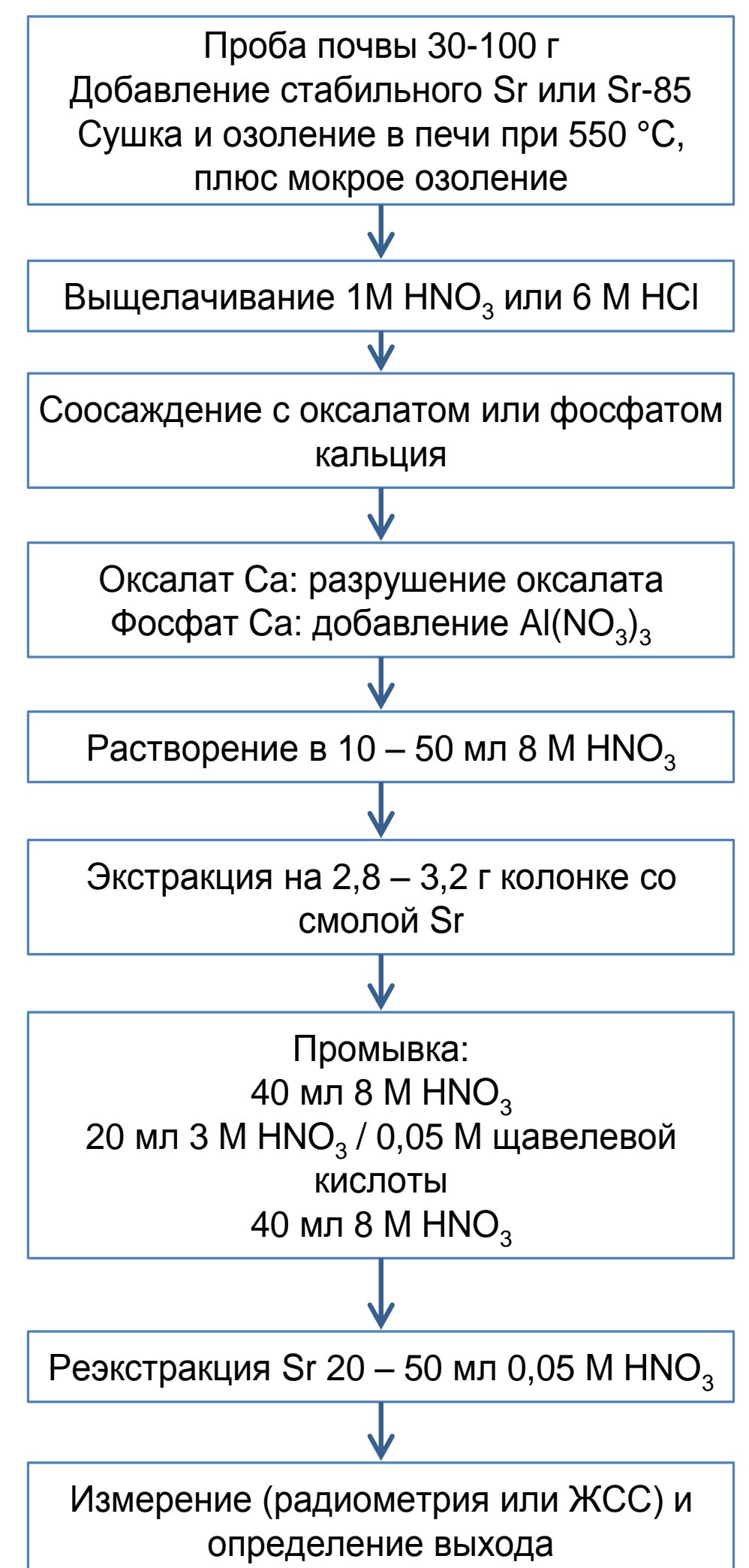
Общее время анализа – 2-3 дня

Метод анализа Pu/Am в почве, M. Jäggi и др. [3]



Общее время анализа – 2 дня

Схема пробоподготовки и выделения Sr в пробах почв [4, 5]



Общее время анализа – 2 дня

Радио-нуклид	Введенная активность (Бк/кг сухого веса)	Измеренная активность (Бк/кг сухого веса)
²³⁸ Pu	19.6 (s=1.3)	20 (s=1.4)
^{239/240} Pu	1.1 (s=0.1)	1.2 (s=0.3)
²⁴¹ Am	154 (s=5)	133 (s=12)

- Применимо для 100 г озонированной почвы, соломы, кукурузы, ила и грязи
- Концентрирование Pu / Am / удаление матрицы с помощью DGA
- 2 колонки TEVA перед 2^й колонкой DGA
 - Удаление Th из спектра Am
 - Выделение Am на 2^й колонке DGA
- Метод испытан в сравнении с внутренним стандартным методом и в сравнении с эталоном PTB
 - Хорошая сходимость результатов
- Полученные химические выходы лучше, чем в оригинальном методе:
 - Pu: 87% ± 11%; Am: 72% ± 14%
- Разделение Am / LN на смоле TEVA

Стандартный материал МАГАТЭ	IAEA-300	IAEA-384
Выход ²³⁸ Pu	43-46%	102%
Выход ^{239/240} Pu	43-46%	102%
Выход ²⁴¹ Am		
TEVA	103%	na
UTEVA	95%	98%

- Пробы почвы массой 30 г
- Испытано на эталонных материалах
- Выделение Pu на анионите
 - Непостоянные химические выходы
- Картридж TEVA или UTEVA для удаления Th
- Выделение Am на картридже DGA
 - Очень высокий выход по Am
- Разделение Am / LN на смоле TEVA
- Приготовление источника для измерения электролизом

- Стандарт ISO (ISO 18589-5:2009)
- Пробоподготовка зависит от размера пробы
- Метод применим для других матриц (пища, растительность) после подбора способа прободготовки
- Осаждение для удаления матрицы (К)
 - Оксалат или фосфат Ca
- Размер колонки подбирается под матрицу
 - Больше колонка при большем содержании Ca
- Прямое выделение Sr на колонке
- Измерение на ЖСС или бета-радиометре
- Определение химического выхода по:
 - Sr-85: гамма-спектрометрия, ЖСС
 - стабильному Sr: гравиметрия, спектрометрия
- Обычный химический выход Sr: 60 – 100%

Заключение

Применение смолы DGA позволяет получить высокий выход Am даже в пробах почв массой 30 – 100 г. Кроме того DGA, при использовании на этапе предварительного концентрирования и удаления матрицы до разделения актиноидов, позволяет получить стабильный высокий выход по Pu. Разделение актиноидов можно проводить при повышенных скоростях с помощью вакуумной установки (вакуум-бокс), при этом результат можно получить за 2 – 3 дня, включая прободготовку и измерение. Разделение Am/LN на смоле TEVA в присутствии SCN позволяет получить фракцию Am, достаточно чистую для альфа-спектрометрических измерений после приготовления источника электролизом или микроосаждением. Описанные методы, основанные на смоле SR, напр. ISO 18589-5:2009, дают быстрое и легкое выделение радиостронция из проб почв с достаточно высокой чистотой и выходом для дальнейшего измерения на ЖСС или газовом пропорциональном счетчике.

Литература

- [1] E.P. Horwitz, A.H. Thakkar and D.R. McAlister: « Быстрый метод предварительного концентрирования нефракционированных Am и Pu из образцов почвы массой 100 г ». Ed. P. Warwick: Environmental Radiochemical Analysis III, RSC Publishing, 2007, 77 - 85
- [2] D. Tait and B. Koch, « Дальнейшее развитие экспрессного метода определения плутония и америция в почвах в Германии ». Ed. P. Warwick: Environmental Radiochemical Analysis IV, RSC Publishing, 2011, 9-20
- [3] M. Jäggi, H. Beer and J. Eikenberg, « Быстрый метод выделения Am и Pu из почвы », 11th International Symposium on Environmental Radiochemical Analysis, Chester –UK – 15-17 September 2010, pp 55-60
- [4] Ecker F., Kohstall T. (Eds): Moderne Routine- und Schnellmethoden zur Bestimmung von SR-89 und SR-90 bei der Umweltüberwachung: Bericht einer Ad-hoc-Arbeitsgruppe des Arbeitskreises Umweltüberwachung (AKU), Fachverband für Strahlenschutz e. V., Februar 2008
- [5] ISO 18589-5:2009: Измерение радиоактивности окружающей среды. Почва. Измерение стронция-90