

Определение Ra в природных пробах	с. 1
Советы и рекомендации: микроосаждение BaSO ₄	с. 2
План мероприятий	с. 4
Кратко о событиях: Смола MnO ₂ -PAN, Встречи пользователей, Новая линия продукции	с. 4



● Определение Ra в природных пробах

● ОТ РЕДАКЦИИ

Регулирующие органы уделяют всё больше внимания анализу изотопов радия, в частности Ra-226; основная причина связана с дозой нагрузки от естественно присутствующего радия, а также с возможностью неправильного использования изотопов радия в нестандартных устройствах. Таким образом, существует большой интерес в их рутинном анализе (напр. при контроле качества питьевой воды), а также в их анализе при аварийных ситуациях, что делает необходимым разработку легкого, быстрого и высокочувствительного метода определения изотопов радия в водных пробах, а также в пробах из окружающей среды.

Тогда как при анализе природных проб (особенно твердых) особый интерес представляют экспресс-методы, включая экспрессную пробоподготовку[5], при анализе водных проб важным является получение низких пределов обнаружения с помощью простых методов, желательных с малыми трудозатратами [1- 3].

Смола MnO₂ позволяет быстро концентрировать и выделять Ra из больших объемов водных проб при pH от 4 до 8 даже в присутствии большого количества Ca [1]; показано [2], что присутствие небольших количеств Ca в пробе необходимо для получения высокого химического выхода. Burnett и др. показали, что MnO₂ обладает достаточно сходными сорбционными характеристиками к Ba и Ra, чтобы использовать Ba-133 в качестве внутреннего стандарта для Ra при его концентрировании из водных проб при условии, что расход не превышает 20 мл/мин [1].

Смола MnO₂ используется вместе со смолами LN и DGA, Normal, в методе, разработанном Sherrod Maxwell [2]. Она используется для предварительного концентрирования Ra из проб воды объемом 1 – 1,5 л, с расходом смолы MnO₂ 1,25 г на литр пробы. pH пробы предварительно стабилизируется на уровне 6-7, затем добавляется 25 мг Ca на литр. Пробу пропускается через смолу MnO₂ при скорости около 15 мл/мин. Ra вымывается 15 мл раствора 4M HCl/1,5% H₂O₂. В случае определения Ra-228 в той же пробе, раствор оставляется как минимум на 36 часов для...

(далее) с. 2

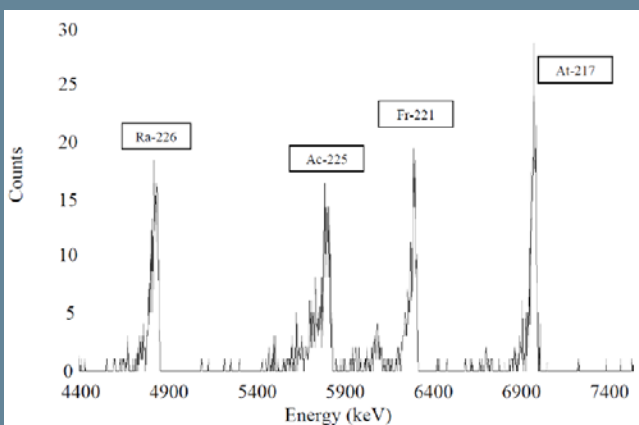


Рис. 1 : Альфа-спектр природной пробы, полученной микроосаждением с BaSO₄ после химического выделения (внутренний стандарт – Ra-225) [5]

Уважаемые клиенты,

Последние несколько месяцев продемонстрировали важность и необходимость экспресс-методов анализа и быстрой пробоподготовки. Экспресс-методы важны не только во время аварийных ситуаций, но и после аварии, когда необходимо принять срочное решение по обращению с радиоактивными отходами или пищей. Для принятия обоснованных решений ключевым фактором будет получение достаточного количества надежных данных за короткое время. Об этом также свидетельствует возрастающий интерес контролирующих органов к разработке экспресс-методов, а также возрастающее число публикаций в этой области.

Сегодняшний и следующий выпуски TrisKem Infos посвящены в основном экспресс-методам определения радионуклидов в различных природных пробах. В данном выпуске описано определение изотопов Ra, особенно Ra-226, в природных пробах с рассмотрением быстрых и несложных аналитических методов.

Мы рады сообщить Вам о поступлении новой продукции: смолы MnO₂-PAN и линии твердофазных экстрагентов и аксессуаров для концентрирования и выделения органических аналитов и загрязнителей.

Микаэла Ланже,
Генеральный директор TRISKEM

TRISKEM INFOS

Главный редактор : Микаэла Ланже • Автор : Од Бомбар
Графики : Essentiel – Пен • ISSN 2116-6781



Советы и рекомендации:

• Микроосаждение $BaSO_4$

Микроосаждение $BaSO_4$ – это очень удобный метод подготовки проб с содержанием Ra для альфа спектрометрии. Однако часто используемую затравочную суспензию Ba (напр. методика Eichrom RAW04) приготовить не так уж легко.

К несчастью, качество альфа-спектра очень сильно зависит от качества этой суспензии. Maxwell и др. предложили новый метод без использования затравочной суспензии.

Он состоит в осаждении Ra из 23 мл 1.5M HCl, последовательным добавлением 3 г сульфата аммония, 50 мкг стабильного Ba и 5 мл изопропанола. Пробирки для осаждения помещаются в ледяную ванну и встряхиваются в начале, середине и конце вымораживания, после чего извлекаются из льда. После фильтрации через 0.1 мкм фильтр и сушки фильтра пробы готовы для измерения. На рис. 1 приведен пример альфа спектра, полученного с использованием этого метода.

• Картриджи:

Теперь мы поставляем также картриджи TEVA собственного производства; таким образом, компания Triskem теперь производит картриджи со пятью основными смолами. Вы можете опознать эти картриджи по цветному кольцу.



Рисунок 3: Картриджи



накопления Ac-228, после чего пропускали через 2 последовательно соединенных картриджа: со смолой LN (извлечение U и Th) и DGA, Normal (извлечение Ac-228). Ac-228 вымывали из смолы DGA 10 мл 0.5M HCl, затем соосаждали с CeF_3 и фильтровали через фильтр Resolve™. Химический выход Ac можно определить по выходу Ba-133 (операция концентрирования на MnO_2) и гравиметрически по CeF_3 (операции экстракционно-хроматографического выделения и осаждения) [3]. Ra и Ba в этих условиях не экстрагируются смолами LN и DGA и поэтому остаются в элюате; они могут быть осаждены с $BaSO_4$ непосредственно из этого раствора. Данный метод удобен тем, что позволяет одновременно определять альфа-излучающие изотопы Ra и Ra-228. Сходный метод, основанный только на смоле DGA, описан в методике Eichrom RAW04.

Вымывание Ra из смолы MnO_2 раствором 4M HCl/1.5% H_2O_2 приводит к полному разрушению слоя MnO_2 и появлению значительных количеств Mn в Ra фракции. Это не имеет значения при подготовке проб к альфа спектрометрии микроосаждением, но может создать проблемы при измерении Ra-226 на ИСП-МС. Этого можно избежать, используя смолу MnO_2 -PAN (см. 'Кратко') вместо стандартной смолы MnO_2 , из которой радиy количественно вымывают 5M HCl без полного разрушения слоя MnO_2 , за счет чего количество Mn в Ra фракции заметно меньше.

Другим способом альфа-спектрометрического определения Ra-226 в водных пробах является использование селективных к Ra дисков, представляющих собой полиамидные диски с нанесенным тонким слоем MnO_2 (диски Ra NucFilm [4]). Диски контактируют с необработанной водной пробой (pH 4 – 8, типичный объем = 100 мл) при перемешивании в течение 6 часов. Степень извлечения Ra в таких условиях, как правило, более 90% для проб воды питьевого качества; возможно также анализировать другие типы водных проб, но степень сорбции будет существенно зависеть от состава пробы, в особенности, от наличия больших количеств стабильного Ba, который сильно снижает химический выход. Сухой диск можно измерять на твердотельном альфа-детекторе. При этом получается очень хорошее энергетическое разрешение, что показано на рис.2.

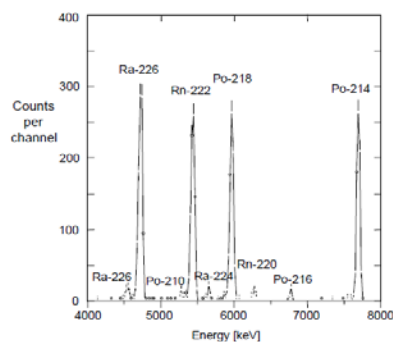


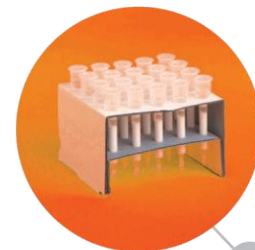
Рис. 2 : Альфа-спектр радия, сорбированного на тонкой пленке из португальской минеральной воды [источник: NucFilm GmbH].

Высокое содержание Ba проблематично не только при использовании дисков Ra NucFilm, но и при подготовке источника для альфа спектрометрии микроосаждением $BaSO_4$ или электролизом [5] а также в случае измерения Ra-226 на ИСП-МС из-за изобарического наложения ^{88}Sr / ^{138}Ba [5]. Природные пробы и пробы, полученные при снятии АЭС с эксплуатации, потенциально содержат повышенное количество Ba, соответственно, Ba необходимо удалить из пробы до приготовления источника, что делает невозможным использование Ba-133 в качестве внутреннего стандарта.

Разделение Ba/Ra можно осуществить с помощью смолы Sr [5, 6]. При загрузке из 3M HNO_3 Ba извлекается смолой, тогда как Ra остается в растворе.

Для получения дополнительной информации вы можете связаться с нами и/или скачать техническое описание продукции на нашем веб-

сайте: www.triskem-international.com



В таких случаях можно использовать в качестве внутреннего стандарта Ra-225 (получаемый из стандартного раствора Th-229), как предложено Maxwell и др. [5]. Авторы описывают экспресс-метод определения Ra-226 в таких пробах как воздушные фильтры, растительность (5 г), цемент, кирпичи и почва (по 1 г), позволяющий получить результаты в течение суток. Описанный метод был адаптирован и применен теми же авторами для 150-мл водных проб. На рис. 4 показаны схемы пробоподготовки. Быстрый метод основан на быстрой подготовке твердых проб путем их минерализации в печи с последующим мокрым озолением и сплавлением с NaOH в Zr тигле.

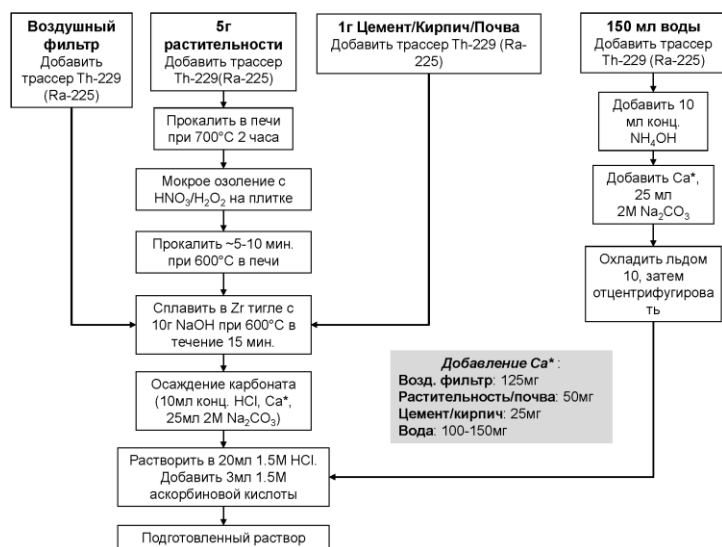


Рис. 4: Схемы подготовки природных проб [5]

Из-за высокого содержания матрицы в сплавленной пробе необходимо растворить сплав в кислом растворе, поскольку часть матрицы, особенно Fe(III), может начать осаждаться при pH 7, что приводит к частичной потере Ra. Соответственно, невозможно использовать смолу MnO₂ для удаления матрицы. Авторы предлагают удалять матрицу соосаждением с CaCO₃ (после корректировки содержания Ca в пробе) с последующим удалением Ca ионным обменом. Пробы, потенциально содержащие большое количество Ba (напр. цемент), очищают от Ba с помощью смолы SR. Окончательная очистка фракции Ra достигается с помощью смолы LN, которая извлекает As, Ca и остатки матрицы. На рис. 5 представлены варианты выделения. Источники для альфа спектрометрии готовятся микроосаждением в присутствии изопропанола без использования затравочной суспензии.

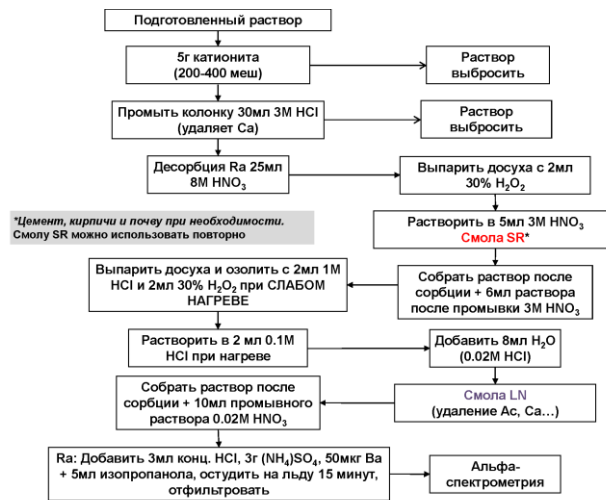


Рис. 5: Схема выделения радия из проб [5]

На рис. 2. показан типичный альфа-спектр, полученный при использовании данного метода. В табл. 1 представлены результаты, полученные Maxwell и др. для различных меченых матриц [5].

Матрица	Химический выход, %	Полученный результат, мБк на пробу	Контрольное значение, мБк на пробу	Отклонение от контрол. значения, %
Растительность	87.1 (5.7)	72.8 (5.1)	73.8	-1.2
Цемент	84.6 (6.8)	180.6 (8.0)	184.5	-2.1
Кирпич	86.5 (6.6)	77.8 (4.6)	73.8	5.5
Воздушный фильтр	76.7 (4.2)	77.1 (6.2)	73.8	4.5
Почва	75.3 (1.9)	184.9 (6.2)	184.5	0.2
Вода	91.8 (6.7)	70.9 (3.7)	73.8	-3.9

Табл. 1: Результаты анализов меченых матриц, скорректированные на стоевое содержание Ra-226, N=5

Библиография

- (1) Moon D.S., Burnett W.C., Nour S., Horwitz P., Bond A., Appl. Rad. Isot., 59, 255 (2003).
- (2) Maxwell, S.L., presented at Eichrom's North American Users' Meeting, Oak Ridge, TN, May 3, 2005.
- (3) O'Brien, T. presented at Users Meeting at the RRMC, Jackson Hole, WY, 2007
- (4) Eikenberg, J., Tricca, A., Vezzu, G., Bajo, S., Ruethi, M. and Surbeck, J. Environ. Rad., 54, 109-131, 2001
- (5) Maxwell S.L., Culligan B.K., J Radioanal Nucl Chem, 293, 2012, 149
- (6) Chabaux F., Ben Othman D., Birck J.L., Chem. Geol., 114, 1994, 191

Для получения дополнительной информации вы можете связаться с нами и/или скачать техническое описание продукции на нашем веб-сайте: www.triskem-international.com



Вы можете найти предыдущие версии изданий в электронном виде на нашем сайте.

Если Вы хотите отказаться от рассылки TrisKem Infos, сообщите нам по почте contact@triskem.fr или по тел. +33 (0)2 99 05 00 09.

ПЛАН МЕРОПРИЯТИЙ

Мы примем участие в следующих конференциях и с нетерпением ожидаем встречи и общения с Вами!

° NRC8 – 16-21/09/2012, Lake Como (Италия), <http://nrc8.mi.inf.ni.it/>

° Jahrestagung FV Strahlenschutz – 17-20/09/2012, Карлсруэ (Германия) <http://www.fs-2012.de/>

° 7^я Российская конференция “Радиохимия-2012”, - 15 – 19/10/12, Дмитровград (Россия) <http://www.radiochemistry2012.ru/>

° Достижения в Жидкостной Сцинтилляционной Спектрометрии – 18 – 22/03/13, Барселона (Испания) <http://www.ub.edu/LSC2013BCN/>

Просим обратить внимание, что перед конференцией будет проходить международный семинар: « Пластмассовые сцинтилляторы в практике » - 15 – 16/03/13, Барселона (Испания) www.ub.edu/LSC2013BCN/PS

Всю информацию о нашем участии в конференциях Вы можете найти на нашем сайте



Кратко о событиях:

MnO₂-PAN

TrisKem International поставляет смолу MnO₂-PAN, разработанную Dr. Шебеста из Чешского Технического Университета в Праге. Она состоит из очень мелких частиц MnO₂ и модифицированного полиакрилонитрила (PAN) в качестве связующего полимера, который позволяет получить очень стабильную смолу MnO₂ с очень развитой поверхностью.

В отличие от классической смолы MnO₂ количественная десорбция с нее осуществляется единственным раствором 5M HCl без использования H₂O₂; таким образом, при десорбции смола разрушается не полностью, соответственно фракция Ra содержит значительно меньшее количество Mn. Кроме того, MnO₂ гораздо прочнее связан со смолой, чем в случае стандартной смолы MnO₂, за счет чего отпадает необходимость длительной промывки смолы перед использованием для удаления мелких частиц.

Для получения наилучших результатов 2 мл смолы MnO₂ PAN используют с 1 л водной пробы (pH ≈ 7) со скоростью пропускания около 15 мл/мин. После промывки колонки деионизованной водой для удаления матрицы Ra (и Ba) можно десорбировать 15 мл 5M HCl со скоростью 2 мл/мин. При этих условиях химический выход составляет > 95%, а проскок при загрузке – < 1% для проб воды питьевого качества.

Встречи пользователей

Мы планируем провести две встречи пользователей (ВП) в конце этого года – одну в Германии, а другую в Италии. Позже мы вышлем Вам подробную информацию об обеих ВП. Между тем, если у Вас есть особые пожелания относительно тем для дискуссий, или Вы хотите представить ваши работы, пожалуйста, свяжитесь с нами по электронной почте: abombard@triskem.fr (ВП в Италии) или shappel@triskem.fr (ВП в Германии).

Пополнение нашей команды

Для улучшения качества сервиса и упрощения контакта с Вами, Татьяна Владимировна Семенова пополнила нашу команду. Она свободно владеет тремя языками (русским, английским и французским) и будет основным контактным лицом нашей компании для русскоязычных клиентов.

Новая линия продукции

Мы рады представить Вам новую линию продукции, которая скоро войдет в наш каталог.

Линия твердофазных экстрагентов (ТФЭ) и аксессуаров, предназначенных для выделения органических аналитов и загрязнителей дополнит гамму нашей продукции, сконцентрированную на радиохимическом и неорганическом анализе,

Линия продукции Cleanert содержит несколько высококачественных ТФЭ, применяемых в следующих областях: экологический мониторинг, медицина/фармацевтика, контроль качества пищи и косметики.

**ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БОЛЕЕ ПОДРОБНОЙ ИНФОРМАЦИИ ВЫ
МОЖЕТЕ СВЯЗАТЬСЯ С НАМИ**

TRISKEM INTERNATIONAL

Parc de Lormandière Bât. C • Rue Maryse Bastié • Campus de Ker Lann • 35170 Bruz • FRANCE
Tel +33 (0)2.99.05.00.09 • Fax +33 (0)2.99.05.07.27
www.triskem-international.com • email : contact@triskem.fr