

## Лабораторная работа 2. ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОНЦИЯ-90 И ЦЕЗИЯ-137 РАДИОХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

**Краткие теоретические сведения.** Доставленные в лабораторию образы принимают и обрабатывают в специальном помещении, оборудованном вытяжными и сушильными шкафами, муфельными печами, приспособленном для мытья тары, посуды и, при необходимости, проб. Пробы пищевых продуктов перед анализом подвергают обработке, включающей мойку клубней, корнеплодов и очистку их от кожуры с последующим ополаскиванием; мойку в проточной воде пищевой зелени, ягод, фруктов, мяса, отделение мяса от костей, освобождение его от жира и измельчение; снятие с колбасных изделий и сыра защитной оболочки. Присланный материал перед взятием средней пробы тщательно перемешивают, при необходимости моют в проточной воде, измельчают с помощью мясорубки, терки, кофемолки, ножа или ножниц.

На этапе подготовки проб к радиохимическому анализу проводят разрушение органического вещества содержащегося в пробах путем мокрого или сухого озоления (минерализация проб). Чаще используется *способ сухой минерализации пробы*. Он основан на полном разложении органических веществ путем сжигания пробы в муфельной печи при контролируемом температурном режиме. Способ включает три последовательных этапа – высушивания, сжигания (обугливания) и озоления пробы.

*Способ мокрой минерализации пробы* основан на полном разрушении органических веществ концентрированной азотной кислотой с добавлением перекиси водорода при нагревании и предназначается для небольших количеств пищевых продуктов животного происхождения (1...10 г) с уровнем  $\beta$ -активности свыше 37 Бк.

### *Подготовка проб растительного и животного происхождения.*

**Высушивание проб.** Измельченные и взвешенные пробы пищевых продуктов предварительно подсушивают на воздухе, затем в сушильном шкафу при температуре 80-100°C.

Для обезвоживания жидких образцов, во избежание их разбрызгивания, рекомендуется применять инфракрасные лампы или песчаные бани.

Пробы молока подкисляют соляной или уксусной кислотой, вносят необходимые количества носителей стронция, иттрия, цезия, упаривают под инфракрасными лампами до сухого остатка, постепенно добавляя в них очередные порции молока. Высушивают в сушильном шкафу при 105 °С до постоянной массы сухого остатка.

**Обугливание проб.** После установления постоянной массы пробы сухой остаток обугливают путем прокалывания на электроплитах или песчаных банях в вытяжном шкафу. Во избежание потери летучих радионуклидов не допускается воспламенение пробы. Для интенсификации процесса обугливания одновременно допускается проводить обогрев чашки с пробой инфракрасной лампой. Процесс обугливания считают законченным при прекращении вспучивания пробы и исчезновении дыма.

**Озоление проб.** Обугленные сухие остатки озоляют в муфельных печах. В процессе озоления температуру в муфельной печи повышают постепенно, увеличивая на 50°C через каждые 30 минут, до 450°C и продолжают минерализацию до получения серой золы. При озолении зернобобовых, картофеля, корнеплодов и других проб с высоким содержанием калия, во избежание сплавления с фарфоровыми тиглями, температура не должна превышать 400°C. Остальные пробы озоляют при температуре 600°C. Продолжительность озоления различна, в зависимости от количества и вида органических соединений в пробе: оптимальное время озоления растительных проб 2-4 ч, молока и корнеклубнеплодов - 15-25 ч, мяса - до 35 ч. Рекомендуется периодически перемешивать золу. Если после указанного времени термической обработки зола не приобретет светло-серого цвета, проводят ее доозоление в процессе радиохимического анализа после внесения в пробу носителей.

После окончания озоления остывший до комнатной температуры в эксикаторе

зольный остаток взвешивают для определения коэффициента золоения по формуле:

$$K = \frac{m}{M},$$

где  $m$  - масса золы в г,

$M$  - масса исходной сырой пробы, кг.

Если в золе содержатся обугленные частицы, содержимое тигля после охлаждения в эксикаторе смачивают концентрированной азотной кислотой, добавляют несколько капель концентрированной перекиси водорода, высушивают и прокаливают еще раз при температуре 450-600°C.

Охлажденную золу растирают в мелкий порошок и используют для радиохимического анализа.

#### **Доозоление и переводение проб в раствор.**

В случае получения золы темного или темно-серого цвета и при наличии в пробе обугленных частиц проводят доозоление пробы. Для этого навеску золы массой 20-30 г помещают в фарфоровую чашку или термостойкий химический стакан, вносят носители определяемых радионуклидов, увлажняют концентрированной азотной кислотой с добавлением 2-3 см<sup>3</sup> пероксида водорода и выпаривают досуха. Затем пробу помещают в муфельную печь на 20-30 мин при температуре 300-350 °С. При необходимости (отсутствие требуемого цвета и наличие обугленных частиц) после охлаждения чашки процедура доозоления повторяется.

После доозоления золу переводят в раствор путем **растворения** или **экстрагирования**. Под растворением пробы понимают полное переведение ее в раствор. Это достигается только при отсутствии в пробах кремниевой кислоты. Для растворения применяются жесткие условия, т.е. используются концентрированные кислоты, высокая температура и встряхивание. Способ полного растворения применим лишь к малым навескам с массой 1-10 г. Из больших навесок радионуклиды экстрагируют кислотами.

Для перевода золы в раствор навеску золы массой 20-30 г обрабатывают концентрированной соляной кислотой, добавляя 2-3 см<sup>3</sup> на 1 г золы, упаривают досуха, сухой остаток растворяют при нагревании в течение 30 мин в 200-300 см<sup>3</sup> 2н. раствора HCl, отделяют нерастворившийся осадок фильтрованием, фильтр промывают горячим раствором 1н. HCl (50-100 см<sup>3</sup>). Фильтрат используют для определения стронция-90.

Если доозоление зольного остатка не проводят, то в этом случае его переведение в раствор осуществляется аналогичным способом.

**Подготовка проб почвы** к радиохимическому анализу проводится по стандартной методике – СТБ 1059-98 Радиационный контроль ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОНЦИЯ-90 РАДИОХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ Общие требования.

**Подготовка проб почвы естественных лугов и пастбищ.** Пробу почвы вынимают из кольца, взвешивают с растительным покровом, высушивают до воздушно-сухого состояния и снова взвешивают. Результат записывают в журнал. Затем пробу прокаливают в муфельной печи при температуре 555 °С в течение 6–8 ч до полного удаления органического вещества. Периодически пробу вынимают из муфельной печи и перемешивают. Прокаленную пробу почвы взвешивают и методом квартования отбирают три навески массой 100 г. Результаты взвешивания записывают в журнал. Проба считается хорошо усредненной, если результаты измерений суммарной β-активности не различаются более чем в 1,5 раза от среднего значения. Если различия превышают указанную величину, то пробы объединяют и повторяют перемешивание и квартование. Для радиохимического анализа почвы загрязненных территорий отбирают навеску массой 50–100 г, незагрязненных – массой 200 г.

**Подготовка проб почвы пашни.** Объединенную пробу массой 2 кг высушивают до воздушно-сухого состояния, взвешивают, измельчают на мельнице и просеивают через сито с диаметром отверстий 2 мм. Методом квартования отбирают три аликвоты (навески)

массой 55–100 г и определяют однородность проб. Для последующего озоления берется навеска с суммарной  $\beta$ -активностью близкой к среднему значению. Если результаты измерений различаются более чем в 1,5 раза от среднего значения, то повторяют перемешивание и квартование до получения хорошо гомогенизированной пробы. Озоление пробы для последующего радиохимического анализа проводят в муфельной печи при температуре 555 °С в течение 6 часов. Озоленная проба поступает на радиохимический анализ.

#### **Подготовка проб почв, отобранных в населенных пунктах и на природных ландшафтах.**

1. Пробу вынимают из кольца, взвешивают целиком с растительным покровом, высушивают до воздушно сухого состояния и снова взвешивают. Пробу прокаливают при температуре 550 °С в течение 6-8 часов до полного удаления органического вещества. Периодически пробу вынимают из печи и перемешивают. Прокаленную почву взвешивают. Методом квартования отбирают три аликвоты массой до 100 грамм каждая, измеряют их гамма-радиоактивность или суммарную  $\beta$ -радиоактивность. Проба считается хорошо гомогенизированной, если результаты измерений не различаются более чем в 1,5-2 раза от среднего значения. Для радиохимического анализа отбирают среднюю пробу, составляющую 50-100 г в пересчете на воздушно-сухое вещество.

2. Аккуратно вынимают пробу из кольца, взвешивают, условно делят на четыре сегмента, из каждого сегмента на всю глубину отбирают равное количество кернов одинакового диаметра, из которых составляют навеску массой 50-100 г. Навеска проверяется на гамма-радиоактивность или суммарную  $\beta$ -радиоактивность. Если результаты измерений между отобранной навеской и оставшейся пробой не различаются более чем 1,5-2 раза, то она берется для анализа. Если различия превышают указанную величину, навеску составляют из других кернов, пока не достигнут минимального различия радиоактивности с исходной почвой. Важно, чтобы проба была составлена из кернов, отобранных на всю глубину пробы. Далее аналогично пункту 1 проводится процедура озоления пробы.

Для изучения вертикальной миграции радионуклидов почва выдавливается из кольца и режется на сантиметровые слои почвенным ножом, слои взвешиваются и полностью озоляются согласно пункту 1. Перед озолением проводится измерение гамма-радиоактивности каждого слоя почвы. Минерализованную почву из каждого слоя тщательно перемешивают и отбирают для радиохимического анализа навески массой по 50-100 г каждая аналогично процедуре отбора проб, приведенной в пункте 1.

**Материалы, оборудование, инструменты, реактивы:** пробы, весы лабораторные, бета-радиометр КРВП-3Б, вытяжной и сушильный шкаф, муфельная печь, инфракрасная лампа, песчаная баня, электроплитка, мельница, терка, нож, ножницы, кислота соляная 1н, 2н. и концентрированная, азотная и уксусная кислоты (концентрированные), пероксид водорода (концентрированный).

#### **Выполнение работы:**

1. Произвести подготовку проб почвы;
2. Подготовить растительные пробы для радиохимического анализа.