

## Лабораторная работа 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СТРОНЦИЯ-90 В ПОЧВЕ

**Краткие теоретические сведения. Принцип и особенности метода.** Данный метод является основным стандартным методом для радиологических лабораторий 1 и 2 классов.

Стронций из почвы экстрагируется 6 н. раствором соляной кислоты. При этом в вытяжку переходят значительные количества других элементов-макрокомпонентов (железо, алюминий, кальций, кремний и др.).

Отделение стронция от основной массы макрокомпонентов достигается путем осаждения стронция совместно с другими щелочноземельными элементами в виде оксалатов с последующими дополнительными очистками.

Активность  $^{90}\text{Sr}$  определяется по активности дочернего продукта распада  $^{90}\text{Y}$ , который выделяется из раствора в виде гидроксида. В растворе  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{90}\text{Y}$  должны находиться в состоянии радиоактивного равновесия.

Выход радионуклидов  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{90}\text{Y}$  рассчитывается по выходу носителей стронция и иттрия в отдельности. Стронций определяется в присутствии кальция без их разделения методом пламенной спектрофотометрии или фотометрии, иттрий – весовым методом путем непосредственного взвешивания выделенного осадка. Радиохимическая чистота выделенного  $^{90}\text{Y}$  определяется по кривой радиоактивного распада или определением постоянной распада.

### **Примечания:**

1. При анализе проб почвы, отобранной после "свежих" выпадений (до 4 мес.), необходима радиохимическая очистка стронция от бария. В раствор, полученный после растворения карбонатов (п.9), вносят 1 см<sup>3</sup> хлористого бария (30 мг в расчете на Ва), раствор нейтрализуют аммиаком до pH-4,0-5,0 и добавляют 50 см<sup>3</sup> буферной смеси (10 см<sup>3</sup> 6н уксусной кислоты + 40 см<sup>3</sup> 3н карбоната аммония). К раствору добавляют 2 см<sup>3</sup> 3н раствора хромата натрия и нагревают в течение 20-30 мин до коагуляции осадка (потирая стеклянной палочкой по стенкам стакана). К раствору с осадком хромата бария снова прибавляют 1 см<sup>3</sup> хлорида бария, нагревают в течение 20-30 минут. Пробу охлаждают, выпавший осадок отфильтровывают, промывают 3 раза дистиллированной водой по 10 см<sup>3</sup> и отбрасывают. Раствор подкисляют и продолжают анализ с п.7.

2. При необходимости быстрого получения результатов выделение иттрия-90 можно проводить через 3-5 суток, не дожидаясь наступления равновесия стронция-90 и иттрия-90. При расчете содержания стронция-90 следует вносить поправку – коэффициент ( $f_1$ ), учитывающий накопление иттрия-90

3. См. лабораторную работу 6.

**Материалы и оборудование:** пробы почвы, мельница, сито с диаметром отверстий 2 мм, радиометр КРВП-3Б, пламенный фотометр любой марки или атомно-абсорбционный спектрометр с пламенной ионизацией, весы лабораторные аналитические и технические, шкаф сушильный, печь муфельная с терморегулятором до 1000°C. плитка электрическая, лампа зеркальная ЗМ-8, 220x500 для сушки проб, центрифуга, эксикатор, посуда мерная лабораторная, стеклянная: центрифужные пробирки на 10 см<sup>3</sup>, пипетки – 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>, колбы мерные – 50, 100, 500, 1000 и 2000 см<sup>3</sup>, посуда стеклянная термостойкая: стаканы вместительностью 50, 100, 150, 200 и 500 см<sup>3</sup>, колбы конические вместительностью 500 см<sup>3</sup>, воронки диаметром 5, 10 и 15 см, чашки фарфоровые, фильтры бумажные беззольные: белая лента, синяя лента 10 и 15 см, бумага фильтровальная лабораторная, бумага индикаторная универсальная, стеклянные палочки.

### **Реактивы:**

1. Соляная кислота, концентрированная плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>; 1 н. и 6 н. раствор соляной кислоты (приготовление: 83,3 и 500 см<sup>3</sup> концентрированной кислоты соответственно разбавляют дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup>).

2. Азотная кислота, концентрированная плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>; 1 н. раствор (приготовление: 67,2 см<sup>3</sup> концентрированной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 1000 см<sup>3</sup>).

3. Уксусная кислота.

4. Щавелевая кислота (насыщенный раствор).

5. Аммиак водный.

6. Аммиак безугольный. Способ приготовления: 50 г Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> растворяют в 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды с добавлением 20% NaOH до полного выпадения осадка Ca(OH)<sub>2</sub>. Осадок оставляют на 24 часа. Затем осадок отфильтровывают, промывают 3-4 раза аммиачной водой 1:10. Осадок переносят в стакан, разбавляют водой до 600 см<sup>3</sup>. Взбалтывают 3-4 раза в течение дня и оставляют отстаиваться. 200 см<sup>3</sup> осветленного раствора приливают к 800 см<sup>3</sup> концентрированного аммиака и оставляют на 4 суток. Через 4 суток безугольный аммиак готов к употреблению.

7. Карбонат аммония – насыщенный раствор

8. Хлорид бария.

9. Хлорид железа 6-ти водный.

10. Хлорид иттрия 6-ти водный или нитрат иттрия.

11. Индикаторная бумага универсальная.

12. Хромат натрия, 3 н водный раствор.

13. Спирт этиловый, ректифицированный

14. Хлорид стронция 6-водный или нитрат стронция.

15. Ацетат аммония, 3 н. водный раствор

16. Нитрат кальция, 4-х водный.

17. Натрий гидроксид.

18. Карбонат натрия безводный.

## **Задание 1. Выделение и концентрирование стронция-90**

### **Выполнение работы:**

1. Четыре навески прокаленной почвы (50-100 г) помещают в термостойкие стаканы емкостью 500 см<sup>3</sup>, которые предварительно нумеруются, в 1 и 2 стаканы вносят носитель стронция (200 мг в расчете на металл). Почву заливают 100-200 см<sup>3</sup> раствором 6н. HCl, кипятят в течение часа при периодическом помешивании стеклянной палочкой на песчаной бане или на асбесте;

2. Отстоявшиеся растворы декантируют в конические колбы емкостью 500 см<sup>3</sup>;

3. К оставшимся частям проб вновь приливают 50-100 см<sup>3</sup> раствора 6 н. HCl и кипятят 20 минут;

4. Растворам дают отстояться, декантируют в конические колбы с первым декантатом, нерастворившиеся остатки почвы промывают 2-3 раза горячей дистиллированной водой (по 15-20 см<sup>3</sup>), подкисленной 2-3 каплями 6 н. HCl. Промывные воды декантируют, объединяют с основными растворами, остатки почвы отбрасывают. Объем декантантов должен составлять примерно 250-300 см<sup>3</sup>.

Растворы в стаканах №1 и 2 используются для определения содержания стронция-90.

В стаканах № 3 и 4 мерным цилиндром определяют объемы растворов. Они в дальнейшем будут использованы для количественного определения стабильного стронция в почве на пламенном фотометре (лабораторная работа 6, задание 2).

5. К полученному раствору прибавляют концентрированный аммиак до pH =8, при этом осаждаются гидроксиды железа, алюминия, иттрия, марганца, и соосаждаются свинец, уран и другие радионуклиды. pH среды контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги. Осадку дают скоагулироваться в течение 5-10 минут;

6. Гидроксиды из горячего раствора фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» (фильтр «белая лента» – бумага средней проницаемости с диаметром пор 3 нм).

Осадок на фильтре и коническую колбу промывают по 2-3 раза горячей дистиллированной водой без  $\text{CO}_2$  с добавлением 2-3 капель аммиака. Если раствор после осаждения окрашен в розоватый цвет, то добавляют несколько капель  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Фильтр с осадком отбрасывают;

7. К полученному фильтрату осторожно прибавляют 15-20 г карбоната аммония и нагревают до тех пор, пока раствор над осадком карбонатов не станет прозрачным, затем прибавляют 3-5  $\text{см}^3$  насыщенного раствора карбоната аммония для проверки полноты осаждения. Если не наблюдается помутнения раствора, то осаждение карбонатов проведено полностью. (При отсутствии карбоната аммония применяют для осаждения карбонат натрия безводный);

8. Осветленную часть раствора декантируют, а оставшийся раствор с осадком карбонатов фильтруют через бумажный фильтр «белая лента». Колбу и фильтр промывают 2-3 раза дистиллированной водой;

9. Осадок карбонатов на фильтре растворяют минимальным объемом 6 н.  $\text{HCl}$ . Оставшийся осадок на стенках колбы также растворяют 6 н.  $\text{HCl}$  и объединяют с основным раствором. Колбу и фильтр промывают по 2-3 раза горячей подкисленной водой. Общий объем раствора должен быть 50-60  $\text{см}^3$ ;

10. В этот раствор вносят 1  $\text{см}^3$  раствора  $\text{FeCl}_3$  (10 мг в пересчете на железо) и кипятят 10-15 мин для удаления  $\text{CO}_2$ , добавить небольшими порциями аммиак без  $\text{CO}_2$  до образования гидроксидов железа и иттрия, контролируя реакцию раствора с помощью индикаторной бумаги ( $\text{pH} = 8$ );

11. Осадок гидроксидов фильтруют через бумажный фильтр "белая лента", промывают 2-3 раза дистиллированной горячей водой без  $\text{CO}_2$ , содержащей несколько капель аммиака. **Время отделения гидроксидов фиксируют.** Осадок отбрасывают;

12. Фильтрат подкисляют 2  $\text{см}^3$  6 н.  $\text{HCl}$ , вносят носитель иттрия (15 мг в расчете на металл) и оставляют для накопления иттрия-90.

## **Задание 2. Выделение иттрия-90 и определение активности стронция-90 (по иттрию-90)**

### **Выполнение работы:**

1. Через 14 суток раствор кипятят 15-20 мин для удаления  $\text{CO}_2$  и осаждают гидроксид иттрия безугольным аммиаком при  $\text{pH} = 8$  по индикаторной бумаге (см. примечание п.2). Перед кипячением раствор переносят в химический стакан для предотвращения его потерь из колбы при вскипании;

2. Горячий раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр "белая лента", осадок промывают 2-3 раза в горячей воде с добавлением нескольких капель аммиака. **Время отделения иттрия от стронция записывают.** Фильтрат оставляют для определения химического выхода стронция (лабораторная работа 6, задание 2);

3. Осадок на фильтре растворяют в минимальном объеме 6 н.  $\text{HCl}$ . Фильтр промывают подкисленной дистиллированной водой и вносят раствор хлорида или нитрата стронция—5-10 мг в расчете на металл;

4. Повторяют осаждение гидроксида иттрия аммиаком без  $\text{CO}_2$ ;

5. Раствор с осадком фильтруют через бумажный фильтр "белая лента" (или центрифугируют), осадок промывают 2 раза дистиллированной водой без  $\text{CO}_2$  с добавлением 2-3 капель аммиака, раствор отбрасывают (см. примечание 5);

6. Осадок в пробирке растворяют минимальным объемом 1н.  $\text{HCl}$ , добавляя кислоту по каплям до полного растворения осадка;

7. К полученному раствору (1-1,5  $\text{см}^3$ ) добавляют насыщенный раствор щавелевой кислоты до объема 8-10  $\text{см}^3$  и ставят на водяную баню для коагуляции осадка оксалата иттрия (10 мин);

8. Содержание пробирки фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента" (или центрифугируют), осадок промывают дважды горячей дистиллированной водой и 1 раз этиловым спиртом (4-5 см<sup>3</sup>);

9. Осадок оксалата иттрия переносят этиловым спиртом на предварительно взвешенную алюминиевую подложку (d=2 см), сушат под зеркальной лампой до постоянного веса (t=50°C);

10. Осадок с подложкой взвешивают для определения химического выхода иттрия (лабораторная работа 6);

11. Подложку с осадком радиометрируют на радиометре КРВП-3Б (лабораторная работа 5).