

## Лабораторная работа 9. ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СТРОНЦИЯ-90 В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И КОРМАХ ОКСАЛАТНЫМ МЕТОДОМ

**Краткие теоретические сведения.** Метод основан на совместном осаждении оксалатов стронция с равновесным иттрием-90, кальцием и редкоземельными элементами. Дальнейшую очистку иттрия-90 проводят двукратным осаждением его гидроксида и двойных сульфатов редкоземельных элементов. Метод применим для проб, загрязненных радиоактивными изотопами «возрастом» более одного года.

**Материалы, реактивы, аппаратура:** (см. лабораторную работу 4).

### Выполнение работы:

1. Навеску золы исследуемой пробы 20–30 г помещают в термостойкий стакан емкостью 300–400 см<sup>3</sup>, смачивают водой и вносят по 1 см<sup>3</sup> носители стронция, иттрия, цезия и церия (в случае определения свинца вносят 1 см<sup>3</sup> его титрованного раствора, в противном случае используют сумму удерживающих носителей на более поздних стадиях анализа).

2. Приливают концентрированную соляную кислоту из расчета 2–3 мл на 1 г золы и упаривают содержимое стаканов досуха на плитке или газовой горелке. После охлаждения стаканов эту операцию повторяют.

3. К сухому остатку приливают 150–200 см<sup>3</sup> 2 н. соляной кислоты и кипятят в течение 20–30 мин. Горячий раствор фильтруют через складчатый фильтр «синяя лента» или через воронку Бюхнера. Фильтр с осадком переносят в стакан, заливают 100–150 см<sup>3</sup> 2 н. HCl, вновь кипятят 20–30 мин.

4. Раствор отфильтровывают, осадок на фильтре промывают горячей водой, фильтраты объединяют.

5. Осаждают оксалаты, стронция, кальция, иттрия и других редкоземельных элементов щавелевой кислотой, добавляя ее в фильтраты из расчета 15 г на 30 г золы. Осаждение ведут из горячего раствора нейтрализацией его 25%-ным раствором аммиака до pH 1–2 (по универсальной индикаторной бумаге).

6. После отстаивания осадка в течение 10–15 минут теплый раствор отфильтровывают, промывают несколько раз 1–2 %-ным раствором щавелевой кислоты и один раз 30 см<sup>3</sup> этилового спирта. Фильтрат закисляют концентрированной соляной кислотой из расчета 10 см<sup>3</sup> кислоты на 100 см<sup>3</sup> раствора и сохраняют для определения цезия-137.

7. Фильтр с осадком оксалатов подсушивают, сжигают и прокаливают в тигле в муфельной печи при температуре 500–600 °С в течение 1–2 часов.

8. Полученные при прокаливании карбонаты растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup> 2 н. HCl. Если осадок растворяется не полностью, то добавляют 1 см<sup>3</sup> пероксида водорода.

9. Раствор кипятят 10–15 минут для удаления углекислого газа (CO<sub>2</sub>), разбавляют до 200–250 см<sup>3</sup> дистиллированной водой (без CO<sub>2</sub>) и фильтруют через фильтр «белая лента».

10. Затем из него безугольным аммиаком осаждают гидроксид иттрия при pH=8. После отстаивания осадка его отфильтровывают (или центрифугируют), промывают 2–3 раза горячей дистиллированной водой без CO<sub>2</sub>, подщелоченной несколькими каплями аммиака, записывают время отделения иттрия-90 от стронция. Операции осаждения оксалатов и разделения стронция-90 от иттрия-90 проводят в течение одного дня.

11. Осадок гидроксида охлаждают до комнатной температуры, насыщают растертым в ступке сульфатом калия до помутнения раствора и, после отстаивания в течение 1–2 часов, выпавший осадок сульфата церия отфильтровывают и промывают 5–10 см<sup>3</sup> насыщенного раствора сульфата калия в 0,5 н HCl.

12. В фильтрате определяют иттрий, разбавляя водой до 100–150 см<sup>3</sup>, кипятят 20 минут и осаждают безугольным аммиаком гидроксид иттрия.

13. После отстаивания осадка основную часть раствора отделяют декантацией. Отстоявшийся осадок отфильтровывают (центрифугируют), промывают 2 раза по 10 см<sup>3</sup>

горячей дистиллированной водой без  $\text{CO}_2$ . Гидроксид иттрия растворяют при нагревании в  $10 \text{ см}^3$  горячей  $1 \text{ н HCl}$ .

14. Раствор разбавляют до  $20 \text{ см}^3$  водой и осаждают оксалат иттрия добавлением равного объема насыщенного раствора щавелевой кислоты.

15. После получасового выдерживания на водяной бане и последующего охлаждения до  $30\text{-}40^\circ\text{C}$  осадок отделяют, промывают водой, спиртом и прокачивают при температуре  $800\text{-}900^\circ\text{C}$  до получения  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Окись иттрия наносят на стандартную подложку, взвешивают и вычисляют химический выход ( $X.B.$ ):

$$X.B. = \frac{m_2 - m_1}{M} ,$$

где  $m_1$  – масса подложки без осадка, мг;

$m_2$  – масса подложки с осадком, мг;

$M$  – масса введенного в пробу носителя, мг.

16. Осадок на подложке смачивают спиртом, равномерно распределяют, подсушивают и определяют активность стронция-90 по дочернему изотопу иттрия-90. Скорость счета осадка измеряют в течение трех дней с интервалом в 24 часа, а затем для контроля радиохимической чистоты еще раз через 14 дней (останется 2% иттрия-90).