РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



$^{(19)} RU^{(11)}$

2215798⁽¹³⁾ C1

(51) MПК ⁷ C22B3/44, C22B61/00, C02F1/58, G21F9/12

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: по данным на 27.09.2016 - прекратил действие Пошлина: учтена за 7 год с 07.05.2008 по 06.05.2009

(21), (22) Заявка: 2002112200/02, 06.05.2002

(24) Дата начала отсчета срока действия патента: 06.05.2002

(45) Опубликовано: 10.11.2003

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: ВДОВЕНКО В.М. и др. Аналитическая химия радия. - Л.: Наука, 1973, с.160-161 RU 2101234 C1, 10.01.1998. RU 2102803 C1, 20.01.1998. RU 2146403 C1, 10.03.2000. RU 94039884 A, 20.09.1996. US 4595528 A, 17.06.1986. WO 96/12680 A1, 02.05.1996. GB 2004857 A, 11.04.1977.

Адрес для переписки:

167982, г.Сыктывкар, ул. Коммунистическая, 24, Коми научный центр УРО РАН, патентнолицензионный отдел

(71) Заявитель(и):

Институт биологии Коми научного центра Уральского отделения РАН

(72) Автор(ы):

Шуктомова И.И., Марченко О.А., Рачкова Н.Г.

(73) Патентообладатель(и):
Институт биологии Коми научного центра
Уральского отделения РАН

(54) СПОСОБ КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ РАДИОНУКЛИДОВ РАДИЯ ИЗ ВОДЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии радиоактивных элементов, а именно к способам концентрирования радионуклидов с одновременным выделением их. Метод может быть использован для выделения радионуклидов из больших объемов воды в природных условиях. Технический результат состоит в разработке метода концентрирования радионуклидов радия-226 и радия-228 в виде хроматов и выделения их с последующим переводом в растворимое состояние. Способ концентрирования радионуклидов заключается в том, что из большого объема воды, содержащего радий-226 и радий-228, соосаждают хроматы бария и радия в результате добавления насыщенных растворов ВаCl_2 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ и CH_3COONa . Осадок хроматов радия и бария фильтруют, промывают, высушивают, прокаливают. К полученному осадку добавляют безводные Na_2CO_3 и сплавляют в муфельной печи до однородного состава. Для перевода радионуклидов в раствор сплав выщелачивают, фильтруют, промывают. Промытый осадок растворяют в горячей 5%-ной HCl, в результате чего радий-226 и радий-228 переходят в раствор. 1 табл.

1 of 3 30.09.2016 11:23

Изобретение относится к аналитической химии радиоактивных элементов, а именно к способам концентрирования радионуклидов с одновременным выделением их из природных вод. Способ может быть использован для выделения радия-226 и радия-228 из больших объемов воды в природных условиях.

Известен способ выделения радия из воды [В.М. Вдовенко, Ю.В. Дубасов. Аналитическая химия радия. - Л.: Издательство "Наука" Ленингр. отд., 1973 - С.160-161]. Метод сводится к измерению альфа-активности радия, соосажденного с сульфатом. Из воды радий концентрируют с соосаждением со смесью двух носителей - сульфатов бария и свинца. Свинец и барий добавляют к щелочному раствору, содержащему лимонную кислоту, которая предотвращает образование осадка даже в присутствии сульфа-ионов, часто встречающихся в различных водах. Количественное осаждение радия с носителями производят серной кислотой. Для очистки радия от альфа-излучающих природных изотопов проводят переосаждение сульфата бария из раствора ЭДТА. Из раствора ЭДТА сульфат бария переосаждают добавлением уксусной кислоты, в результате чего осадок почти не захватывает урана, тория и свинца.

Известен способ количественного осаждения радия с карбонатом кальция [В. М. Вдовенко, Ю. В. Дубасов. Аналитическая химия радия. - Л.: Издательство "Наука" Ленингр. отд., 1973. - С.160-161]. Анализируемую воду подкисляют для разрушения гидрокарбонатов, которые могут способствовать частичному растворению радия. В пробу добавляют насыщенный раствор хлористого кальция и производят осаждение карбоната кальция путем добавления соды. Для улучшения коагуляции осадка в раствор добавляют 0,2 г активированного угля. Осадок отфильтровывают через 3 часа с последующим растворением и определением радия эманационным методом.

Наиболее близким к заявленному является способ определения радия-226 в природных водах, который включает концентрирование радия-226 путем соосаждения радия-226 с сульфатом бария при нагревании [В.М.Вдовенко, Ю.В.Дубасов. Аналитическая химия радия. - Л.: Издательство "Наука" Ленингр. отд., 1973. - С. 160-161]. Способ заключается в предварительном упаривании исходного подкисленного раствора до 300-400 мл, осаждении радия-226 с сульфатом бария путем добавления к горячему раствору 0,1 г хлористого бария и серной кислоты (1: 5) с последующим кипячением и выдерживанием в нагретом состоянии в течение 3 ч. Затем раствор с осадком оставляют еще на ночь. Далее осадок отфильтровывают, промывают, прокаливают и сплавляют с 6-7-кратным количеством карбоната натрия (сода). Полученный сплав растворяют и радий-226 определяют эманационным методом.

Однако этот способ имеет ряд недостатков. Метод позволяет концентрировать только радий-226 и химический выход его составляет около 83%, требует много времени для проведения анализа, т.к. включает предварительное упаривание исходного раствора. Все стадии метода могут проводиться только в лабораторных условиях, а транспортировка значительных объемов воды в лабораторию часто затруднительна.

Задачей настоящего изобретения является разработка достаточно быстрого метода концентрирования радия-226 и радия-228 из больших объемов воды с возможностью проведения основных стадий метода в природных условиях с одновременным выделением радионуклидов и с последующим переводом их в растворимое состояние.

Техническим результатом настоящего изобретения является увеличение выхода радионуклидов.

Технический результат достигается способом концентрирования радионуклидов радия из воды, включающим соосаждение радионуклидов в присутствии хлористого бария, фильтрование, промывку, прокаливание осадка и сплавление его с карбонатом натрия, отличающимся тем, что соосаждение радионуклидов осуществляют в виде хроматов путем последовательного добавления к 8-10 л воды насыщенных растворов хлористого бария в количестве 2 мл, бихромата калия в количестве 20 мл и уксуснокислого натрия в количестве 30 мл, а сплавление осадка проводят с 4 г карбоната натрия с добавлением 2 г карбоната калия.

В основу способа положена реакция одновременного осаждения радия с хроматом бария (BaCrO₄): $BaCl_2 + K_2Cr_2O_7 + H_2O$ --> $BaCrO_4 + H_2CrO_4 + 2KCl$. Хроматы радия (RaCrO₄), имеющие меньшую растворимость, чем $BaCrO_4$, соосаждаются при добавлении первых порций соосадителя.

Способ осуществляется следующим образом. В большой объем воды (8-10 л) последовательно добавляют насыщенные растворы хлористого бария (BaCl₂) в количестве 2 мл, бихромата калия ($K_2Cr_2O_7$) в количестве 20 мл и уксусно-кислого натрия (CH_3COONa) в количестве 30 мл. Последний - для уменьшения растворимости хроматов радия. Раствор выдерживают в течение 10-12 час. Образовавшийся осадок хроматов радия и бария фильтруют, промывают, высушивают и прокаливают. К полученному осадку добавляют карбонат натрия (Na_2CO_3) в количестве 4 г, карбонат калия (K_2CO_3) в количестве 2 г и сплавляют. Для дальнейшего перевода радия-226 и

2 of 3 30.09.2016 11:23

радия-228 в раствор сплав выщелачивают, фильтруют, промывают. Промытый осадок растворяют в горячей 5%-ной HCl, в результате радий-226 и радий-228 переходят в раствор.

Пример. В емкость 8-10 л (пластмассовое ведро) с водой, содержащей радионуклиды (радий-226 и радий-228), при интенсивном перемешивании последовательно добавляют 2 мл насыщенного раствора $BaCl_2$, 20 мл насыщенного раствора $K_2Cr_2O_7$ и 30 мл насыщенного раствора CH_3COONa . После выдерживания в течение 10-12 часов осадок хроматов радия и бария фильтруют через фильтр "синяя лента" диаметром 15 см. Первые порции раствора перефильтровывают. Осадок на фильтре промывают 3 раза дистиллированной водой. Пластмассовое ведро, в котором проводили осаждение, протирают фильтровальной бумагой, которую присоединяют к осадку хроматов. Осадок высушивают на воздухе, укладывают в кальку и доставляют в лабораторию. Затем осадок вместе с фильтровальной бумагой помещают в платиновый тигель и прокаливают в муфельной печи при температуре 800°C в течение 1 ч. Прокаленный осадок растирают в ступке стеклянным пестиком, добавляют 4 г безводного Na₂CO₃ и 2 г К₂CO₃ и сплавляют в муфельной печи до однородного состава при этой же температуре. Осадок из тигля выщелачивают горячей дистиллированной водой, фильтруют через фильтр "синяя лента" диаметром 12,5 см, 3 раза промывают горячим раствором 5%-ного Na₂CO₃, затем дистиллированной водой. Промытый осадок растворяют на фильтре горячей 5%-ной HCI, в результате радий-226 и радий-228 переходят в раствор. Анализ проб с известным содержанием радионуклидов показал, что химический выход при уровне доверительной вероятности (Р) 95% составляет 93.86 + 6.48% (таблица).

Метод удобен для проведения концентрирования радионуклидов в виде хроматов с одновременным выделением их из больших объемов воды вне лаборатории (полевые условия, экспедиции, контрольные заборы проб...). Дальнейшие операции по переводу хроматов в растворимое состояние и аналитические определения радия-226 и радия-228 (И.Е. Старик. Основы радиохимии. Л., 1969. - 247 с.; Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды. М., 1980. -336 с.) проводятся в лабораторных условиях.

Формула изобретения

Способ концентрирования радионуклидов из воды, включающий соосаждение радионуклидов в присутствии хлористого бария, фильтрование, промывку, прокаливание осадка и сплавление его с карбонатом натрия, отличающийся тем, что осаждение радионуклидов в виде хроматов осуществляют последовательным добавлением в 8-10 л воды насыщенных растворов хлористого бария (BaCl₂) в количестве 2 мл, бихромата калия ($K_2Cr_2O_7$) в количестве 20 мл и уксусно-кислого натрия (CH₃COONa) в количестве 30 мл, сплавление полученного осадка проводят с 4 г карбоната натрия (Na₂CO₃) и 2 г карбоната калия (K_2CO_3).

РИСУНКИ

Рисунок 1

MM4A Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: 07.05.2009

Дата публикации: **10.12.2011**

3 of 3 30.09.2016 11:23