



(51) МПК

B01J 20/06 (2006.01)

B01J 20/286 (2006.01)

B01J 20/32 (2006.01)

G01T 1/36 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

B01J 20/06 (2022.05); B01J 20/286 (2022.05); B01J 20/32 (2022.05); G01T 1/36 (2022.05)

(21)(22) Заявка: 2021111843, 26.04.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.04.2021Дата регистрации:
29.09.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.04.2021

(45) Опубликовано: 29.09.2022 Бюл. № 28

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ФГАУ
ВО "Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.
Ельцина", Центр интеллектуальной
собственности, Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Титова Светлана Михайловна (RU),
Семенов Владимир Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: Кучумова Ю. В. и др.

"ХАРАКТЕРИСТИКИ СЕЛЕКТИВНОГО
ВЫДЕЛЕНИЯ РАДИЯ-224 ИЗ РАСТВОРА
ТОРИЯ С ТРИЛОНОМ Б", 2018, V
Международная молодежная научная
конференция, посвященная памяти Почетного
профессора УрФУ В.С. Кортова. Физика.
Технологии. Инновации. ФТИ 2018, С. 115-116.
RU 2736600 C1, 19.11.2020. US 9058908 B2,
16.06.2015. Асланян И. Р. и др. (см. прод.)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКОСЛОЙНОГО СОРБЕНТА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА
МАРГАНЦА ДЛЯ АЛЬФА-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПОВ РАДИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения
тонкослойного сорбента на основе диоксида
марганца для альфа-спектрометрического
определения альфа-излучающих изотопов радия
Ra-223, включающему выдержку пленки в кислом
растворе перманганата калия, сушку,

характеризующемуся тем, что перед выдержкой
проводят обработку пленки в растворе
гидроксида натрия с концентрацией 0,5-2 моль/
дм³, а в качестве материала пленки используют
полиэтилен. 1 ил., 1 пр.

(56) (продолжение):

"ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ФАКТОРОВ, СУЩЕСТВЕННО ВЛИЯЮЩИХ НА
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МОДЕЛЬНЫХ КОМПОЗИЦИЙ", Труды ВИАМ, 2018,
№. 12 (72), С. 3-13. интернет-источник https://ru.wikipedia.org/wiki/Изотопы_радия, опубликованный в Wayback
Internet Archive Machine 18.06.2013.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

B01J 20/06 (2006.01)*B01J 20/286* (2006.01)*B01J 20/32* (2006.01)*G01T 1/36* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

B01J 20/06 (2022.05); *B01J 20/286* (2022.05); *B01J 20/32* (2022.05); *G01T 1/36* (2022.05)(21)(22) Application: **2021111843, 26.04.2021**(24) Effective date for property rights:
26.04.2021Registration date:
29.09.2022

Priority:

(22) Date of filing: **26.04.2021**(45) Date of publication: **29.09.2022** Bull. № 28

Mail address:

**620002, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, FGAU VO
"Uralskij federalnyj universitet imeni pervogo
Prezidenta Rossii B.N. Eltsina", Tsentr
intelektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Titova Svetlana Mikhailovna (RU),
Semenishchev Vladimir Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal State Autonomous Educational
Institution of Higher Education Ural Federal
University named after the first President of
Russia B.N.Yeltsin (RU)**

(54) **METHOD FOR PRODUCTION OF THIN-LAYER SORBENT BASED ON MANGANESE DIOXIDE FOR ALPHA-SPECTROMETRIC DETECTION OF RADIUM ISOTOPES**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a method for the production of a thin-layer sorbent based on manganese dioxide for alpha-spectrometric detection of alpha-radiating radium isotopes Ra-223, including exposure of film in an acidic solution of potassium permanganate, drying, characterized in that, before exposure, film is

treated in a solution of sodium hydroxide at a concentration of 0.5-2 mol/dm³, and polyethylene is used as film material.

EFFECT: obtaining a thin-layer sorbent for alpha-spectrometric detection of radium isotopes.

1 cl, 1 dwg, 1 ex

Изобретение относится к области радиохимического анализа и может найти применения для анализа альфа-излучающих изотопов радия в пробах природных и техногенных вод.

5 Существующая радиоаналитическая практика предполагает использование для определения радиоизотопов радия (Ra) в природных и техногенных водах методов альфа-спектрометрии и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. На начальном этапе применения данных методов они были достаточно громоздкими, т.к. требовали исключительной очистки Ra от коллектора бария (Ba) на котором радий выделяли на первом этапе концентрирования. Даже несколько мг Ba мешали ионизации
10 Ra из нагретого материала (в случае масс-спектрометрии) или уменьшали выход катодного осадка в случае применения альфа-спектрометрии.

В качестве альтернативного метода, исключаяющего сложные и долгие операции отчистки Ra от Ba, была предложена простая и быстрая процедура, основанная на прямой селективной адсорбции Ra на тонкослойном сорбенте, представляющем из себя
15 пленку из полиамида, покрытую диоксидом марганца (MnO_2), непосредственно из объекта анализа - природных и техногенных вод (Eikenberga, J. Determination of ^{228}Ra , ^{226}Ra and ^{224}Ra in natural water via adsorption on MnO_2 -coated discs / J. Eikenberg, A. Tricca, G. Vezzu, S. Bajo, M. Ruethi, H. Surbeck // Journal of Environmental Radioactivity. – 2001. –
20 №54. – Р. 109-131). Использование метода позволило проводить альфа-спектрометрическое определение Ra в одну операцию. Из полиамидной пленки вырезался диск, требуемых размеров для загрузочного узла альфа-спектрометра. Диск из полиамида обрабатывался раствором азотной кислоты, промывался деионизованной водой и замачивался в 2% растворе калия марганцевокислого ($KMnO_4$) при 60°C в
25 течение 2 часов. После сушки получался тонкослойный сорбент в виде диска из полиамида с пленкой MnO_2 на поверхности. Для проведения анализа тонкослойный сорбент приводился в контакт с анализируемой средой в течение нескольких часов. После выдержки тонкослойный сорбент помещался в альфа-спектрометр, на котором осуществлялось измерение альфа-спектра.

30 Недостатком данного способа является то, что в качестве пленки (основы) для нанесения MnO_2 используется полиамид, который сам, за счет образования аминных групп на поверхности полимера после обработки, может адсорбировать щелочноземельные и цветные металлы из объектов анализа. Это является причиной
35 малой удельной концентрации Ra на поверхности тонкослойного сорбента, при проведении анализа из многокомпонентных водных объектов.

Наиболее близким по совокупности существенных признаков к заявляемому изобретению является способ получения тонкослойного сорбента на основе диоксида марганца для альфа-спектрометрического определения изотопов радия, включающий
40 выдержку пленки из триацетатцеллюлозы (ТАЦ) в кислом растворе $KMnO_4$ в течении 3-5 суток и сушку на воздухе при комнатной температуре (Бетенеков, Н.Д. Радионуклидная диагностика процесса сорбции с использованием подсемейства ^{224}Ra и α -спектрометрии/ Н.Д. Бетенеков// Радиохимия. – 2018. – Т.60, №5. – С. 472-476). При использовании ТАЦ, за счет его более инертной к адсорбции поверхности, удалось
45 значительно уменьшить попутное извлечение щелочноземельных и цветных металлов, что привело к получению образцов с высоким удельным содержанием радия, а значит повысило точность анализа. Вместе с тем, недостатком способа является то, что ТАЦ имеет пористую поверхность, что приводит к формированию достаточно толстого

слоя MnO_2 на поверхности (от 150 до 900 мкг/см^2). При адсорбции, изотопы радия диффундируют в глубь слоя MnO_2 , что при дальнейшем альфа-спектрометрическом определении приводит к получению образца с худшим энергетическим разрешением альфа-спектра, а значит к дополнительной погрешности при программной обработке пиков на альфа-спектре.

В основу изобретения положена задача, получения тонкослойного сорбента на основе диоксида марганца с более высоким энергетическим разрешением альфа-спектра.

При этом, техническим результатом заявляемого изобретения является уменьшение погрешности определения радия альфа-спектрометрическим методом с использованием тонкослойного сорбента на основе диоксида марганца за счет использования инертного малопористого полимерного материала в качестве основы тонкослойного сорбента.

Заявляемый технический результат достигается тем, что способ получения тонкослойного сорбента на основе диоксида марганца для альфа-спектрометрического определения изотопов радия, согласно изобретению, включает выдержку пленки в кислом растворе KMnO_4 , сушку, отличающийся тем, что перед выдержкой проводят обработку пленки в растворе гидроксида натрия $0,5\text{--}2\text{ моль/дм}^3$, а в качестве материала основы используют полиэтилен.

Выбор данного материала в качестве материала основы для получения тонкослойного сорбента на основе диоксида марганца для альфа-спектрометрического определения изотопов радия обусловлен его высокой адсорбционной инертностью к элементам, присутствующим в объектах анализа, а так же приемлемыми поверхностными характеристиками для получения необходимой концентрации MnO_2 на их поверхности, что позволит получать альфа-спектры с высокими энергетическими характеристиками и разрешением. Предварительная обработка пленки щелочью позволяет за счет образования поверхностных дефектов обеспечить большую удельную поверхностную концентрацию MnO_2 . Концентрация щелочи выбрана в соответствии с общелабораторной практикой для уменьшения химической деструкции пленки при большей 2 моль/дм^3 концентрации щелочи и для эффективности обработки, при меньшей $0,5\text{ моль/дм}^3$ концентрации щелочи. Осуществление заявляемого способа подтверждается следующими примерами.

Сущность изобретения поясняется фигурами, на которых изображено:

- фиг. 1 - таблица, параметры адсорбции радия-223 тонкослойными сорбентами на основе диоксида марганца из дистиллированной воды и $0,5\text{ моль/дм}^3$ раствора NaCl , рН 6–7. Время сорбции – 3 суток.

Осуществление заявляемого способа подтверждается следующими примерами.

Пример 1. Пленки из различных исследуемых материалов: ПЭ, ТАЦ, делили на части.

Часть пленок из ПЭ предварительно обрабатывали раствором гидроксида натрия с концентрацией $0,1, 1, 5\text{ моль/дм}^3$ в течение 5 минут при комнатной температуре. Обработанные и необработанные пленки из ПЭ, а также пленки из ТАЦ привели в контакт с кислым раствором KMnO_4 в течение 5 суток. Подготовленные таким образом тонкослойные сорбенты на основе диоксида марганца высушили и разрезали на диски. Часть дисков использовали для определения концентрации MnO_2 на их поверхности.

Часть дисков привели в контакт с определенным объемом модельного раствора, содержащего известное количество радия-223, в течение 3 суток. В качестве модельных растворов брали дистиллированную воду и раствор хлорида натрия с концентрацией

0,5 моль/дм³. По истечении 3 суток у дисков сняли альфа-спектры и рассчитали степень адсорбции радия-223, а также характеристики спектров (ШППВ – ширина пика на половине высоты) влияющие погрешность измерения. Чем больше ШППВ, тем выше относительная погрешность измерения.

Из примера 1 видно, что в бессолевым растворе, степень адсорбции радия на диски достаточно близки, но при этом спектры радия на диске MnO₂-ТАЦ характеризуются худшим энергетическим разрешением. В случае растворов, содержащих повышенное количество солей, происходит подавление адсорбции радия, зависящее от содержания слоя диоксида марганца на диске. При этом диски MnO₂-ТАЦ и MnO₂-ПЭ (Щ 1) обеспечивают более высокие степени извлечения радия, чем MnO₂-ПЭ (Щ 0,1) и MnO₂-ПЭ (Щ 5), однако диск MnO₂-ТАЦ опять обеспечивает худшее качество альфа-спектра с точки зрения энергетического разрешения. Таким образом, использование полиэтилена, предварительно обработанного раствором гидроксида натрия, в качестве основы для тонкослойных сорбентов, обеспечивает сочетание повышенной селективности, емкости по отношению к радю и хорошее качество получаемого альфа-спектра.

(57) Формула изобретения

Способ получения тонкослойного сорбента на основе диоксида марганца для альфа-спектрометрического определения альфа-излучающих изотопов радия Ra-223, включающий выдержку пленки в кислом растворе перманганата калия, сушку, отличающийся тем, что перед выдержкой проводят обработку пленки в растворе гидроксида натрия с концентрацией 0,5-2 моль/дм³, а в качестве материала пленки используют полиэтилен.

Сорбент	Содержание MnO ₂ на поверхности носителя, мг/см ²	Бессолевой раствор		0,5 моль/дм ³ NaCl	
		Степень адсорбции S, %	ПППВ, кэВ	Степень адсорбции S, %	ПППВ, кэВ
MnO ₂ -ТАЦ	186,2	80,3	90,4	47,9	78,1
MnO ₂ -ПЭ	12,3	83,2	48,7	26,4	45,8
MnO ₂ -ПЭ (ИЦ 0,1)	24,1	85,0	48,6	28,5	46,6
MnO ₂ -ПЭ (ИЦ 1)	56,1	84,1	50,7	49,2	52,1
MnO ₂ -ПЭ (ИЦ 5)	30,7	80,1	51,4	30,2	50,4

Фиг. 1