



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015138721/15, 11.09.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
11.09.2015

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 11.09.2015

(45) Опубликовано: 10.10.2016 Бюл. № 28

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU2498296 C1, 10.11.2013. RU 1032888 C, 20.09.1996. SU 672987, 07.10.1981. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ФИЗИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ СТРОНЦИЙ-90. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ МУК 4.3.2503-09, 20.06.2009, найдено 26.05.2016 в Интернете на сайте <http://radgig.ru/nd/MUK%204.3.2503-09.pdf>. Комплекс для измерения активности (см. прод.)

Адрес для переписки:

115093, Москва, ул. Люсиновская, 35, корп. 7,
ФГБНУ "ВНИМИ", патентный отд.,
Пряничниковой Н.С.

(72) Автор(ы):

Донская Галина Андреевна (RU),
Дрожжин Виктор Михайлович (RU),
Щербань Сергей Борисович (RU),
Харитонов Дмитрий Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
научное учреждение "Всероссийский научно-
исследовательский институт молочной
промышленности" (ФГБНУ "ВНИМИ") (RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТИ СТРОНЦИЯ-90 В МОЛОКЕ ИЛИ МОЛОЧНОЙ СЫВОРОТКЕ С КОНЦЕНТРАЦИЕЙ РАДИОНУКЛИДА НА УРОВНЕ ПДК И НИЖЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии, а именно анализу молочных продуктов, и может быть использовано для определения удельной активности стронция-90 (Sr-90) в молоке или молочной сыворотке с концентрацией радионуклида на уровне ПДК и ниже. Для этого увеличивают концентрацию Sr-90 (Y-90) за счет осаждения на диоксиде марганца при подкислении молока или молочной сыворотки концентрированной хлористоводородной

кислотой (HCl) до pH 5,2±0,1. Затем отделяют сорбент от молока или молочной сыворотки, сорбент промывают, подсушивают и измеряют в течение 60 мин удельную активность по дочернему элементу Y-90. Измерение проводят на бета-детекторе гамма-, бета-спектрометрического комплекса "Прогресс". Изобретение позволяет определять удельную активность Sr-90 в молоке или молочной сыворотке на уровне ПДК и ниже. 2 табл., 2 пр.

(56) (продолжение):

альфа-, бета- и гамма-излучающих нуклидов спектрометрическим методом, "ПРОГРЕСС", ТУ 4362-001-31867313-95, 21.03.1996, найдено 26.05.2016 в Интернете на сайте kip-guide.ru/docs/32716-06.pdf.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2015138721/15, 11.09.2015**(24) Effective date for property rights:
11.09.2015

Priority:

(22) Date of filing: **11.09.2015**(45) Date of publication: **10.10.2016** Bull. № **28**

Mail address:

115093, Moskva, ul. Ljusinovskaja, 35, korp. 7,
FGBNU "VNIMI", patentnyj otd., Prjanichnikovoj
N.S.

(72) Inventor(s):

**Donskaya Galina Andreevna (RU),
Drozhdzin Viktor Mikhajlovich (RU),
SHCHerban Sergej Borisovich (RU),
KHaritonov Dmitrij Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethoe
nauchnoe uchrezhdenie "Vserossijskij nauchno-
issledovatel'skij institut molochnoj
promyshlennosti" (FGBNU "VNIMI") (RU)**

(54) **METHOD OF DETERMINING SPECIFIC ACTIVITY OF STRONTIUM-90 IN MILK OR MILK WHEY WITH CONCENTRATION OF RADIONUCLIDE AT THE LEVEL OF MPC OR BELOW**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to analytical chemistry and specifically to analysis of milk products, and can be used for determining specific activity of strontium-90 (Sr-90) in milk or milk whey with concentration of radionuclide at the level of MPC or below. For this purpose concentration of Sr-90 (Y-90) is increased due to deposition on manganese dioxide when acidifying milk or milk whey with concentrated hydrochloric acid (HCl) to pH of 5.2 ± 0.1 . Sorbent is

then separated from the milk or milk whey, sorbent is washed, dried and its specific activity is measured for 60 minutes on the parent element Y-90. Measurement is carried out on beta-detector of gamma-, beta-spectrometric complex "Progress".

EFFECT: invention enables to determine specific activity of Sr-90 in milk or milk whey at the level of MPC or below.

1 cl, 2 tbl, 2 ex

Изобретение относится к исследованию и анализу молочных продуктов и может быть использовано для определения малых концентраций радионуклида стронция-90 (Sr-90) в молоке или молочной сыворотке на бета-спектрометрическом комплексе «Прогресс».

5 Наиболее близким к заявленному по технической сущности и совокупности существенных признаков является способ определения в молоке удельной активности радионуклида стронция-90 (Sr-90) по дочернему элементу иттрию-90 (Y-90) путем осаднения содержащихся в молоке ионов Sr-90 и Y-90 аммонийной солью инозитгексафосфорной кислоты и измерения активности стронция-90 (Sr-90) на бета-
10 спектрометре спектрометрического комплекса «Прогресс» (см. патент РФ №2139534). Этот способ позволяет определять стронций-90 (Sr-90) по дочернему элементу иттрию-90 (Y-90) путем осаднения содержащихся в молоке ионов Sr-90 и Y-90 аммонийной солью инозитгексафосфорной кислоты с последующим определением удельной активности сорбента.

15 Для сорбции Sr-90 солью инозитгексафосфорной кислоты (далее ИГФК) необходимо подкислить молоко 6 М HCl до pH $4,4 \pm 0,2$ при температуре $(2 \pm 1)^\circ\text{C}$. После этого подготовленную пробу молока приводят в контакт с солью ИГФК путем встряхивания, последующего отделения, промывки, сушки и определения удельной активности сорбента.

20 По удельной активности сорбента, коэффициенту сорбции его из молока определяют расчетным путем удельную активность Sr-90 в молоке.

Недостатки способа - поддержание низкой температуры на уровне $(2 \pm 1)^\circ\text{C}$ при подкислении молока до pH $4,4 \pm 0,2$; возможность определения в молоке только одного радионуклида Sr-90, отсутствие промышленного производства сорбента.

25 Известен способ определения в молоке и молочной сыворотке удельной активности Sr-90 по дочернему элементу Y-90 и Cs-134 или Cs-137 путем осаднения содержащихся в молоке или сыворотке ионов Sr-90 и Y-90, Cs-134 или Cs-137 на диоксиде марганца, включающий подготовку исходной пробы к анализу путем введения в молоко или сыворотку сорбента, осаднения радионуклидов на сорбенте, отделения сорбента от
30 молока или сыворотки, промывку и подсушивание сорбента, измерение в течение 30 минут удельной активности сорбента по Sr-90 и Cs-134 или Cs-137 на бета- и гамма-спектрометрическом комплексе «Прогресс» без изменения исходной кислотности среды, при нерегулируемой температуре, без применения дополнительных реактивов (см. патент РФ №2498296).

35 Недостаток указанного способа - при измерении удельной активности стронция-90, равновесного с иттрием-90, в молоке или молочной сыворотке с концентрацией радионуклида на уровне ПДК и ниже значение погрешности удельной активности сорбента после контакта с молоком или сывороткой находится на уровне или выше значений ее абсолютной величины, что указывает на необходимость дополнительного
40 концентрирования радионуклида.

Задача изобретения - разработка способа увеличения коэффициента сорбции стронция-90 (Sr-90) из молока или молочной сыворотки для определения удельной активности продуктов на уровне ПДК и ниже за счет увеличения концентрации Sr-90 (Y-90) на сорбенте путем подкисления молока или молочной сыворотки до pH $5,2 \pm 0,1$, с целью
45 перевода нуклидов в диссоциированное состояние, осаднения содержащихся в молоке или молочной сыворотке ионов стронция-90 (Sr-90) и иттрия-90 (Y-90) диоксидом марганца и увеличения времени измерения активности стронция-90 (Sr-90) в сорбенте по дочернему элементу иттрию-90 (Y-90) - на бета-детекторе спектрометрического

комплекса «Прогресс».

Поставленная задача решена за счет разработки способа увеличения коэффициента сорбции Sr-90 из молока или молочной сыворотки, включающего подготовку исходных молочных проб к анализу путем подкисления молока или молочной сыворотки концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH 5,2±0,1, перемешивания в течение определенного времени молока или молочной сыворотки с сорбентом в соотношении не более чем 10:1 и размером частиц сорбента не более 0,5 мм, осаждения радионуклидов на сорбенте, отделения сорбента от молока или молочной сыворотки, промывку и подсушивание сорбента до постоянной массы, измерение удельной активности радионуклидов в сорбенте, отличающегося тем, что молоко или молочную сыворотку предварительно подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH 5,2±0,1 при нерегулируемой температуре и проводят измерение удельной активности в сорбенте в течение 60 мин.

Удельную активность радионуклидов Sr-90 (Y-90) в молоке или молочной сыворотке определяют из уравнения:

$$Q = A_{\text{изм.}} \cdot m_s / M_{\text{пр.}} \cdot K_{\text{Sr-90}}; \text{ где:}$$

Q - удельная активность радионуклидов стронция-90 (иттрия-90) в молоке или молочной сыворотке, Бк/г;

A_{изм.} - удельная активность радионуклидов стронция-90 (иттрия-90) в промытом и подсушенном сорбенте после контакта с молоком или молочной сывороткой, Бк/г;

m_s - масса промытого и подсушенного сорбента после контакта с молоком или молочной сывороткой, г;

M_{пр.} - масса пробы молока или молочной сыворотки, контактирующей с сорбентом, г;

K_{Sr-90} - коэффициент сорбции стронция-90 из молока или молочной сыворотки на сорбенте - диоксиде марганца.

При осуществлении способа достигается технический результат, заключающийся в том, что предварительное подкисление молока или молочной сыворотки концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH 5,2±0,1 при нерегулируемой температуре без применения дополнительных реактивов способствует переходу радионуклидов Sr-90 (Y-90) в диссоциированное состояние и обеспечивает увеличение концентрации Sr-90 (Y-90) на сорбенте - диоксиде марганца.

Способ осуществляется следующим образом.

Предварительно молоко или молочную сыворотку подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH 5,2±0,1, вводят в подкисленное молоко или молочную сыворотку сорбент - диоксид марганца в соотношении 1:10, перемешивают полученную смесь в течение 45-90 мин путем взбалтывания или встряхивания для равномерного распределения сорбента по всему объему молока или молочной сыворотки, отфильтровывают сорбент через 2-ой бумажный фильтр или 2-ой лавсановый фильтр, промывают дистиллированной водой, подсушивают при температуре 140-160°C до постоянной массы. Измеряют удельную активность сорбента на бета-спектрометрическом комплексе «Прогресс» в течение 60 мин. По удельной активности сорбента и коэффициенту сорбции его из молока или молочной сыворотки рассчитывают удельную активность Sr-90 (Y-90) в молоке или молочной сыворотке из уравнения:

$$Q = A_{\text{изм.}} \cdot m_s / M_{\text{пр.}} \cdot K_{\text{Sr-90}}; \text{ где:}$$

Q - удельная активность радионуклида Sr-90 (Y-90) в молоке или молочной сыворотке, Бк/г;

$A_{\text{изм.}}$ - удельная активность радионуклида Sr-90 (Y-90) в промытом и подсушенном сорбенте после контакта с молоком или молочной сывороткой, Бк/г;

m_s - масса промытого и подсушенного сорбента после контакта с молоком или молочной сывороткой, г;

$M_{\text{пр.}}$ - масса пробы молока или молочной сыворотки, контактирующей с сорбентом, г;

$K_{\text{Sr-90}}$ - коэффициент сорбции Sr-90 из молока или молочной сыворотки на сорбенте - диоксиде марганца.

Пример 1. Молоко предварительно подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH $5,2 \pm 0,1$.

К 100 г подкисленного молока добавляют 10 г диоксида марганца, перемешивают вручную или на встряхивающем аппарате в течение 60 мин, отфильтровывают сорбент через 2-ой бумажный или 2-ой лавсановый фильтр, промывают 50-70 мл дистиллированной воды, подсушивают при температуре $140-160^\circ\text{C}$ до постоянной массы, но не превышающей 5 г. Измеряют удельную активность сорбента на бета-детекторе спектрометрического комплекса «Прогресс». Удельную активность Sr-90 в молоке рассчитывают по выше приведенному уравнению.

Удельная активность молока по Sr-90 (Y-90) была на уровне ПДК и ниже и изменялась в пределах от $0,021 \pm 0,008$ Бк/г до $0,027 \pm 0,008$ Бк/г (табл. 1). Коэффициент сорбции Sr-90 из молока на диоксиде марганца, полученный экспериментальным путем, соответствует следующему значению: $K_{\text{Sr-90}} = 0,93 \pm 0,11$.

Значения коэффициентов сорбции радионуклида Sr-90 из молока на диоксиде марганца представлены в таблице 1.

Для определения коэффициента сорбции радионуклида Sr-90 на диоксиде марганца в пробу молока вводили расчетные количества радионуклида Sr-90=Y-90. После измерения удельной активности молока на бета-детекторе спектрометрического комплекса «Прогресс» находили суммарную активность в пробе молока, контактирующей с навеской сорбента: $A_{\text{сум.}}$, $\text{Бк} = A_{\text{уд.}}$, $\text{Бк/г} \cdot M_{\text{пр.}}$, г.

Затем измеряли удельную и суммарную активность промытого и подсушенного сорбента после контакта с молоком.

Суммарная активность в пробе сорбента - $A_{\text{сум.}}$, $\text{Бк} = A_{\text{уд.}}$, $\text{Бк/г} \cdot m_s$, где m_s - масса сорбента после промывки и подсушивания, г.

Тогда коэффициент сорбции радионуклида на диоксиде марганца определяли по формуле. $K_c = A_{\text{сум.}}$ промытого и подсушенного сорбента, $\text{Бк}/A_{\text{сум.}}$ пробы молока, Бк .

Пример 2. Молочную сыворотку подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой до pH $5,2 \pm 0,1$.

К 80 г молочной сыворотки добавляют 8 г диоксида марганца, перемешивают вручную или на встряхивающем аппарате в течение 45 мин, отфильтровывают сорбент через 2-ой бумажный или 2-ой лавсановый фильтр, промывают 80-90 мл дистиллированной воды, подсушивают при температуре $140-160^\circ\text{C}$ до постоянной массы, но не превышающей 8 г. Измеряют удельную активность сорбента на бета-детекторе спектрометрического комплекса «Прогресс». Удельную активность Sr-90 в молочной сыворотке рассчитывают по выше приведенному уравнению.

Удельная активность сыворотки по Sr-90 (Y-90) соответствовала значению $0,021 \pm 0,03$ Бк/г. Коэффициент сорбции Sr-90 из молочной сыворотки на диоксиде марганца, полученный экспериментальным путем, соответствует значению - $K_{\text{Sr-90}} = 0,97 \pm 0,02$.

Значения коэффициентов сорбции радионуклида Sr-90 из молочной сыворотки представлены в таблице 2.

Кoeffициенты сорбции Sr-90 из молока, загрязненного Sr-90 «in vitro», на диоксиде марганца

Таблица 1

№ эксп.	Удельная активность молока по Sr-90, Бк/г	Масса пробы молока, г	Суммарная активность пробы молока, Бк	Масса промытого и подсушенного сорбента, г	Удельная активность промытого и подсушенного сорбента, Бк/г	Суммарная активность промытого и подсушенного сорбента, г	Кoeff. сорбц. Sr-90 из молока
1.	0,024±0,008	100	2,43±0,80	9,25	0,22±0,10	2,03±0,88	0,8
2.	0,024±0,008	100	2,43±0,80	8,57	0,22±0,09	1,88±0,80	0,75
3.	0,022±0,008	100	2,24±0,80	9,93	0,20±0,10	1,99±0,95	0,86
4.	0,022±0,008	100	2,24±0,80	9,47	0,19±0,09	1,80±0,87	0,75
5.	0,027±0,008	100	2,70±0,80	9,60	0,26±0,10	2,50±0,96	0,91
6.	0,027±0,008	100	2,70±0,80	9,26	0,25±0,10	2,31±0,92	0,83
7.	0,021±0,008	100	2,10±0,80	9,67	0,35±0,11	3,38±1,06	1,6
М							0,93
± m							0,11
Р, %							> 99,9

Кoeffициенты сорбции Sr-90 из молочной сыворотки, загрязненной Sr-90 «in vitro», на диоксиде марганца

Таблица 2

№ эксп.	Удельная активность сыворотки по Sr-90, Бк/г	Масса пробы сыворотки, г	Суммарная активность пробы сыворотки, Бк	Масса промытого и подсушенного сорбента, г	Удельная активность промытого и подсушенного сорбента, Бк/г	Суммарная активность промытого и подсушенного сорбента, Бк	Кoeff. сорбц. Sr-90 из сыворотки
1.	0,021±0,003	80	1,7±0,25	8,00	0,206±0,037	1,65±0,30	1,0 0,93
2.	0,021±0,003	80	1,7±0,25	7,95	0,208±0,037	1,65±0,29	1,0 0,94
М							0,97
± m							0,02
Р, %							> 99,9

Формула изобретения

Способ определения удельной активности стронция-90 в молоке или молочной сыворотке с концентрацией радионуклида на уровне ПДК и ниже за счет увеличения концентрации Sr-90 (Y-90) на сорбенте при подкислении молока или молочной сыворотки концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH 5,2±0,1 при нерегулируемой температуре, с целью перевода нуклидов в диссоциированное состояние,

введения в подкисленное молоко или молочную сыворотку сорбента - диоксида марганца, осаждения радионуклидов на сорбенте, отделения сорбента от молока или молочной сыворотки, промывку и подсушивание сорбента, измерение удельной активности Sr-90 в сорбенте по дочернему элементу Y-90 на бета-детекторе гамма-,
5 бета-спектрометрического комплекса «Прогресс» в течение 60 мин, отличающийся тем, что молоко или молочную сыворотку предварительно подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой (HCl) до pH $5,2 \pm 0,1$ при нерегулируемой температуре, без применения дополнительных реактивов и увеличивают время измерения удельной активности пробы сорбента до 60 мин,

10 при этом коэффициент сорбции Sr-90 из молока составляет: $0,93 \pm 0,11$, коэффициент сорбции Sr-90 из молочной сыворотки составляет: $0,97 \pm 0,02$,

удельную активность Sr-90 в молоке или молочной сыворотке определяют из уравнения:

$$Q = A_{\text{изм.}} \cdot m_s / M_{\text{пр.}} \cdot K_{\text{Sr-90}}, \text{ где:}$$

15 Q - удельная активность радионуклидов Sr-90 (Y-90) в молоке или молочной сыворотке, Бк/г;

$A_{\text{изм.}}$ - удельная активность радионуклидов Sr-90 (Y-90) в сорбенте, Бк/г;

m_s - масса промытого и подсушенного сорбента после контакта с молоком или
20 молочной сывороткой, г;

$M_{\text{пр.}}$ - масса пробы молока или молочной сыворотки, контактирующей с сорбентом,
г;

$K_{\text{Sr-90}}$ - коэффициент сорбции Sr-90 из молока или молочной сыворотки на сорбенте
- диоксиде марганца.

25

30

35

40

45