

Stroncium hordozó leválasztási határfokának meghatározása

CSONT MIKLÓS és KISMARTON KÁROLY
Miskolci Megyei Minőségvizsgáló Intézet

Érkezett: 1969. november 10.

Az elmúlt évtizedben szélesedett az élelmiszerek mesterséges radioaktivitása vizsgálati, mérés technikai módszereinek választéka (1). E mérésekkel nyomon követik a sztratoszférikus kiszóródásból származó radioaktív elemek eloszlását az élelmi anyagokban (2). Ezen túlmenően az élőszervezetekben létrejövő endogén sugárszennyeződés biológiai megítéléséhez szolgáltatnak fontos adatokat. A radioaktív elemek közül élettanilag különösen a Sr-90 és a Cs-137 izotóp veszélyes (3), ezért a vizsgálatok elsősorban e két izotóp meghatározását célozzák.

A nukleáris fegyverek légköri robbantásának tilalma következtében a hasadványok aktivitása valamennyi élelmiszerben csökkenő tendenciájú. Ezért egyre érzékenyebb kémiai és mérés technikai eljárások kidolgozása szükséges a megfelelő pontosságú méréshez. Rövid gyakorlati közleményünkben a Sr-90 izotóp hordozós leválasztási határfokának kémiai meghatározásával foglalkozunk.

A Sr-90 kémiai elkülönítésére a külföldi és hazai irodalom számos módszert ajánl; leggyakrabban inaktív hordozó (4) adagolása után szulfát, nitrát, vagy karbonát alakjában választják le. Ez az ún. hordozós technika kiküszöböli a Sr-90-re nézve – híg oldat törvényszerűségeiből eredő hátrányokat és lehetővé teszi a Sr-90 kinyerését. Nem egyszerű azonban az elválasztás a kísérő, vegyileg rokon kalciumtól, mert a Sr-90 aktivitásának pontos mérhetősége végett viszonylag nagy mennyiségű, nagy Ca-tartalmú hamuból kell kiindulni. A hordozóval leválasztott Sr-90 csapadék jelentős mennyiségű Ca-ot tartalmaz, az együttleválás miatt. E mozzanat nemkívánatos analitikai és mérés technikai hátrányokkal jár, sőt az izotóp hordozó leválasztási határfokát egyszerű módon nem is határozhatjuk meg. A tévesen megállapított leválasztási határfok viszont az aktivitás torzításához vezet. Élelmiszerek vizsgálatakor (kis aktivitás) e hibalehetőségre különösen ügyelni kell.

A kísérő komponens (Ca) tömegének csökkentése többszörös leválasztást igényel. A kivitelezés bonyolultsága és hosszadalmassága sem biztosítja azonban a tökéletes elválasztást, és a műveletek ismétlése jelentős stroncium veszteséget okozhat. Olyan analitikai módszerre van tehát szükség, mellyel a két komponensű csapadék hordozó tartalmát viszonylag egyszerűen és kellő pontossággal meg lehet határozni.

A két-összetevős analitikai csapadékok komponenseinek közvetett (számításos) meghatározása az irodalomból ismert (5). Az eljárás részleteinek ismerete nélkül is megítélhető, hogy az elfogadható pontosságú ugyan, azonban a különböző anionú csapadékokkal alakítás munkaiigényes és hosszadalmas, tehát esetünkben szintén előnytelen. Ezért megváltoztattuk az eljárás kivitelezését. Az aktivitás méréséhez legmegfelelőbb analitikai csapadékból – a hordozó és a kísérő összetevő együttes tömegéből – indulunk ki. A csapadékot feloldjuk, az oldatot kellően beállítva a Sr+Ca tartalom komplexometrián mérhető.

Ha a komplexon mérőoldat fogyást a kisebb molekulásúlyú Ca-vegyület – esetünkben szulfátos leválasztást alkalmazva (6) – CaSO_4 -egyenértékben fejezzük

ki, akkor azt tapasztaljuk, hogy a számított mennyiség természetesen eltér az eredetileg bemért $\text{SrSO}_4 + \text{CaSO}_4$ mennyiségtől. Az eltérés annál nagyobb, minél kevesebb a CaSO_4 . A különbséget a két alkáliföldfém szulfátjának eltérő molekulatömege magyarázza:

$$\text{SrSO}_4; M = 183,68 \text{ és } \text{CaSO}_4; M = 136,14, \text{ különbség: } 47,54$$

A SrSO_4 molekulatömege és a két molekulatömeg különbségének hányadosa:

$$\frac{183,68}{47,54} = 3,86$$

olyan állandó, mellyel a bemért és a titrálással számított mennyiség különbségét szorozva, az izotóp-hordozó SrSO_4 tényleges mennyiségét kapjuk.

Kísérleti rész

Szükséges vegyszerek:

- (1) 0,1 m Komplexon III (EDTE) mérőoldat
- (2) 0,1 m MgSO_4 mérőoldat
- (3) Eriokrómfekete T: KCl (1:200) indikátor
- (4) 10 pH-jú puffer oldat: 70 g $\text{NH}_4\text{Cl} + 580$ ml ccNH_4OH 1 l-ben
- (5) ccNH_4OH

Eljárás (7): Az aktivitás méréséhez leválasztott szulfát-csapadékból 200 mg-ot (G) 150 ml-es Erlenmeyer lombikban 10 ml desztillált vízben szuszpendálunk, majd 20 ml 0,1 m komplexon III-oldatot és 5 ml ccNH_4OH -ot adunk hozzá. Gyakor rázogatós közben enyhén forraljuk a csapadék feloldódásáig. (Finomszemcséjű csapadék 3–5 perc alatt feloldódik.) Az oldatot lehűtve 2,5 ml puffer-elegyet és annyi szilárd indikátort adagolunk, hogy az oldat határozott kék színű legyen. A komplexon feleslegét 0,1 m MgSO_4 oldattal visszatitráljuk. Az adagolt komplexon és a visszatitráláskor fogyott MgSO_4 oldat (V) különbségét (amely a bemért csapadék Sr + Ca tartalmával ekvivalens) CaSO_4 -ban fejezzük ki:

$$G' \text{CaSO}_4 = (20 - V) \cdot 13,615 \text{ [mg]}$$

A bemért (G) és az így számított mennyiség (G') különbségét:

$$\Delta G = 200 - G' \text{CaSO}_4$$

az előzőekben közölt faktorral szorozva a SrSO_4 mennyiségét kapjuk:

$$\text{SrSO}_4 = \Delta G \cdot 3,86 \text{ [mg]}$$

Ha az adagolt hordozó, illetve a leválasztott szulfát-csapadék mennyisége kevesebb, mint 200 mg, 0,05 vagy 0,01 mólos mérőoldatokkal titrálunk.

Értékelés. Az eredmények reprodukálhatóságának és pontosságának becslésére több párhuzamos mérés végeztünk. 80 mg SrSO_4 és 20 mg CaSO_4 összetétel esetén egy mérési sorozat eredménye a következő:

Az egyes mérések eltérése a középértéktől:

$$h_k = \pm 0,34 \text{ mg}$$

Az egyes mérések reprodukálhatósága tehát:

$$\bar{x} \pm h_k = 80,16 \pm 0,34 \text{ mg}$$

Számított SrSO ₄ (mg)	(x _i - \bar{x})	(x _i - \bar{x}) ²
80,52	+ 0,36	0,129
80,36	+ 0,20	0,040
80,05	- 0,11	0,012
80,05	- 0,11	0,012
80,52	+ 0,36	0,129
80,52	+ 0,36	0,129
79,80	- 0,36	0,129
80,10	- 0,06	0,004
80,16	-	-
79,48	- 0,68	0,462
$\bar{x} = 80,16$		1,046

A középérték közepes hibája:

$$H_k = \pm 0,11 \text{ mg}$$

A középérték reprodukálhatósága:

$$\bar{x} \pm H_k = 80,16 \pm 0,11 \text{ mg}$$

Az eredmények alapján az alkalmazott módszer pontossága és reprodukálhatósága megfelel a stronciumhordozó leválasztási határfokoknak meghatározó sához.

I R O D A L O M

- (1) - - : Élelmiszerek és mezőgazdasági termékek radioaktivitásának kialakulása és a szennyezettség vizsgálati módszerei (MÉM Élip. Művejl. Főszt., Bp., 1968).
- (2) Белоусова, И. М. - Шмуккенберг, Ю. М.: Естественная радиоактивност. (Москва, 1961/192. o.
- Феокистов, В. И.: Основы медицинской радиологии (Медгиз, Москва, 1963/75. o.
- Eisenbud, M.: Environmental Radioactivity (McGraw Hill, NY, 1962).
- (3) - - : Atommag Lexikon (Akadémiai, Bp., 1963) 228 o.
- (4) Nyeszmejanov, An. N.: Radiokémiai praktikum (Műszaki, Bp., 1959) 209 o.
- (5) Müller, G. O.: Praktikum der Quantitativen Chemischen Analyse (S. Hirzel Verlag, Leipzig, 1962) 17 o.
- (6) Montag, A.: Z. U. L. 127, 121, 1964.
- (7) Sajó I.: Komplexometria (Műszaki, Bp., 1962) 47, 157 o.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ОТДЕЛЕНИЕ НОСИТЕЛЯ СТРОНЦИЯ

М. Чонт и К. Кишмартон

Осадок SzSO₄ отделенный носителем из-за высокой концентрации Са в золе пищевого продукта содержит значительное количество СаSO₄. Авторы для оценки эффективности отделения предлагают метод комплексометрического титрования при Sz котором из разницы молекулярного веса вычисляется выход SzSO₄.

STRONTIUM AUSBEUTEBESTIMMUNG
BEI DER AKTIVITÄTSMESSUNG VON Sr-90

M. Csont und K. Kismarton

Sr-90 wird mit Trägersubstanz als SrSO_4 gefällt. Nachdem die zur Analyse notwendigen Aschemengen von Lebensmitteln einen grösseren Gehalt an Calcium haben, enthält der Niederschlag des Strontiums grössere oder geringere Mengen von Calcium (Ionen). Für die Ausbeutebestimmung von Strontium – in Gegenwart von Calcium – wird ein indirektes komplexometrisches Titrationsverfahren angegeben.

ESTIMATION OF THE YIELD OF STRONTIUM PRECIPITATION

M. Csont and K. Kismarton

The selective precipitation of SrSO_4 has the disadvantage of calcium contamination, as a result of the high concentration of Ca in food minerals. The efficiency of SrSO_4 precipitation can be estimated by *a*) determining Sr+Ca by a chelating agent and *b*) calculating SrSO_4 quantity on the basis of molecular weight differences.

LE DOSAGE DU RENDEMENT DE LA PRÉCIPITATION DU SR

M. Csont et K. Kismarton

La précipitation sélective du sulfate de strontium a l'inconvénient d'une contamination de calcium due à la haute teneur en Ca des résidus minéraux des denrées. L'évaluation de l'efficacité de la précipitation du SrSO_4 peut être effectuée par *a*) le dosage complexométrique du Sr+Ca et *b*) le calcul de la quantité du SrSO_4 à partir de la différence en poids moléculaire.

A szerkesztőbizottsághoz a következő dolgozatok érkeztek:

- Rékasi Tibor:* Búzaliszt köztes és tapadó fehérjéinek mennyiségi változásai az utánőrlési paraméterek függvényében. (1970. jan. 7.)
- W. Jurics Éva:* Különböző körülmények között tárolt nekány nyers zöldségféle C vitamintartalmának alakulása nyersen és főzés után. (1970. febr. 19.)
- Lóránt Béla és Nádori Pálné:* Kozmetikai készítmények lanolin és koleszterin tartalmának a meghatározása. (1970. febr. 25.)
- Vajda Ödön és Gál Ilona:* Besugárzott cukor vizsgálata mikrobiológiai szempontból. (1970. febr. 28.)