

Káliumtartalom meghatározása élelmiszerek hamujából Cserenkov sugárzással

I. A kálium meghatározás mérés technikai feltételei szintelen oldatban

KULCSÁR FERENC, SELMECI GYÖRGY
és CSERNAI LÁSZLÓ*

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Szeged

Érkezett: 1972. március 24.

A természetes kálium a 39, 40 és 41-es tömegszámú izotópok keveréke. A 40-es tömegszámú izotóp radioaktív. Bomlási félideje $1,3 \cdot 10^9$ év. Sugárzása 1,35 MeV maximális energiájú béta részecskéből és 1,46 MeV energiájú gamma fotonokból áll (1).

A természetben előforduló kálium mindenütt változatlan izotóp-összetételben található, amely lehetővé teszi a kálium radioaktivitás alapján történő meghatározását. A ^{40}K aránya a többi kálium izotóphoz viszonyítva 0,0119%.

A béta sugárzás alapján történő meghatározást újabban gyakran használják a kálium analitikában, a kálium sók előállítása során, a cementgyári üzemekben, a gyógyszergyári készítmények elemzésekor, a kálium tartalmú műtrágyák gyártásán és még sok más esetben.

Barnes és Sally (2) a káliumsók elemzéséhez különleges kiképzésű G. M. csövet használt. A legkisebb meghatározható kálium oldat koncentráció 1 mól/l. Oldatok káliumtartalmának meghatározására számos szerző dolgozott ki módszert (3, 4, 5, 6, 7). Megállapítást nyert, hogy az oldatban történő kálium meghatározás pontosságát korlátozza az oldószerben végbemenő fokozott önabzorpció.

Többen foglalkoztak a káliumsók por alakban történő elemzésével (8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17). Megállapították, hogy egyes sók, mint pl. a káliumbromát nagyobb impulzusszámot ad, mint ami a káliumtartalmából következik. Az impulzusszám konstans káliumtartalom és növekvő brómtartalom mellett lineárisan növekszik.

Cserenkov 1934-ben fedezte fel a róla elnevezett sugárzást (18). Frank és Tamm 1937-ben tisztázták a sugárzás elméleti problémáit (19). Az izotóp mérés technikai felhasználás Belcher megfigyelésével indult el (20). A liquid scintillációs mérőberendezések széles körű elterjedése lehetővé tette az utóbbi években a mérés technikai kérdések alapos vizsgálatát (21, 22, 23, 24).

Cserenkov-sugárzás jön létre mindakkor, ha a béta részecskék sebessége egy adott közegben nagyobb, mint az ugyanabban a közegben a fény terjedési sebessége. Az optikailag relatíve sűrűbb vízben elméleti számítások szerint 0,261 MeV energiájú béta részecskék keltenek Cserenkov-sugárzást.

A ^{40}K 1,35 MeV maximális energiájú béta részecskéi jó hatásokkal keltenek Cserenkov-sugárzást (22). A megfelelő mérési hatások felveti a kálium radio-

* SZOTE I. Belklinika, Szeged.

kémiai módszerrel történő meghatározásának új lehetőségét. A várható nagyobb érzékenység kis káliumtartalmú anyagok, mint pl. az élelmiszerek káliumtartalmának meghatározására is lehetőséget adnak. Ebben a közleményben a szintelen oldatok káliumtartalmának meghatározásával foglalkozunk.

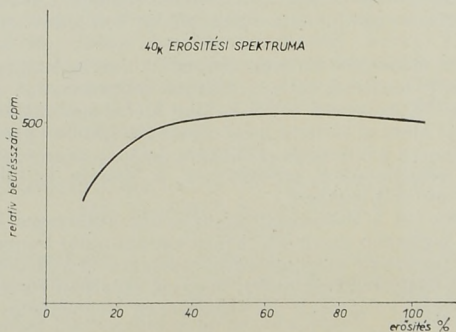
A mérés kivitele

Méréseinket Packard Tri-Carb 3375 típusú liquid scintillációs spektrométerrel végeztük. Mérőedényként kálium mentes üveget használtunk. A mérőtér hőfoka $+4\text{ }^{\circ}\text{C}$ volt. Az előkészített mintákat egy órás előhűtés után előre választott impulzusszámig mértük.

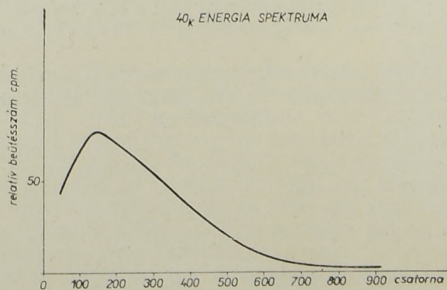
A mérési eredmények értékelése

1. Erősítés és energia spektrum

2 g KCl 15 ml-es oldatával először széles kapunyílást (50–1000) alkalmazva a ^{40}K erősítési spektrumát vizsgáltuk. Az 1. ábrán látható, hogy az optimális erősítés 60%. A 60%-os erősítésen szűk csatornaszélességet választva (2%) felvettük az energia spektrumot, amely a 2. ábrán látható módon a béta sugárzásra jellemző alakú és domború. Vizsgálataink során a további méréseknél 60%-os erősítést és széles (50–1000) kapunyílást alkalmaztunk.



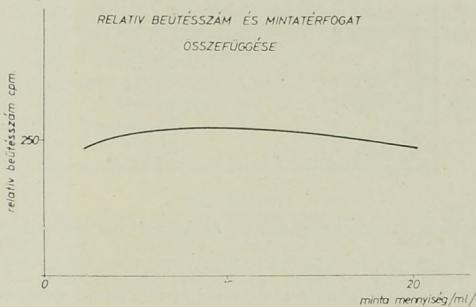
1. ábra



2. ábra

2. Mintatérfogat

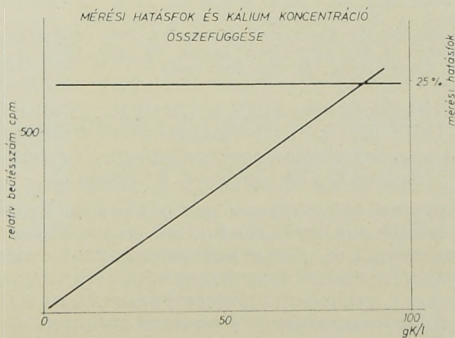
A standard mérőedények térfogata 20 ml. Megvizsgáltuk, hogy a mérendő minta térfogata mennyiben befolyásolja a relatív mérési hatásfokot. Minden mérőedénybe 0,5 g KCl-t mérve a minta össztérfogatát desztillált vízzel 2,5–20 ml között választottuk. A 3. ábrán az össztérfogat és relatív beütésszín viszonyát tüntettük fel. Jól látható, hogy 2,5 és 20 ml között a mérési hatások gyakorlatilag független a mintatérfogattól. A továbbiakban 15 ml-es mintatérfogattal dolgoztunk.



3. ábra

3. Mérési hatások és kálium koncentráció

Megvizsgáltuk, hogy a kálium koncentrációja hogyan befolyásolja a mérési hatásfokot. A 4. ábrán látható, hogy 40–80 g/l K koncentráció intervallumban a mérési hatások gyakorlatilag állandó, 25%-os. A beütésszám és káliumkoncentráció viszonya széles határok között lineáris. A béta sugárzás méréséből jelentkező abszorpciós effektus legkisebb mérhető aktivitását (háttér beütésszám kétszerese) 4,0 g/l káliumkoncentrációnál kaptuk, amely a káliummeghatározás alsó határa.



4. ábra

4. Különböző ionok hatása a mérési hatásfokra

Különböző szintelen káliumvegyületek esetében megvizsgáltuk a mérési hatásfokot. Az 1. táblázaton látható, hogy a klorid, bromát, tioszulfát, hidroszulfát, karbonát, hidrokarbonát, alumíniumszulfát anionok a mérési hatásfokot nem befolyásolják és a mért kálium értékek az elméletileg számított értékekkel megegyeznek.

1. táblázat

Vegyület	Mérési hatásfok
KCl	24,5%
KBrO ₃	23,0%
K ₂ S ₂ O ₇	23,3%
K ₂ HPO ₄	23,5%
K ₂ CO ₃	23,8%
KHCO ₃	23,5%
KAl(SO ₄) ₂ · 12 · H ₂ O	24,5%

IRODALOM

- (1) Broda, E., Schönfeld, T.: Radiometrische Methoden in der Mikrochemie. Wien, Springer Verlag. 1955.
- (2) Barnes, R. B., Salley, D. I.: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 15, 4, 1943.
- (3) Fenn, W. O., Bale, W. F., Mullins, L. J.: Gen. Physiol. 25, 345, 1942.
- (4) Center, E. M.: Zvornik radiohimicseskij i dozimetricseskijh metodik. Moszkva, Medgiz 1059.
- (5) Wagner, J. V., Novoszelkaja, A. I., Tutarenko, L. P.: Zavodszkaja Laboratorija. 26, 342, 1960.
- (6) Groye, E., Kundson, J. Chem. Educ. 44, (11) 694, 1967.
- (7) Zaduban, M., Seidel, H. O.: Mikrochim. Acta. (4), 693, 1968.
- (8) Gaudin, A. M., Pannel, J. H.: Anal. Chem. 20, 1154, 1948.
- (9) Wack, M.: Ann. Geophysique. 8, 337, 1952.
- (10) Korenman, I. M., Zorin, E. I.: Zavodszkaja Laboratorija 27, 1419, 1955.
- (11) Gübeli, O., Stambach, K.: Helv. Chim. Acta. 43, 1245, 1951.
- (12) Havelka, S., Rakovics, M.: Chem. prumysl. 9, 509, 1959.
- (13) Chrusciel, E.: Pomiary Automat, Kontr. 8, (6) 258, 1967.
- (14) Vietbauer, S.: Kali Steinsalz. 5, (4), 138, 1969.
- (15) Saubel, H.: Int. Kalisyryp. Vorts. 4, 389, 1965.
- (16) Philipp, J.: Int. Kalisyryp. Vorts. 4, 425, 1965.
- (17) Lampenscherrf, W., Steinbrecher, D.: Wiss. C. Tech. Hochsch. Magdeburg 73, (1), 49, 1969.
- (18) Cserenkov, P. A.: Dokl. Akad. Nauk. CCCP 2, 451, 1934.
- (19) Frank, J., Tamm.: Dokl. Akad. Nauk. CCCP 14, 109, 1937.
- (20) Belcher, E. M.: Proc. Roy. Soc. Med. A 216, 90, 1953.
- (21) Vemmer, H., Guette, J. O.: Atompraxis 10, (11), 475, 1964.
- (22) Parker, R. P., Erlick, R. H.: Appl. Rad. Isotop 17, 361, 1966.
- (23) Erlick, R. H., Parker, R. P.: Appl. Rad. Isotop. 19, 263, 1968.
- (24) Gunnewald, R.: J. Chem. Educ. 46, (6), 369, 1969.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЕ КАЛИЯ ИЗ ЗОЛЫ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ ЧЕРЕНКОВЫМ ОБЛУЧЕНИЕМ. I.

*Измерительно технические условия определения калия в безцветном растворе
Кулар Ф., Шелмеци Дб. и Чернаи Л.*

Авторы в результате определения калия методом Черенковского облучения, разработали новый аналитический метод являющийся более точным и простым, чем до сих пор применяемый радиохимический способ. В безцветном растворе изучали измерительно технические параметры Черенковского излучения калия. В водном растворе при концентрации калия 4,0 – 80 г/л зависимость числа импульсов концентрации считается линейным.

Самая меньшая определяемая концентрация калия в безцветном растворе 4 г/л. На измерительные эффекты не действуют самые частые анионы.

BESTIMMUNG DES KALIUMGEHALTES IN DER ASCHE
VON LEBENSMITTELN VERMITTELS DER TSCHERENKOV-
STRAHLUNG I.

F. Kulcsár, Gy. Selmeci und L. Csernai

Die Verfasser arbeiteten zur Bestimmung des Kaliums mittels der Tscherenkov-Strahlung ein neues analytisches Verfahren aus, welches mit den bisherigen radiochemischen Verfahren verglichen genauer und einfacher ist. Sie studierten die messungstechnischen Parameter der Tscherenkov-Strahlung des Kaliums in farblosen Lösungen. In wässriger Lösung ist bei einer Kaliumkonzentration von 4,0–80 g/l der Zusammenhang zwischen Konzentration- und Einschlagszahl als linear zu betrachten.

Die geringste bestimmbare Konzentration des Kaliums in farblosen Lösungen beträgt 4 g/l. Der Wirkungsgrad der Messungen wird durch die gewöhnlichsten Anionen nicht beeinflusst.

DETERMINATION OF THE CONTENT OF POTASSIUM IN THE ASH
OF FOODS BY CHERENKOV RADIATION. I. MEASUREMENT-
TECHNICAL CONDITIONS OF POTASSIUM DETERMINATION
IN A COLOURLESS SOLUTION

F. Kulcsár, Gy. Selmeci and L. Csernai

A novel analytical method simpler and more accurate than the radiochemical methods used up to the present was developed for the determination of potassium by Cherenkov radiation. The measurement-technical parameters of the Cherenkov radiation of potassium were studied in colourless solutions. In an aqueous solution at a potassium concentration from 4.0 to 80.0 g/liter the correlation between concentration and impulse count may be considered as a linear one. The minimum concentration of potassium that can be determined in a colourless solution is 4 g/liter. The efficiency of the measurement is not affected by the anions occurring most frequently.

LE DOSAGE PAR RADIATION TCHERENKOFF DU POTASSIUM DANS
LA CENDRE DES DENRÉES. I. LES CONDITIONS DU MESURAGE DE
LA TENEUR EN POTASSIUM DANS UNE SOLUTION INCOLORE

F. Kulcsár, Gy. Selmeci et L. Csernai

Les auteurs ont développé une nouvelle méthode analytique du dosage du potassium à l'aide de la radiation Tcherenkoff qui se distingue des procédés de radiochimie jusqu'à présent utilisés par une plus grande exactitude et simplicité. On a étudié les paramètres métrologiques du rayonnement Tcherenkoff du potassium dans une solution incolore. Dans une solution aqueuse et entre les limites de concentration de 4,0 à 80 g/l de potassium le rapport entre la concentration et le nombre des impacts peut être considéré linéaire.

La concentration la plus faible de potassium qui se fait doser en solution incolore est 4 g/l. L'efficacité du dosage n'est influencée par aucun des anions les plus fréquents.