
MAGYAR ÉLELMISZERVIZSGÁLATI MÓDSZEREK MÓDSZERLAP

^{137}Cs meghatározása környezeti mintákból

1. A módszer elve

A cézium leválasztása cézium-sziliko-wolframát alakban 1:1 térfogatarányú sósavban történik. A cézium-kálium elválasztás hatásfoka növelhető, ha a cézium-sziliko-wolframát leválasztását megismételjük. A csapadék lúgban oldódik. A lúgos oldáskor képződő nátrium-szilikát nem zavarja a cézium lúgos nátrium-tetrafenilboráttal történő leválasztását. A Cs-tetrafenilborát csapadékot szárítjuk, majd béta aktivitását mérjük.

2. Vegyszerek

Sósav

1:1 sósav

Cézium-hordozó oldat 20 mg Cs/cm³ (2,534 g cézium-klorid 100 cm³ térfogatban vízben oldva)

1 M nátrium-hidroxid oldat

lúgos nátrium-tetrafenilborát oldat (34,22 g nátrium-tetrafenilborátot 500 cm³ 1 M nátrium-hidroxid oldatban oldunk. Az oldatot műanyag palackban tároljuk.)

30%-os sziliko-wolframsav oldat, melyet mindig frissen kell készíteni.

3. Eszközök

Mérőhenger

Mérőlombik 100 cm³, 1000 cm³

Főzőpohár

Homokfürdő, vagy vízfürdő, vagy

Infralámpa

Kemence

Kvartál \varnothing 12 vagy 15 cm

Platina tál \varnothing 12 cm

Szita lyukátmérő 2 mm

Szűrőpapír, redős, átmérő 12 cm (Schleicher – Schüll N° 589, vagy ezzel azonos minőségű)

Centrifuga

Centrifugacső, műanyag 250 cm³

Úvegszűrő G-4-es vagy PO-4-es

Szárítószekrény

Exszikátor

Preparátummérő tálka \varnothing 30 mm

Nukleáris mérőrendszer:

- mérőhely (NZ – 305 ólomtorony)
- detektor (ND – 309 jelalakdiszkriminációs mérőfej)
- spektrométer (NK – 350)

4. A minta előkészítése a vizsgálatra

Vizsgálatainkhoz a környezeti minták (tej, növény, izomzat, csont) hamvait használjuk fel.

4.1. Tejminták előkészítése

A tej minden literéhez 1 cm³ ecetsavat adunk a tejfehérje kicsapása végett. Így az előkészítési idő lényegesen csökkenthető.

A tej bepárlását végezhetjük:

- porcelán tálban infralámpa alatt
- homokfürdőn
- vízfürdőn
- közvetlen melegítéssel (Ez esetben kellő óvatossággal kell eljárni).

A tejmintát beszáritás után előégetjük, amit fülke alatt kvarctálakban vagy platinatálakban végzünk. Az előégetett mintát kemencében kiizzítjuk. Az izzítást 500 °C-on kb. 4–6 órán keresztül végezzük, ameddig szürkésfehér hamut nem nyerünk.

4.2. Növényi minták előkészítése

A rátapadt szennyeződésektől megtisztított növényeket szárítjuk, majd vegyifülke alatt elégetjük. Ezt követően kemencében 5–8 órán keresztül 450–500 °C-on hamvasztjuk az anyagot.

4.3. Csontok előkészítése

A csont felületét megtisztítjuk az izomszövetektől és a kötőszövetektől, majd aprítjuk. Infralámpa alatt történt szárítás után az aprított csontokat platina csészében elégetjük, majd kemencében 5–8 órán keresztül 600 °C-on hamvasztjuk.

4.4. Izomzat előkészítése

Aprítást, szárítást, égetést követően 450–500 °C-on 5–8 órán keresztül hamvasztjuk a mintákat.

4.5. Talaj előkészítése

A talajt infralámpa alatt vagy szárítószekrényben szárítjuk, majd a növényi részeket és köveket eltávolítjuk belőle. 2 mm lyukátmérőjű szitába tesszük, és szitálás után a fennmaradó rögöket porítjuk, majd újra szitáljuk.

4.6. Vízminták előkészítése

A szűrt vízmintát infralámpa alatt szárazra pároljuk, majd a bepárlási maradékot 500 °C-on kiizzítjuk.

4.7. Halak előkészítése

A halak vizsgálatánál kétféle mintafeldolgozásra kerülhet sor. Amennyiben mód van rá filézünk, azaz külön választjuk a csontos és a húsos részeket és ezeket külön mintaként dolgozzuk fel. Apró halaknál a teljes hal vizsgálatát egy mintaként végezzük el.

5. A vizsgálat végrehajtása

- 5.1. A vizsgált minta hamujából 5 g-ot 10 cm³ céziumhordozó oldat hozzáadása után 60 cm³ 1:1 sósavban melegítés mellett feloldunk. A lehűlt oldatot Schleicher – Schüll 589² szűrőpapíron szűrjük. A szűrőpapíron maradt részt 40 cm³ 1:1 sósavval ismét feltárjuk és szűrjük.
- 5.2. A két szűrlet egyesítése után 20 cm³ 30%-os sziliko-wolfrámsav oldatot adunk hozzá.
- 5.3. A csapadékot 2–3 órai állás után centrifugáljuk és az oldat előntése után kétszer 20 cm³ 1:1 sósavval mossuk. A mosófolyadékot mindig centrifugálással távolítjuk el.
- 5.4. A sziliko-wolframát csapadékot 1 M nátrium-hidroxid oldatban melegítés mellett oldjuk. Az oldáshoz 100–150 cm³ lúg szükséges.
- 5.5. Lehűlés után annyi tömény sósavat adunk az oldathoz, amennyi lúggal a csapadékot fel tudtuk venni.
- 5.6. Hozzáadunk 20 cm³ 30%-os sziliko-wolfrámsav oldatot, majd egy órai állás után a csapadékot centrifugáljuk, 2×25 cm³ 1:1 sósavval mossuk, majd 200 cm³ 1 M nátrium-hidroxid oldatban melegítés mellett oldjuk. Esetleges csapadék (kovasav) leválásakor az elegyet szűrőpapíron szűrjük.
- 5.7. A 60–65 °C-ra melegített oldatot kevéske szilárd nátrium-tetrafenil-boráttal beoltjuk, majd 20 cm³ lúgos nátrium-tetrafenil-borát oldattal leválasztjuk a cézium-tetrafenil-borát csapadékot. Ezt másnap G–4-es üvegszűrőn szűrjük. A csapadékot desztillált vízzel lúgmentessé kell mosni (sokszor, de nem sok vízzel), majd 105 °C-on súlyállandósáig szárítjuk (kb. 1,5 óra).
- 5.8. 400 mg szárított, porított mintát Ø 30 mm-es tálkára mérünk és aktivitását ötször 2000 sec-ig mérjük.

6. A ¹³⁷Cs aktivitásának számítása

6.1. A mérőrendszer hitelesítése

Cézium-hordozó jelenlétében ismert aktivitású etalon oldattal nátrium-tetrafenil-borát csapadékot választunk le és 0,4 g-os mérő preparátumokat készítünk, amivel a mérőrendszerünk hitelesítését elvégezzük. (OHM-nál rendelhető hiteles aktivitású cézium-tetrafenil-borát csapadék) ϵ_{Cs} értékét meghatározzuk.

6.2. A minta aktivitásának számítása

A minta radioaktivitását a következő összefüggés alapján számoljuk:

$$A_{Cs} = \frac{(i_{Cs} - i_v) \cdot 0,6804}{\epsilon_{Cs} \cdot t \cdot g \cdot 0,4} \cdot H$$

- ahol: A_{Cs} ¹³⁷Cs aktivitása (Bq/1 g sz. anyag)
 i_{Cs} a cézium-tetrafenil-borát csapadékból t sec alatt mért impulzusszám
 i_v vakpróbaként leválasztott 0,4 g Cs-tetrafenil-borát csapadék t sec alatt mért impulzusszáma
 ϵ_{Cs} ¹³⁷Cs mérési hatásfok (arány)
 g leválasztáskor bemért hamu g-ban
 H 1 g száraz anyagban lévő hamu mennyisége g-ban