

# Zavaró ionok hatásának kiküszöbölése Balaton-víz Sr-90 tartalmának meghatározásánál

VARGA ETELKA – VIRÁGH ISTVÁN

Somogy megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás, Kaposvár

Érkezett: 1987. november 6.

Balaton-vízből az adott (1) eljárással a szulfát alakjában leválasztott stronciumot a bevitt hordozóra számítva csak 45,3–67,5% arányban nyertük vissza. Korábbi közleményünkben (2) megállapítottuk, hogy Balaton-vízből a leválasztásnál keletkező stronciumszulfát-csapadék veszteséget részben a lúgos közegben kiváló szilikátok okozzák, amelyek felületükön stroncium ionokat visznek magukkal, ezáltal az eljárás egyik fázisában a stroncium egy részét szűrővel eltávolítjuk. A kísérleti adatok szerint a szilikátok zavarása csak részben igazolta a csapadék veszteséget (2). Negatív hibát okoz a stroncium-leválasztásnál a jelenlevő idegen sóknak a stronciumszulfát csapadék oldhatóságát növelő hatása is, az „idegensó-effektus” (3), amelyek kiküszöbölésére további kísérleteket folytattunk.

A Balaton-víz sótartalma az időjárási viszonyoktól és a vízgyűjtőkről bejutó szennyezésektől függően (4) változik. A sótartalom minden bizonnyal meghaladja analitikai szempontból azt a mértéket, amely a stronciumszulfát leválasztásához elfogadható lenne. Különösen érvényes ez magnéziumsók esetében, amelyek koncentrációja legfeljebb 0,25 % lehet (3). Az (5) irodalmi forrás alapján egyebek között a magnézium-koncentráció Balaton-vízben 42–44 mg/liter volt, nátriumion 26–33, a nitrátion 0,1–0,6 és a kloridion koncentrációja 12–23 mg/liter volt.

Az „idegensó-effektus” zavarásának megszüntetésére a megoldás szulfáthamu előállítására lenne (3), amely ez esetben nehézkes, mivel nagy mennyiségű hamu kezeléséről van szó.

A szulfáthamu izzításos előállítás helyett az 500 C°-on izzított hamut cc. kénsavval befüstöljük, a maradékból a zavaró ionok oldható szulfátjait hig kénsavas mosással eltávolítjuk. Az így nyert szulfátcsapadékot nátriumkarbonáttal feltárjuk, a továbbiakban pedig a szokásos stroncium-leválasztási eljárást (1) folytatjuk.

## A módszer leírása

Felhasznált eszközök:

pH-mérő (típus: OP 205, Radelkisz),

mágneses keverő fűthető lappal,

vákuumszűrő berendezés,

platina csésze, űrtartalom: 150 cm<sup>3</sup>,

G4-es üvegszűrők

főzőpoharak (400–600 cm<sup>3</sup>),

analitikai szűrőtölcsérek,

centrifuga, kb. 100 cm<sup>3</sup>-es centrifugacsövek.

Szükséges anyagok:

stronciumhordozó: 172,02 mg/cm<sup>3</sup> Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> vizes oldata,

báriumhordozó: 35,6 mg/cm<sup>3</sup> BaCl<sub>2</sub> vizes oldata,

cc. kénsav, 25%-os és 1%-os kénsav,  
 30%-os ammóniumsulfát oldat,  
 20%-os nátriumkarbonát oldat,  
 30%-os nátriumkromát oldat,  
 brómfenolkék indikátor,  
 1:4 és 1:9 hígítású salétromsav,  
 25%-os, 1:1 és 1:9 hígítású ammónia oldat  
 Selecton B<sub>2</sub> (EDTA).

Platinacsészébe 5,0 g hamut mérünk, 10 cm<sup>3</sup> stronciumhordozót adunk hozzá, majd 15 cm<sup>3</sup> cc. kénsavat és légfürdőn a sűrű kénsavgőzök eltávozásáig melegítjük. Hozzáadunk még további 10 cm<sup>3</sup> cc. kénsavat és a kénsavfelesleg teljes eltávozásáig befüstöljük. A száraz maradékot 70 cm<sup>3</sup> meleg, 25%-os kénsavval centrifugacsőbe mossuk át. Centrifugálás után a csapadék-maradékot 30 cm<sup>3</sup> 25%-os kénsavval kimossuk. Újabb centrifugálás után a csapadékot még háromszor 20–20 cm<sup>3</sup> 1%-os kénsavval mossuk. A centrifugacsőből a maradékot 200 cm<sup>3</sup>, forró nátriumkarbonáttal 400 cm<sup>3</sup>-es főzőpohárba mossuk át. Hozzáadunk 5 cm<sup>3</sup> báriumhordozót, majd 80 C° felett tartva, mágneses keverőn 1,5 órán át kevertjük. Leülepedés és a felülülő eltávolítása után a csapadékot 1:4 hígítású salétromsavban melegen feloldjuk, vákuumszűrőn leszívátjuk, a szűrőn maradt részt 1:9 hígítású salétromsavval háromszor kimossuk.

A salétromsavas oldatot számított mennyiségű EDTA hozzáadása után, brómfenolkék indikátor mellett cc., illetve 1:1 hígítású ammóniával közömbösítjük. Lehűlés után pH-ját 4,5-re állítjuk be, majd forralás közben 30%-os ammóniumsulfát oldattal a stronciumsulfátot leválasztjuk. A továbbiakban a szokásos (1) eljárást folytatjuk.

### Eredmények, értékelés

A tervezett módszer kipróbálására a Balatonból különböző helyekről, illetve különböző időpontban vettünk vízmintákat és stroncium–90 tartalmukat meghatároztuk. A minták előkészítése előző közleményünkben (2) megadott módon történt. Összehasonlításként a hagyományos (1) eljárással végzett leválasztás eredményét közöljük.

1. táblázat

Visszanyert csapadék kénsavas, befüstöléses módszerrel

Származási hely	Hamutartalom	Bemérés	SrSO <sub>4</sub> csapadék (x)	Visszanyerés (w)
	g/liter	g	g	%
Síófok .....	0,40	5,0	1,1677	78,2
Balatonszemes .....	0,32	5,0	1,3625	91,3
Síófok .....	0,27	5,0	1,2768	85,6
Balatonfenyves .....	0,28	5,0	1,3304	89,1
Balatonszemes .....	0,39	5,0	1,3761	92,2
Balatonszárszó .....	0,28	5,0	1,2673	84,9
Boglárlelle .....	0,28	5,0	1,2383	82,9
Balatonszemes .....	0,40	5,0	1,2812	85,8

s = 8       $\bar{x} = 1,2875$       s = ± 0,0683       $\bar{w} = 86,3$

Visszanyert csapadék hagyományos módszerrel

Származási hely	Hamutartalom	Bemérés	SrSO <sub>4</sub> csapadék (x)	Visszanyerés (w)
	g/liter	g	g	%
Siófok .....	0,33	5,0	0,6763	45,3
Zamárdi .....	0,29	5,0	0,8196	54,9
Boglárlelle .....	0,39	5,0	0,7603	50,9
Fonyód .....	0,37	5,0	0,8086	54,2
Fonyód .....	0,40	5,0	1,0081	67,5

$$n = 5 \quad \bar{x} = 0,8146 \quad s = 0,122 \quad \bar{w} = 54,6$$

A javasolt módszerrel átlagosan 86,3% visszanyerést értünk el, a csapadék-szűrés szórása jóval kisebb, mint a szokásos eljárásnál. A stronciumszulfát leválasztásánál fellépő, zavaró hatások kiküszöbölésére a hamu előzetes, cc. kénsavas kezelése eredményesnek bizonyult. Az oldható szulfátok a kénsavas befüstöléssel előállított szulfáthamuból a centrifugálás során, híg kénsavas mosással eltávolíthatók, így a sótartalom, valamint a szulfátcsapadék oldhatósága csökken. A kénsavas befüstöléssel egyúttal a szilikátok dehidratálása is végbemegy, ezért szilikátzavarással sem kell számolnunk.

A stroncium – 90 tartalom meghatározása lényegében az előírt (1) eljárás szerint történik, a szulfátcsapadék előállításának körülményeiben alkalmazott változtatás a jobb analitikai hatások elérését segíti elő, így a műszeres méréshez szükséges 1,000 g csapadékmennyiség biztosítható.

#### I R O D A L O M

- (1) Módszergyűjtemény és módszertani útmutató a MÉM Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózat részére. MÉM ÉVK Budapest, 1980.
- (2) Varga E. – Virágh I.: Oldott szilikátok zavaró hatásának vizsgálata a Balaton-víz Stroncium – 90 tartalmának meghatározásánál. ÉVIKE 33(1987) 1, 16 – 21.
- (3) Erdei L.: A kémiai analízis súlyszerinti módszerei II. Akadémiai Kiadó, Budapest, 1960.
- (4) Dél-dunántúli Vízügyi Igazgatóság Vízhasznosítási és Társulati Osztály: Jelentősebb vízrendezési és tározásfejlesztési célok a Balaton déli vízgyűjtőjén. 36 (1977) 28 – 30.
- (5) Dr. Tóth, K.: Balatoni monográfia. Panoráma 40 (1974).

### ZAVARÓ IONOK HATÁSÁNAK KIKÜSZÖBÖLÉSE BALATON-VÍZ STRONCIUM – 90 TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSÁNÁL

Varga E. – Virágh I.

A Balaton-víz Sr – 90 tartalmának szulfát formájában való meghatározásánál az adott eljárással a bevitt hordozóra számított visszanyerési arány 45,3 – 67,5% volt. Korábbi kísérleteink szerint a SrSO<sub>4</sub> csapadékvesztéségek oka részben a kiváló szilikátok felületén megkötődő SrSO<sub>4</sub>-nek szűréssel történő eltávolítása. A csapadékvesztés másik oka a Balaton-víz analitikai szempontból magas sótartalma. Az „idegensó-effektust” a vízből nyert hamu kénsavas befüstölésével: majd ismételt szulfátleválasztással ki tudjuk küszöbölni. Az így elért, átlagos visszanyerési arány: 86,3%. Az eljárás egyúttal a szilikátok dehidratálása folytán a szilikátzavarás problémáját is megoldja.

## ELIMINATION OF EFFECT OF DISTURBING IONS IN THE DETERMINATION OF STRONCIUM-90 IN THE WATER OF LAKE BALATON

*Varga, E., Virágh, I.*

In the sulfate form for the determination of Strontium-90 in the water of lake Balaton the recovery rate of the strontium-carrier was 45,3–67,5%. According to the authors the loss of  $\text{SrSO}_4$  precipitation is caused partly by the removal of  $\text{SrSO}_4$  by means of filtration which is fixed on the surface of the silicates. The other reason of loss of precipitation is the high analytical salt-content of the water of lake Balaton. The "extraneous salt effect" can be eliminated by the vitriolic smoking of ash which come from water by repeated separation of sulfate precipitation. At this time the average recovery rate is: 86,3%. The method solves the problem of disturbing of silicates as well by means of dehydration of silicates.

## УСТРАНЕНИЕ МЕШАЮЩЕГО ДЕЙСТВИЯ ИОНОВ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ СТРОНЦИЯ-90 В ВОДЕ ОЗЕРА БАЛАТОН

*E. Varga u И. Virágh*

При определении содержания стронция-90 в форме сульфата в пробах воды озера Балатон доля обратного получения от внесенного на носитель составляла 45,3–67,5%.

Из проведенных раньше опытов было установлено, что одной из причин потерь осадка сульфата стронция является удаление фильтрованием отлично связавшегося с поверхностью силикатов сульфата стронция. Другой причиной потерь является наличие больших количеств соли в воде озера Балатон. Так называемый «эффект посторонней соли» можно устранить путем обработки дымом серной кислоты зола, полученной из проб воды озера Балатон с последующим повторным отделением сульфата. Среднее значение доли обратного получения (воспроизводимость) в данном случае составляет: 86,3%. Данный метод устраняет также проблему силикатных помех, возникающих вследствие дегидрирования силикатов.

## UNTERSUCHUNG DER WIRKUNG STÖRENDE IONEN BEI DER BESTIMMUNG DES Sr-90-GEHALTES IM PLATTENSEE-WASSER

*Varga, E. – Virágh, I.*

Bei der Bestimmung des Sr-90-Gehaltes im Plattensee-Wasser in Form von Sulphat betrug die auf den eingebrachten Träger gerechnete Rückgewinnungsquote 45,3 bis 67,5%. Nach den früheren Experimenten besteht die Ursache für den Niederschlagverlust an  $\text{SrSO}_4$  in der Entfernung von an der Oberfläche der sich ausscheidenden Silikate gebundenen  $\text{SrSO}_4$  durch die Filtration. Die andere Ursache des Niederschlagsverlustes ist der vom analytischen Standpunkt hohe Salzgehalt des Plattensee-Wassers. Der „Fremdsalz-Effekt“ kann durch das Eindämpfen der aus dem Wasser gewonnenen Asche mit Schwefelsäure und dann durch die wiederholte Sulphatabtrennung vermieden werden. Die so erreichte durchschnittliche Rückgewinnungsrate beträgt 89,3%. Durch das Verfahren wird gleichzeitig infolge der Dehydrierung der Silikate auch die Problematik der Silikatstörung gelöst.