

## Príspevok k stanoveniu $^{131}\text{J}$ extrakčnou metódou

M. BRUTOVSKÝ, M. ZADUBAN, J. BAŇAS, G. LIPTÁKOVÁ

*Rádiobiologické oddelenie Ústavu experimentálnej biológie Slovenskej akadémie vied,  
Košice*

*Katedra biológie Univerzity P. J. Šafárika,  
Košice*

Overilo sa stanovenie  $^{131}\text{J}$  extrakčnou metódou s nasledujúcim vyzrážaním reextrahovaného jodidu na  $\text{AgJ}$  a jeho rozpustením v  $\text{NaCN}$ . Metóda dovoľuje dosiahnuť 90 % celkový výťažok a stanoviť aktivitu  $^{131}\text{J}$  rádove  $10^{-11}$  c/l.

Jedným z dôležitých štiepných produktov z hľadiska bezpečnosti jadrových zariadení je  $^{131}\text{J}$ . Najrozšírenejšie je jeho extrakčné stanovenie.

Metódy stanovenia štiepných produktov sú v prehľadnej forme uvedené v práci H. Schroedera [1]. Stanovenie  $^{131}\text{J}$  extrakčne a jeho vyzrážanie na  $\text{AgJ}$  je opísané v práci [2]. A. Morgan a G. R. Mitchell [3] stanovovali  $^{131}\text{J}$  v tráve, A. H. Bergh [4] v mlieku, J. Perlman a spolupracovníci [5] v biologickom materiáli, B. Kahn a S. H. Reynolds [6] vo vode. L. J. Anghileri [7] venoval pozornosť podstate extrakčnej metódy. Všimol si vplyv množstva nosiča jódu, určil, že optimálne pH pri extrakcii je 0,1—0,5. Autori používali na oxidáciu jodidu na jód  $\text{NaOCl}$  alebo  $\text{NaNO}_2$  s kyselinou dusičnou, na redukciiu  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{S}$  alebo  $\text{H}_2\text{SO}_3$ . Konečnou formou pre meranie aktivity bola zrazenina jodidu strieborného.

Účelom našej práce bolo kvantitatívne zhodnotiť straty pri stanovení  $^{131}\text{J}$ , určiť maximálny výťažok pri čo najmenšom počte operácií a zistiť jeho reprodukovateľnosť.

### Experimentálna časť

#### *Prístroje a chemikálie*

Použili sa chemikálie p. a. Lachema, n. p., katex Wofatit KPS (VEB Farbenfabrik — Wolfen) o veľkosti zrn 0,3—1,2 mm. Na meranie aktivity  $^{131}\text{J}$  slúžila laboratórna súprava NZQ 612, sonda pre detekciu nízkych aktivít gama NAG 232 a zariadenie pre detekciu kvapalných preparátov beta s antikoincidenčným tienením NZB 312-II (Tesla Pře-myšlení).

#### *Pracovný postup*

Pokus sa robil v oddeľovacom lieviku. Vodná fáza, obvykle o objeme 50 ml, obsahovala vždy 20 mg jodidu označeného  $^{131}\text{J}$ . Oxidácia jodidu na jód sa vykonala pridaním 1 ml 1 M- $\text{NaNO}_2$  a 2—3 ml koncentrovanej  $\text{HNO}_3$ . Extrahovalo sa s 50 ml  $\text{CCl}_4$ . Doba trepania bola ca 1 minúta. Na reextrakciu jódu sa použil roztok 1 ml 1 M- $\text{Na}_2\text{SO}_3$  v 50 ml destilovanej vody. Vodná fáza sa potom varila do rozrušenia siričitanu za pridaníu 2 až 3 kvapiek koncentrovanej  $\text{HNO}_3$ . Nadbytok  $\text{HNO}_3$  môže spôsobiť oxidáciu jodidu na jód a tak umožniť jeho únik z roztoku. Po rozrušení  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  sa jodid zrážal pri pH asi 2 za varu pridaním 2—3 ml 0,1 M- $\text{AgNO}_3$ . Zrazenina, ktorá pri správnom pomere pridávaných činidiel je žltá, odfiltrovala sa na sklenenom alebo papierovom filtri, premyla sa vodou a rozpustila sa v 5 % roztoku  $\text{NaCN}$ . Pri jednotlivých operáciách je vhodné oplachovať nádoby nasledujúcim roztokom pre zníženie strát.

Na vovádzanie biologických tkanív do roztoku sme použili 20 % roztok NaOH v množstve 60 ml na jeden gram tkaniva. Získaný roztok sme prefiltrovali na sklenom filtri a pred stanovením  $^{131}\text{J}$  uvedeným spôsobom sme ho prepustili cez kolónku s náplňou katexu Wofatit KPS v cykle  $\text{H}^+$  ( $20 \times 220$  mm). Tým sme odstránili ión  $\text{Na}^+$ . V druhom prípade sme použili filtrát, ktorý obsahoval pôvodné množstvo NaOH. Pri oxidácii jodidu na jód v druhom prípade bolo potrebné použiť asi 10 ml koncentrovanej  $\text{HNO}_3$  (v prvom prípade ako obvykle 2–3 ml).

Gama zložku  $^{131}\text{J}$  v objeme do 100 ml sme merali v polyetylénovej nádobke s uzáverom (objem 100 ml) za použitia detektora NAG 232. Objemy do 5 ml sme merali v injekčnej ampulke v dutinovom kryštáli detektorom NAG 232. Beta zložku  $^{131}\text{J}$  vo vodnom roztoku sme merali za použitia studnicového polystyrénového kryštálu so scintilátorom na zariadení NZB 312-II. Aktivitu  $^{131}\text{J}$  sme merali aj v organickom rozpúšťadle ( $\text{CCl}_4$ ) za použitia studnicového polystyrénového kryštálu bez prídavného scintilátora, pričom meraná vzorka bola v polyetylénovej skúmavke (plošná váha stien  $40,7 \text{ mg/cm}^2$ ), ktorá bola vsunutá do studnicového kryštálu. Polyetylénová skúmavka zabraňuje rozpúšťaniu kryštálu organickým rozpúšťadlom.

### Výsledky a diskusia

Pri pomere fáz vodný roztok  $\text{CCl}_4 = 1 : 1$  bol výťažok pri jednorazovej extrakcii 93,4 %. Straty jódu pri jednotlivých operáciách sú zhrnuté v tab. 1.

Tabuľka 1

Vzorka	Aktivita imp/min	Výťažok pre jednotlivé postupy %	Cellkový výťažok %
pôvodná vzorka	6992	100	100
extrakcia s $\text{CCl}_4$	6530	93,4	93,4
reextrakcia	6535	100	93,4
zrážanie $\text{AgJ}$ a rozpustenie v $\text{NaCN}$	6327	98	90,6

Tabuľka 2

Vzor-ka	Aktivita v imp/min			Strata na vymieňači iónov %	Výťažok %
	pôvodná	po vymieňači iónov	po extrakcii		
1	16 558	13 569	12 872	18	77,7
2	15 947	12 970	13 067	18,7	82,0
3	16 498	13 790	13 178	16,5	79,7
4	14 579	—	14 159	—	97,2
5	17 277	—	16 803	—	97,3
6	16 437	—	16 434	—	100,0

Ak extrahujeme piatimi podielmi  $\text{CCl}_4$  (po 10 ml), stúpne výťažok pri extrakcii na 99,1 %.

V ďalšom sme nerobili kompletný postup až pre stanovenie  $^{131}\text{J}$  v roztoku  $\text{NaCN}$ , pretože za rôznych experimentálnych podmienok závisí celkový výťažok len od extrakčného výťažku, pričom straty pri ďalšom postupe zostávajú rovnaké.

Pri práci s veľkými objemami vody, v našom prípade jeden liter (pomer fáz 20 : 1), extrakčný výťažok pri použití troch ca 16 ml podielov  $\text{CCl}_4$  bol 93,5 %.

Pri stanovení  $^{131}\text{J}$  v biologickom materiáli, ktorý sa uviedol do roztoku varom s  $\text{NaOH}$ , je nevýhodné odstraňovať  $\text{Na}^+$  na katexe, pretože vznikajú značné straty jodidu. Ak sa použije roztok obsahujúci  $\text{NaOH}$ , nenastáva pri stanovení jodidu nijaká komplikácia, len je potrebné pri oxidácii jodidu na jód použiť viac koncentrovanej  $\text{HNO}_3$ . V druhom prípade je extrakčný výťažok asi 98 %. Výsledky dosiahnuté v obidvoch prípadoch možno porovnať podľa údajov v tab. 2.

Vplyv iných iónov na extrakciu je zrejmy z tab. 3. Pomer fáz bol 1 : 1.

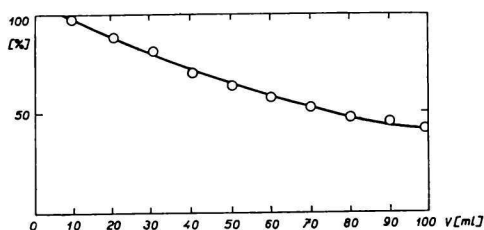
Tabuľka 3

Ión	Množstvo iónov mg	Vodná fáza imp/min	$\text{CCl}_4$ fáza imp/min	Výťažok %
$\text{Cl}^-$	50	5 140	5 035	97,83
$\text{Br}^-$	50	5 620	5 510	98,04
$\text{SO}_4^{2-}$	50	6 920	6 840	98,9
$\text{JO}_3^- + \text{JO}_4^-$	5 + 2	11 050	10 710	96,62
$\text{Cl}^- + \text{Br}^- + \text{SO}_4^{2-}$	25 + 25 + 25	12 600	12 120	96,2
$\text{JO}_3^- + \text{JO}_4^- + \text{SO}_4^{2-} +$ $+ \text{Br}^- + \text{Cl}^- + \text{SiO}_3^{2-}$	5 + 2 + 25 + + 25 + 25 + 15	5 993	5 583	93,3

Z tabuľky 3 vidieť, že pri opakovaní extrakcie piatimi podielmi  $\text{CCl}_4$  nastáva za prítomnosti iných iónov určité zníženie výťažku oproti pôvodnej hodnote 99,1 %. Najväčšia strata pri extrakcii je v prípade zmesi iónov, a to 5,8 %.

Pri stanovení aktivity  $^{131}\text{J}$  sa merala osobitne beta zložka a osobitne gama zložka. Pri meraní gama zložky  $^{131}\text{J}$  v objeme do 5 ml je detekčná účinnosť 29,1 % a je možné zmerať aktivitu  $^{131}\text{J}$  ca  $3 \cdot 10^{-7} \mu\text{C/ml}$ . Pri objemoch do 100 ml je detekčná účinnosť 4,3 % a možno zmerať aktivitu ca  $9 \cdot 10^{-8} \mu\text{C/ml}$ . Na porovnanie vzoriek, ktorých absolútna aktivita je rovnaká, ale ich objemy sú rôzne a nie je možné ich meniť, vykonalo sa kalibračné meranie. Zníženie detekčnej účinnosti v závislosti od objemu vzorky vidieť na obr. 1. Pri meraní beta zložky vo vodnom roztoku bola detekčná účinnosť 3,4 % a je možné

zmerať aktivitu  $^{131}\text{J}$  rádove  $10^{-7}$   $\mu\text{C}/\text{ml}$ . Pri meraní aktivity  $^{131}\text{J}$  v organickom rozpúšťadle bola detekčná účinnosť 1,1 % a možno zmerať aktivitu rádove  $10^{-5}$   $\mu\text{C}/\text{ml}$ .



Obr. 1. Zmena početnosti v % pri konštantnej celkovej aktivite so zmenou objemu.

Metóda je vhodná na kontrolu zamorenia vôd a na stanovenie  $^{131}\text{J}$  v biologickom materiáli. Prípustná koncentrácia  $^{131}\text{J}$  v pitnej vode, ktorú možno za použitia opísanej metódy stanoviť, je  $6 \cdot 10^{-10}$  c/l [8].

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ $^{131}\text{J}$ ЭКСТРАКЦИОННЫМ МЕТОДОМ

М. Брутовски, М. Задубан, Ю. Баняс, Г. Липтакова

Радиобиологическая лаборатория Института экспериментальной биологии,  
Кошице

Кафедра биологии УПЙШ,  
Кошице

В работе было проверено определение  $^{131}\text{J}$  с последующим осаждением переэкстрагированного иодида на  $\text{AgJ}$  и его растворением в  $\text{NaCN}$ . На каждой стадии была произведена количественная оценка выхода. Определялось влияние экстракции ионами  $\text{JO}_4^-$ ,  $\text{JO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ , на выход иода, который в присутствии этих ионов равняется в среднем 93,3 %. Методика позволяет достичь 90 %-ного выхода и определять активность  $^{131}\text{J}$  порядка  $10^{-11}$  c/l.

*Preložila T. Dillingarová*

#### BEITRAG ZUR BESTIMMUNG VON $^{131}\text{J}$ DURCH EINE EXTRAKTIONSMETHODE

M. Brutovský, M. Zaduban, J. Baňas, G. Liptáková

Radiobiologische Abteilung des Instituts für experimentelle Biologie  
der Slowakischen Akademie der Wissenschaften, Košice

Lehrstuhl für Biologie an der P. J. Šafárik-Universität,  
Košice

In der vorliegenden Arbeit wurde die Bestimmung von  $^{131}\text{J}$  extraktiv mit nachfolgender Ausfällung des reextrahierten Jodids als  $\text{AgJ}$  und dessen Auflösen in  $\text{NaCN}$  nachgeprüft. Für die einzelnen Schritte wurde eine quantitative Bewertung der Ausbeute

durchgeführt. Es wurde die Beeinflussung der Ausbeute an Jod bei der Extraktion mit den Ionen  $\text{JO}_4^-$ ,  $\text{JO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$  bestimmt; die Ausbeute in Gegenwart dieser Ionen beträgt durchschnittlich 93,3 %. Diese Methode erlaubt es, eine Gesamtausbeute von 90 % zu erzielen und die Aktivität des  $^{131}\text{J}$  stellenmäßig mit  $10^{-11}$  c/l zu bestimmen.

Preložil K. Ullrich

#### LITERATÚRA

1. Schroeder H., *Atompraxis* 7, 1 (1961).
2. *Sbornik radiochimičeskich i dozimetričeskich metodik*, 83. Medgiz, Moskva 1959.
3. Morgan A., Mitchell G. R., *Atomic Energy Research Establishment* — M 1004, 1962.
4. Bergh A. H. (Conf. 15, 8, 586), 1958.
5. Perlman J., Chaikoff J., Morton M., *J. Biol. Chem.* 1, 139 (1941).
6. Kahn B., Reynolds S. H., *J. Am. Water Works Assoc.* 50, 613 (1959).
7. Anghileri L. J., *Intern. J. Appl. Radiation Isotopes* 14, 381 (1963).
8. Vyhláška 34 Ministerstva zdravotníctva a chemického priemyslu z 21. marca 1963 o hygienickej ochrane pred ionizujúcim žiarením a o hospodárení so zdrojmi ionizujúceho žiarenia.

Do redakcie došlo 28. 9. 1964

*Adresa autorov:*

*Inž. Milan Brutovský, inž. Milan Zaduban, inž. Július Bañas, Rádiobiologické oddelenie Ústavu experimentálnej biológie SAV, Košice, Kuzmányho 12.  
Prom. biol. Gizela Liptáková, Katedra biológie UPJŠ, Košice, Kuzmányho 12.*