

**PŔVODNÉ OZNÁMENIA****Stanovenie vápenatých solí meraním intenzity odrazeného beta žiarenia**

J. TŔLGYESSY, M. ŠARŠŔNOVÁ, J. KLAS

*Katedra rádiachémie a radiačnej chémie Slovenskej vysokej školy technickej, Bratislava**Krajské kontrolné laboratórium KŔNZ Západoslovenského kraja, Bratislava*

Pri prechode beta žiarenia látkou menia beta častice interakciou s atómami prostredia svoj smer. Určítá časť beta častíc mení smer natoľko, že sa z daného prostredia šíria opačným smerom. Takýto rozptyl sa potom označuje ako odraz beta žiarenia. Aj keď mechanizmus odrazu beta žiarenia je veľmi zložitý a doteraz nebol teoreticky presne vysvetlený, existujú dobre definované empirické závislosti, ktoré sa v poslednom čase s úspechom využívajú v chemickej analýze [1].

Celkový odrazový efekt závisí najmä od atómového čísla skúmanej látky, ďalej od maximálnej energie beta žiarenia, ako aj od hrúbky vrstvy látky, na ktorú beta žiarenie dopadá. Okrem uvedených faktorov môžu na odrazový efekt vplývať aj iné, napríklad geometrické usporiadanie, fyzikálne vlastnosti a pod. [1].

Analýza založená na meraní odrazeného beta žiarenia využíva závislosť intenzity odrazeného beta žiarenia od atómového čísla skúmanej látky. Ak skúmaná látka obsahuje iba jednu zložku, intenzita odrazeného beta žiarenia je funkciou počtu atómov tvoriacich danú molekulu a ich atómových čísiel. V prípade zmesi je táto závislosť zložitejšia, analýzu však možno vykonať na základe kalibračnej krivky alebo porovnávaním so štandardom. Presnosť stanovenia pritom závisí predovšetkým od rozdielnosti stredných atómových čísiel jednotlivých zložiek zmesi za podmienok ich rovnomerného rozdelenia v celom objeme vzorky. Presnosť sa vo všeobecnosti môže zväčšovať zvyšovaním počtu nameraných impulzov.

Ŕčelom tejto práce bolo využiť analytickú metódu, založenú na meraní intenzity odrazeného beta žiarenia, na kvantitatívne stanovenie obsahu vápnika napríklad vo farmaceutických prípravkoch, pričom sa osobitný dôraz kládol na rýchlosť a reprodukovateľnosť tohto postupu, ako aj na skutočnosť, že po analytickom ohodnotení ostáva prípravok neporušený. Pre pokusy sa zvolil injekčný roztok glukonanu vápenatého, roztok chloridu vápenatého a žltá sírová masť.

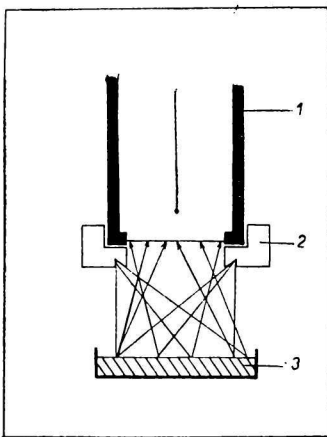
Vápenaté soli sa vo väčšine prác, ba aj v niektorých liekopisoch stanovujú vážkovo [2], prípadne manganometricky [3] alebo kolorimetricky [4]. Ďalším

postupom pri kvantitatívnom ohodnotení vápenatých solí v tuhej forme alebo aj vo forme roztokov sú komplexometrické stanovenia [5] za použitia eriochrómčerne T ako indikátora, resp. murexidu, čo sa osvedčilo najmä v prípade masti a iných galenických prípravkov [6]. *ČsL 2, Doplnok 1* [7] zavádza komplexometrické stanovenie vápenatých solí na metyltymolovú modrú. Rádio-metrické stanovenie zlúčenín vápnika pomocou rádioizotopu  $^{45}\text{Ca}$  sa vypracovalo v predchádzajúcej práci [8].

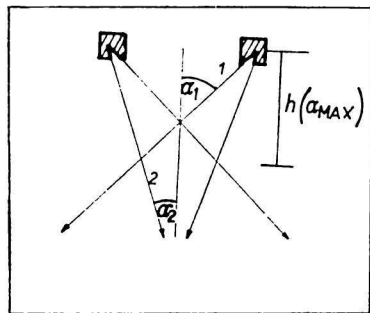
## Experimentálna časť

### Meracie zariadenie

Zariadenie pozostáva z GM počítacej trubice (1), z prstencového žiariča umiestneného v žliabku oloveného tienidla (2) a z posunovacieho systému. Umožňuje meniť vzdialenosť v intervale 0—5 cm s tým, že skúmaná látka bola stále v rovine rovnobežnej s rovinou žiariča. GM počítacia trubica bola zapojená na nukleárny počítač Tesla BM 353. Schému použitého meracieho zariadenia vidieť na obr. 1.



Obr. 1. Schéma merania intenzity odrazeného beta žiarenia GM počítacou trubicou. 1. GM počítacia trubica; 2. prstencový žiarič; 3. skúmaná látka v Petriho miske.



Obr. 2. Zisťovanie optimálnej vzdialenosti skúmanej látky od prstencového žiariča.

Prstencový žiarič (2) v zásade spĺňa všetky požiadavky potrebné na dosiahnutie maximálnej rozlišovacej schopnosti:

- trubica sa dá dokonale odtieniť od priameho žiarenia, ktoré v danom prípade by bolo súčasťou pozadia,
- aktivita žiariča a tým aj intenzita odrazeného žiarenia sa môže zvoliť ľubovoľne veľká,
- žiarenie sa odráža iba od skúmanej látky (3).

Prstencový žiarič presnej geometrie a symetrického poľa sa pripravil poamalgamovaním medeného drôtu  $\varnothing$  0,5 mm. Ako žiarič sa použil rádioizotop tálium 204 s dobou poločierného rozpadu 2,7 roku a s energiou 0,76 MeV. Amalgám  $^{204}\text{Tl}$  sa pripravil elektrolytickým vylúčením tália do ortuti. Trubica sa od priameho žiarenia odtienila oloveným prstencom so žliabkom, do ktorého sa vložil žiarič.

Optimálna vzdialenosť skúmanej látky od prstencového žiariča (keď je rozlišovacia schopnosť najväčšia), umiestneného v profilovanom žliabku oloveného tienidla, určila sa zo vzťahu (obr. 2):

$$h(\alpha_{\max}) = \frac{2r}{\text{tg } \alpha_1 + \text{tg } \alpha_2}$$

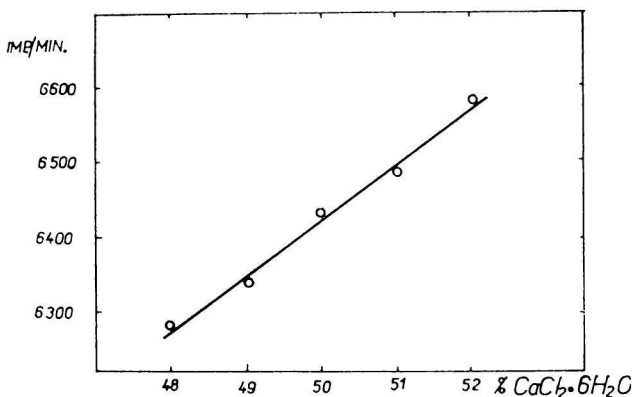
Pre náš prípad (obr. 1), keď  $\alpha_2 = 0$ ,  $\alpha_1 = \frac{\pi}{4}$ , dostaneme:

$$h(\alpha_{\max}) = 2r = 3,8 \text{ cm.}$$

Vzdialenosť skúmanej látky od prstencového žiariča sme teda zvolili na 3,8 cm.

### Pracovný postup

Skúmaná látka, ktorá pri našich pokusoch bola v kvapalnej alebo mastovej forme, bola v Petriho miske v hrúbke (1,5 cm) väčšej, než zodpovedá hodnote nasýtenej vrstvy ( $\sim 60 \text{ mg/cm}^2$ ), vo vzdialenosti 3,8 cm od prstencového žiariča. V prípade mastových preparátov sme sa snažili pripraviť látky na meranie tak, aby ich povrch bol dokonale hladký. Dĺžku časového intervalu všetkých meraní sme volili tak, aby stredná relatívna kvadratická chyba nepresahovala 0,5 %. Pri analýzach sme pracovali podľa kalibračnej krivky, ktorú sme zostrojili pomocou preparátov so známym obsahom stanovovanej zložky. Kalibračnú krivku sme zostrojili vynesím závislosti efektu odrazu (priamo v imp./min.) v závislosti od percentuálneho množstva hľadanej zložky. Pomocou takto zostrojenej kalibračnej krivky sme potom mohli za krátky čas (1—15 minút) určiť obsah stanovovaných zložiek v skúmanej vzorke. Pre ilustráciu je na obr. 3 uvedená kalibračná krivka pre roztok chloridu vápenatého. V priebehu merania všetky faktory, ktoré by sa mohli meniť, musia byť rovnaké: treba použiť tú istú Petriho misku (alebo inú kvetu), ten istý zdroj žiarenia a tú istú GM počítaciu trubicu.



Obr. 3. Kalibračná krivka pre ohodnotenie koncentrácie roztoku chloridu vápenatého.

## Výsledky analýz

V tab. 1 sú zachytené výsledky analytického ohodnotenia roztokov glukonanu vápenatého v rozmedzí koncentrácií používaných pre injekčné roztoky. Výsledky stanovenia získané meraním intenzity odrazeného beta žiarenia sa porovnali s výsledkami získanými komplexometrickou titráciou. Pri počítaní rozdielu výsledkov pri oboch postupoch výsledok komplexometrického stanovenia sa bral za 100 %.

Tabuľka 1

Vzorka č.	Teoret. % glukonanu vápenatého	% glukonanu vápenatého stanovené komplexometricky	% glukonanu vápenatého stanovené odrazovou metódou	Rozdiel v %
1	9,00	8,91	9,07	+1,796
2	9,50	9,46	9,43	-0,317
3	10,00	10,04	9,92	-1,197
4	10,50	10,50	10,55	+0,476
5	11,00	10,94	11,01	+0,640

V tab. 2 sú uvedené výsledky získané pri roztokoch chloridu vápenatého v približnej koncentrácii podľa ČsL 2. Výsledky stanovenia sa porovnali s výsledkami získanými argentometricky.

Tabuľka 2

Vzorka č.	Teoret. % CaCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O	% CaCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O stanovené argentometricky	% CaCl <sub>2</sub> · 6H <sub>2</sub> O stanovené odrazovou metódou	Rozdiel v %
1	48,00	47,97	48,08	+0,229
2	49,00	48,85	48,90	+0,1025
3	50,00	50,18	50,05	-0,259
4	51,00	50,91	50,87	-0,0786
5	52,00	52,07	52,10	+0,0576

V tab. 3 sú výsledky pre preparáty žltej sírovej masti (Unguentum sulfuratam flavum). Výsledky stanovenia sa porovnali s výsledkami získanými komplexometrickou titráciou.

Vypracovaná metóda je pomerne veľmi rýchla, presná a pohodlná, vhodná na rýchlu prevádzkovú kontrolu. Skúmaná látka sa nespotrebováva. Zmena skupenstva, teplota skúmanej látky nemá vplyv na výsledky stanovenia. Používané meracie zariadenie je veľmi jednoduché a univerzálne a môže sa použiť na analýzu tuhých, tekutých a mastových prípravkov.

Tabuľka 3

Vzorka	Teoret. % CaCO <sub>3</sub>	% CaCO <sub>3</sub> v masti stanovené komplexometricky	% CaCO <sub>3</sub> v masti stanovené odrazovou metódou	Rozdiel v %
1	8,00	7,98	7,95	—0,376
2	8,40	8,48	8,50	+0,236
3	9,10	9,02	8,94	—0,886
4	9,80	9,85	9,83	—0,203

## Súhrn

Vypracovala sa jednoduchá a presná metóda na stanovenie zlúčenín vápnika napríklad v niektorých farmaceutických prípravkoch, kde prítomnosť uhličitanu vápenatého je dôležitá pre ich účinnosť, na základe merania intenzity odrazeného beta žiarenia. Pri meraní sa použil prstencový žiarič v spojení s GM počítacou trubicou. Vypracovaný postup je rýchly a vhodný pre sériové analýzy. Jeho výhodou je, že analyzovaný prípravok ostáva neporušený.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛЕЙ КАЛЬЦИЯ ИЗМЕРЕНИЕМ ИНТЕНСИВНОСТИ  
ОТРАЖЕННОГО  $\beta$ -ИЗЛУЧЕНИЯ

Ю. Тельдеш, М. Шаршунова, Я. Клас

Кафедра радиохимии и радиационной химии Словацкого политехнического института,  
Братислава

Областная контрольная лаборатория ОИЗ Западнoсловацкого края, Братислава

Был разработан простой и точный метод определения соединений кальция, например в некоторых фармацевтических препаратах, в которых присутствие углекислого кальция важно для их эффективности, на основе измерения интенсивности отраженного  $\beta$ -излучения. Для измерений был применен кольцеобразный источник в сочетании с газовым торцевым счетчиком. Определения по этому методу проводятся быстро, поэтому он удобен для серийных анализов. Его преимущество состоит в том, что анализируемый препарат не разрушается.

## BESTIMMUNG VON CALCIUMSALZEN DURCH MESSUNG DER INTENSITÄT DER RÜCKGESTREUTEN BETA STRAHLUNG

J. Tölgyessy, M. Šaršúňová, J. Klas

Lehrstuhl für Radiochemie und Strahlenchemie an der Slowakischen Technischen Hochschule, Bratislava

Kreiskontrollaboratorium KÚNZ des westslowakischen Kreisgebietes, Bratislava

Es wurde eine einfache und genaue Methode zur Bestimmung von Calciumverbindungen, z.B. in gewissen pharmazeutischen Präparaten, ausgearbeitet, in denen die Anwesenheit von Calciumcarbonat für die Wirksamkeit dieser Präparate wichtig ist, u.zw. auf der Grundlage einer Messung der Intensität der rückgestreuten Betastrahlung. Bei dieser Messung wurde ein Ringstrahler in Verbindung mit einem Geiger—Müller—Zählrohr verwendet. Dieses ausgearbeitete Verfahren ist rasch durchführbar und für die Vornahme von Serienanalysen geeignet. Sein Vorteil besteht namentlich darin, dass das analysierte Präparat unbeschädigt bleibt.

## LITERATÚRA

1. Tölgyessy J., *Jadrové žiarenie v chemickej analýze*, 101—117. Slovenské vydavateľstvo technickej literatúry, Bratislava 1962.
2. *ČsL 2*, Praha 1954.
3. *Americký liekopis USP XV*, New York 1953.
4. Fresenius J., *Handbuch der analytischen Chemie*, Teil III. Springer Verlag, Berlin 1940.
5. Přibil R., Čihalík J., Doležal J., Simon V., Zýka J., *Českoslov. farm.* **5**, 1477 (1953).
6. Šaršúňová M., *Českoslov. farm.* **5**, 217 (1956).
7. *ČsL 2, Doplňok 1*, Praha 1959.
8. Šaršúňová M., Tölgyessy J., Majer J., *Českoslov. farm.* **9**, 68 (1960).

Do redakcie došlo 29. 3. 1962

*Adresa autorov:*

*Doc. inž. Juraj Tölgyessy, C. Sc., prom. chemik Ján Klas, Katedra rádiochemie a radiačnej chémie SVŠT, Bratislava, Kollárovo nám. 2.*

*Dr. PhMr. Magda Šaršúňová, C. Sc., Krajské kontrolné laboratórium KÚNZ Západoslovenského kraja, Bratislava, Radlinského 20.*