

ODREĐIVANJE METALNIH IONA I RADIONUKLIDA U GAZIRANIM PIĆIMA

Martina Rožmarić^{1*}, Snježana Zagorec², Matea Rogić¹, Astrid Gojmerac Ivšić²

¹Laboratorij za radioekologiju, Institut Ruđer Bošković, Bijenička cesta 54, Zagreb, Hrvatska

²Environment Laboratories, International Atomic Energy Agency, 4 Quai Antoine 1er, MC 98000, Monaco

²Prirodoslovno-matematički fakultet, Zavod za analitičku kemiju, Horvatovac 102 A, Zagreb, Hrvatska

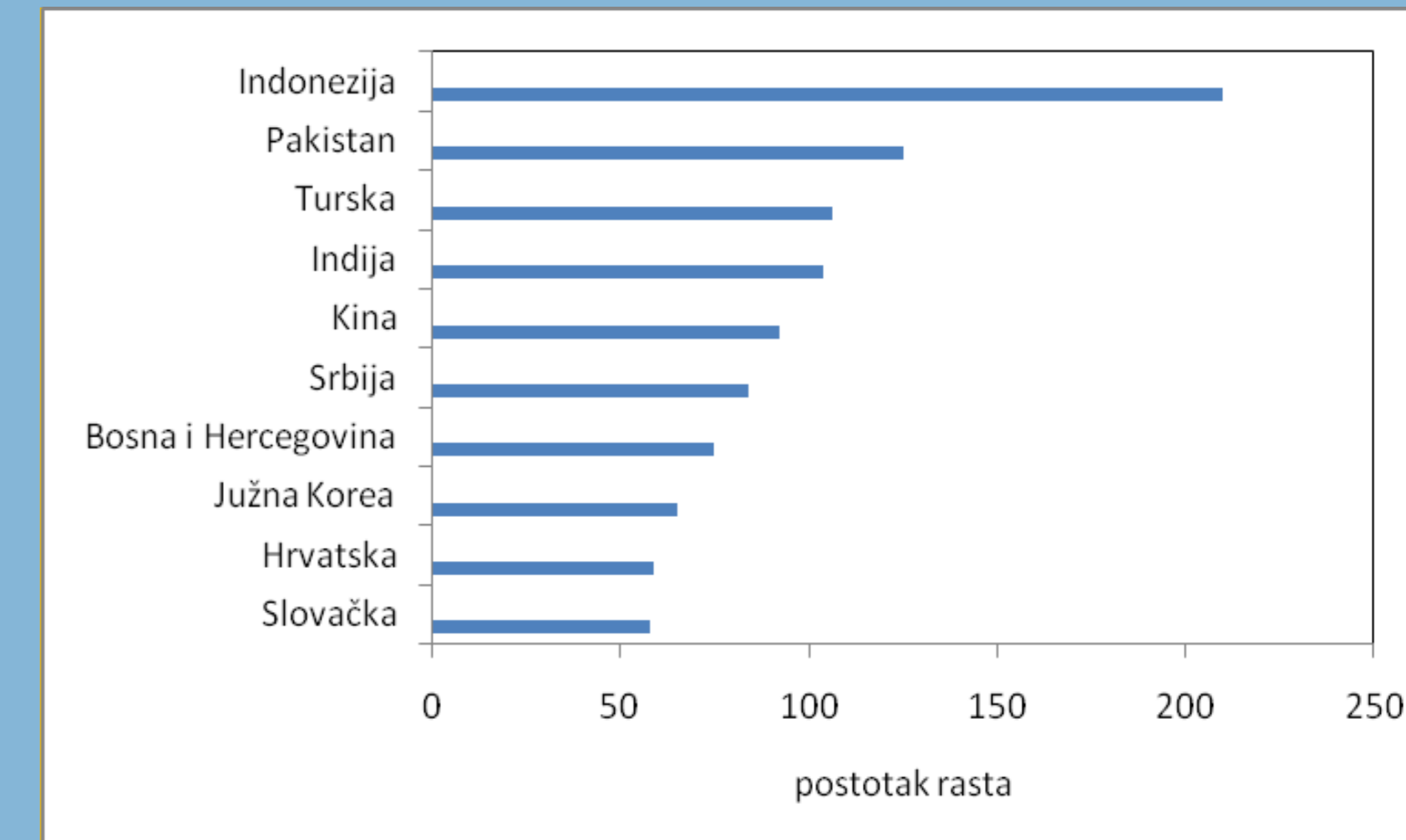
UVOD

Zašto gazirana pića?

- Svakodnevno se konzumiraju unatoč niskoj nutritivnoj vrijednosti
- Stalno rastuće tržište - Hrvatska bilježi porast od 50 % u periodu 1998. - 2003.
- Kvaliteta vode za proizvodnju iznimno visoka - nužna kontrola kvalitete

SVRHA RADA

- Određivanje pH vrijednosti te masenih koncentracija alkalijskih i zemnoalkalijskih metalnih iona
- Razrada jednostavnih postupaka izolacije (i uklanjanja smetajućih elemenata) upotrebom ionskih izmjenjivača za:
 - određivanje niskih koncentracija prijelaznih metala - Fe, Zn, Mn i Cu
 - određivanje niskih koncentracija aktivnosti ⁴⁰K, ¹³⁷Cs i ⁹⁰Sr



Najbrže rastuća tržišta gaziranih pića u svijetu (1998. – 2003.)

EKSPERIMENTALNI DIO

- Mjerenje pH vrijednosti – prijenosni pH-metar Mettler Toledo Portable Lab™ MX 300
- Određivanje metalnih iona – AES/AAS (Perkin Elmer 3110)
 - makroelementi (Na, K, Ca, Mg) – razrjeđivanje uzorka
 - mikroelementi (Fe, Zn, Mn, Cu) – ukoncentriravanje analita ionsko-izmjenjivačkom kromatografijom



Atomski apsorpcijski spektrometar

- Vežanje metalnih iona na kationskim izmjenjivačima:
 - Amberlite IR-120 (H⁺ oblik)
 - Dowex 50WX8-200 (H⁺ oblik)
- Odjeljivanje elemenata na anionskom izmjenjivaču:
 - Amberlite CG-400 u NO₃⁻ obliku

- Detekcija radioaktivnih izotopa:

- ⁴⁰K i ¹³⁷Cs – HPGe detektor
- ⁹⁰Sr – tekućinski scintilacijski detektor (LSC) – Čerenkovljevo brojanje



Tekućinski scintilacijski brojač



Gama spektrometar

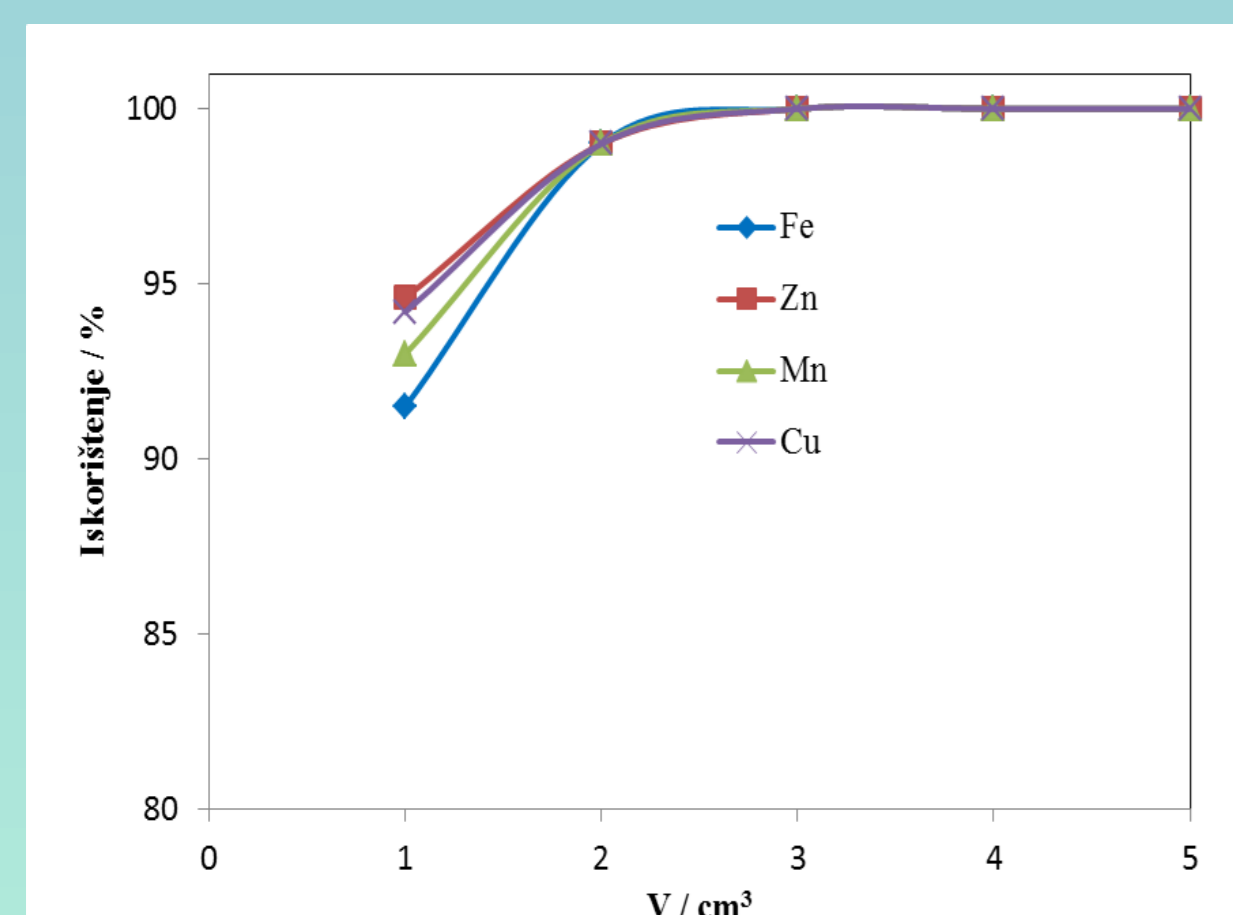
pH vrijednosti i masene koncentracije (mg dm⁻³) Na, K, Ca, Mg, Fe i Zn u ispitivanim uzorcima

| Uzorak | pH | γ (Na) | γ (K) | γ (Ca) | γ (Mg) | γ (Fe) | γ (Zn) |
|----------------|------|--------|-------|--------|--------|--------|--------|
| GP-1 | 2,61 | 26,9 | 30,4 | 11,2 | 13,4 | 1,34 | IGD |
| GP-2 | 2,62 | 34,9 | 54,3 | 18,2 | 11,2 | 1,41 | IGD |
| GP-3 | 2,46 | 53,8 | 7,7 | 12,0 | 11,5 | 1,30 | IGD |
| GP-4 | 2,50 | 18,8 | 1,45 | 4,86 | 0,58 | 1,29 | IGD |
| vodovodna voda | 6,99 | 25,5 | 3,16 | 102,0 | 26,2 | 0,20 | 2,06 |

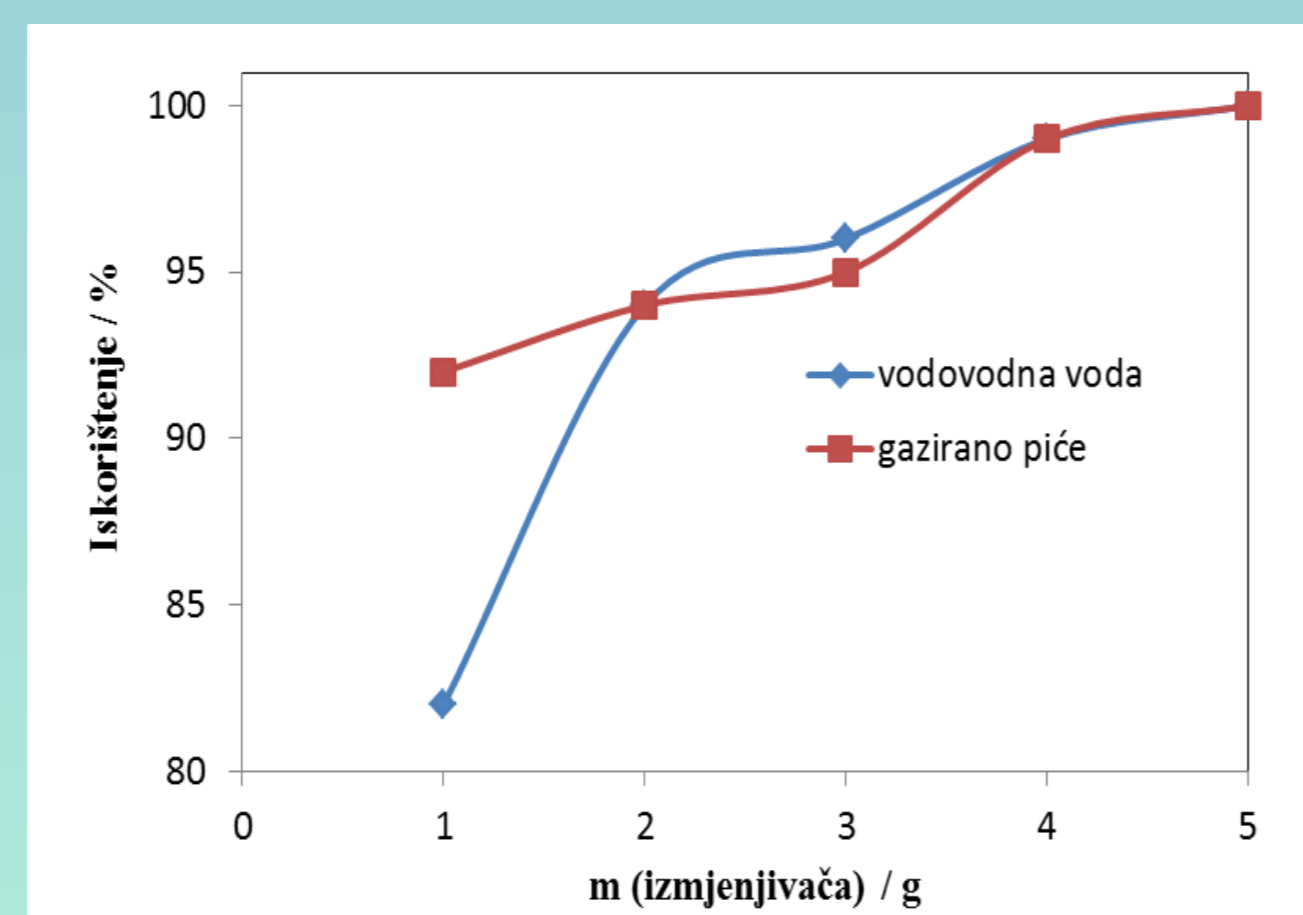
Koncentracije aktivnosti (Bq m⁻³) ⁴⁰K, ¹³⁷Cs i ⁹⁰Sr u ispitivanim uzorcima

| Uzorak | A (⁴⁰ K) | A (¹³⁷ Cs) | A (⁹⁰ Sr) |
|--------|----------------------|------------------------|-----------------------|
| GP-1 | 940 | < 0,1 | < 1,0 |
| GP-2 | 1680 | < 0,1 | < 1,0 |
| GP-3 | 240 | < 0,1 | < 1,0 |
| GP-4 | < 1,8 | < 0,1 | < 1,0 |

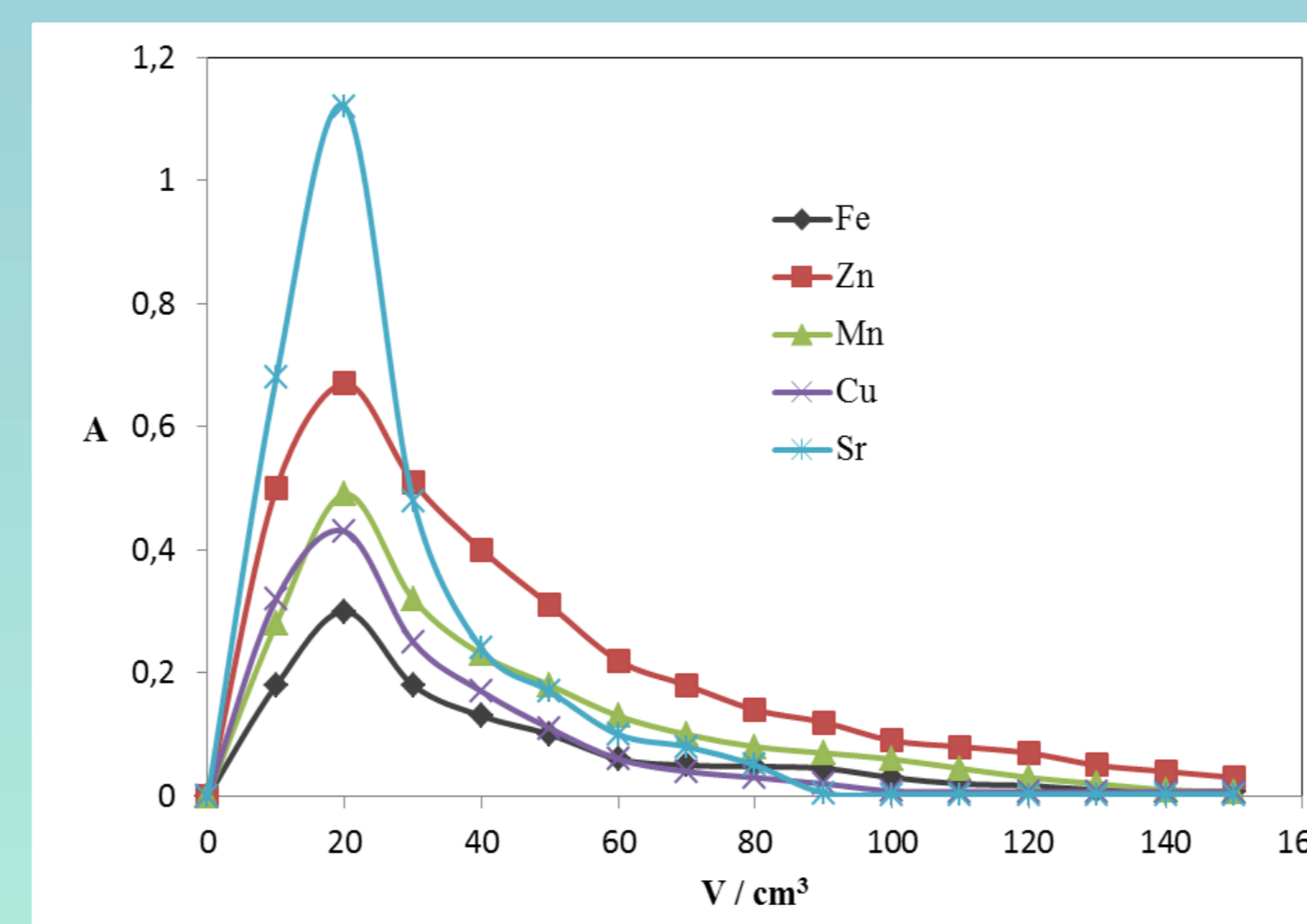
IGD – ispod granice detekcije



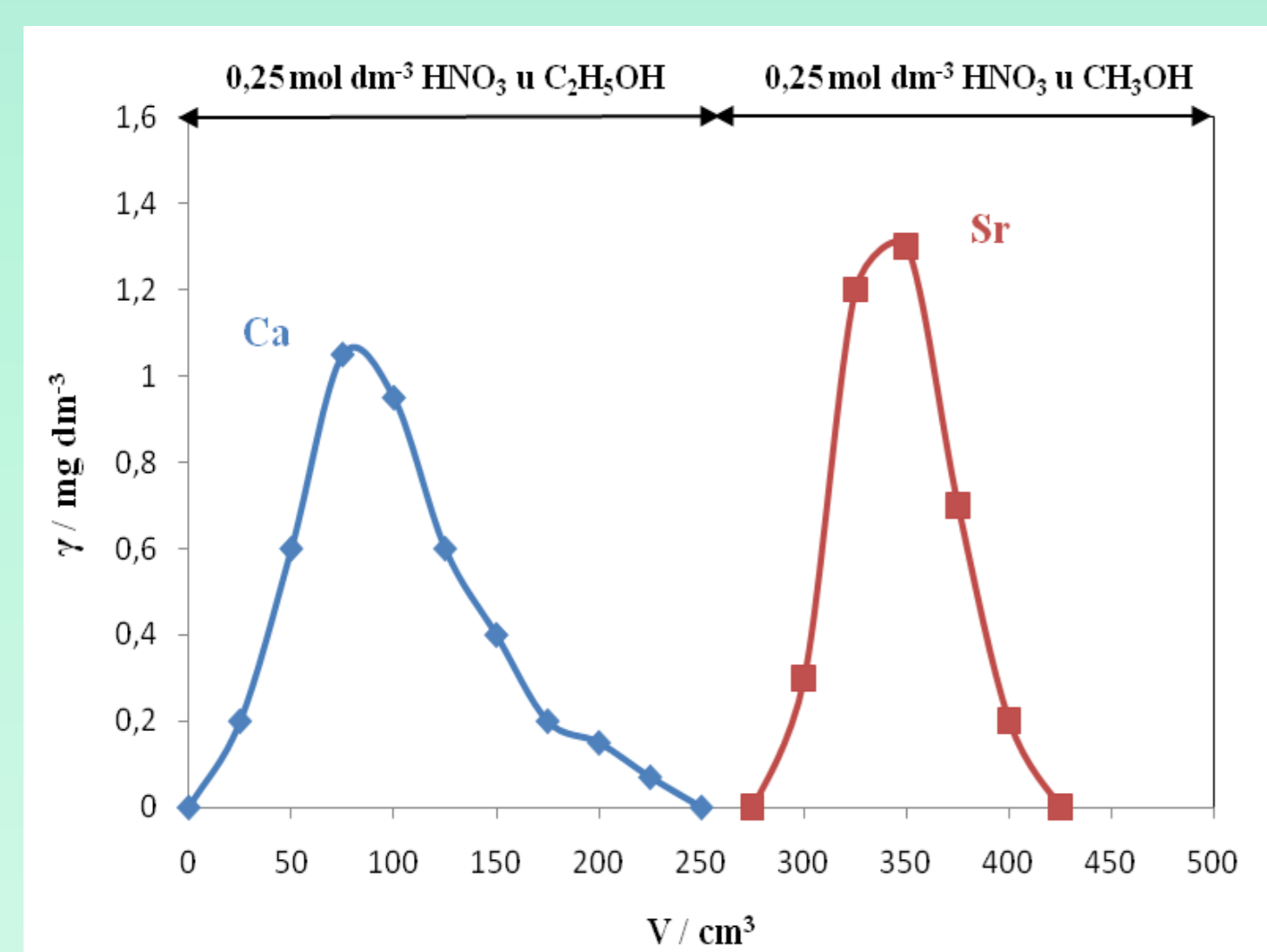
Ovisnost iskorištenja vežanja metalnih iona o masi kationskog izmjenjivača Amberlite IR-120



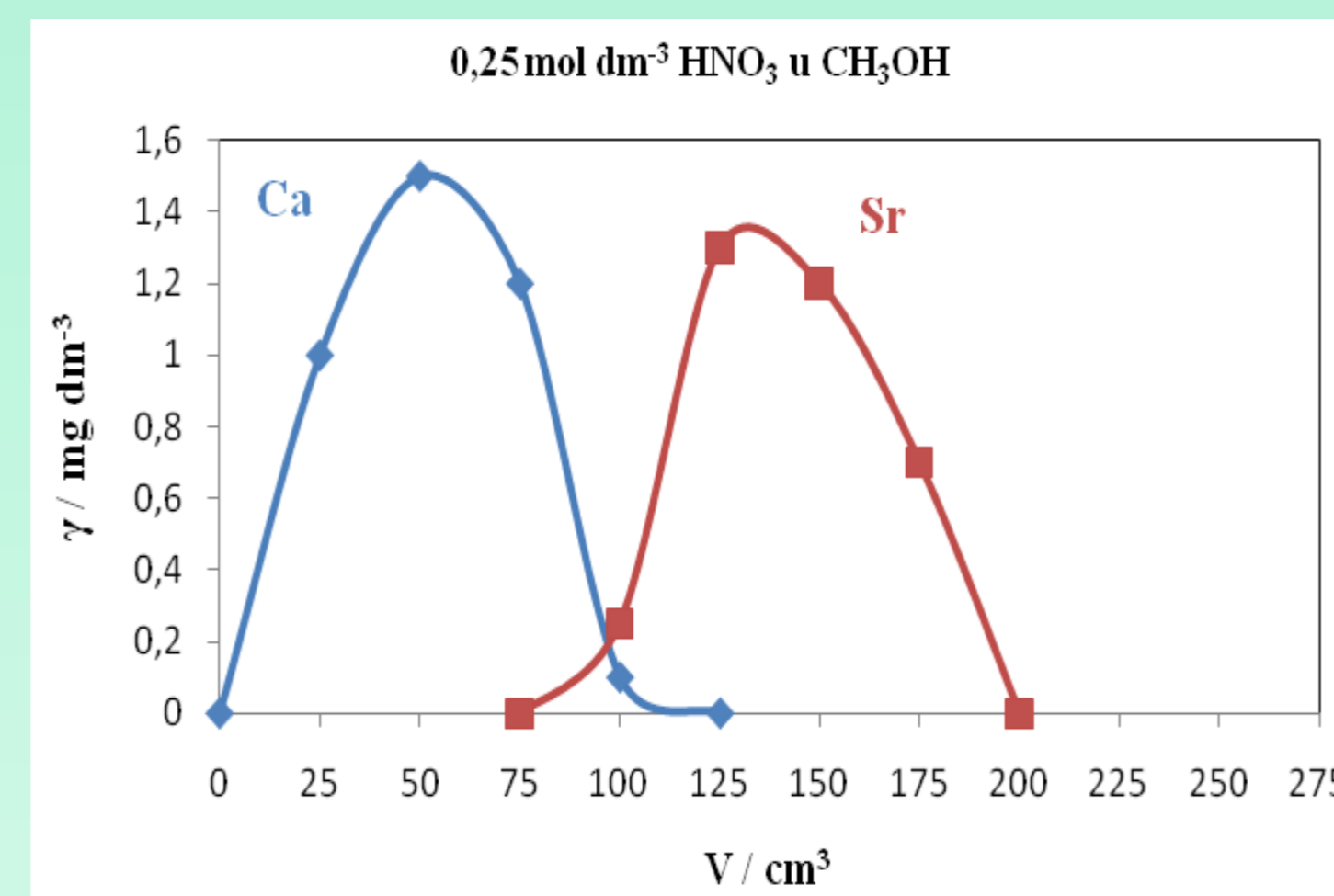
Ovisnost iskorištenja vežanja Sr o masi kationskog izmjenjivača Amberlite IR-120



Krivulje eluiranja metalnih iona vežanih iz modelnog uzorka s kationskog izmjenjivača Amberlite IR-120 (promjer kolone Φ = 1 cm, visina kolone l = 25 cm, visina stupca izmjenjivača h = 15 cm, masa izmjenjivača m = 5 g) uz 5 mol dm⁻³ HNO₃ kao eluens



Odjeljivanje stroncija od kalcija na koloni punjenoj anionskim izmjenjivačem Amberlite CG-400 (NO₃⁻ oblik) eluiranjem s 0,25 mol dm⁻³ HNO₃ u metanolu i etanolu (promjer kolone Φ = 1 cm, visina kolone l = 25 cm, visina stupca izmjenjivača h = 15 cm, masa izmjenjivača m = 5 g, protok 1 cm³ min⁻¹)



REZULTATI I RASPRAVA

- Niske pH vrijednosti gaziranih pića – posljedica dodatka CO₂ i regulatora kiselosti u procesu proizvodnje
- Na, K, Ca i Mg moguće je direktno odrediti (AAS/AES)
 - povišene koncentracije K i Na u odnosu na vodovodnu vodu – posljedica dodatka aditiva (natrijev citrat, natrijev fosfat, kalijev karbonat itd.)
 - koncentracije Ca i Mg znatno niže – posljedica obrade industrijske vode namijenjene za proizvodnju gaziranih pića (omekšavanje)
- Fe, Zn, Mn i Cu nije moguće direktno odrediti
 - ukoncentriravanje na kationskom izmjenjivaču Amberlite IR-120
 - 3 – 4 g izmjenjivača po litri uzorka
 - potpuno eluiranje metalnih iona s (100-150) cm³ 5 mol dm⁻³ HNO₃
- Koncentracije Zn, Mn i Cu – ispod granica detekcije (IGD) i nakon postupka ukoncentriravanja
- Fe blago povišeno vjerojatno uslijed korozije materijala od kojih je izrađena oprema za proizvodnju gaziranih pića
- Koncentracije aktivnosti ⁴⁰K, ¹³⁷Cs i ⁹⁰Sr moguće odrediti nakon ukoncentriravanja na kationskim izmjenjivačima
- ⁹⁰Sr odijeljen od smetajućih elemenata (posebno kalcija) na anionskom izmjenjivaču uz 0,25 mol dm⁻³ HNO₃ u metanolu i etanolu
- Koncentracije aktivnosti ⁴⁰K linearno ovise o ukupnoj koncentraciji otopljenog kalija
- Koncentracije aktivnosti ¹³⁷Cs i ⁹⁰Sr – ispod granica detekcije (IGD)

ZAKLJUČAK

- Izrazito niska pH vrijednost gaziranih pića
- Direktno određivanje Na, K, Ca i Mg (AAS/AES)
- Optimirana metoda ukoncentriravanja Fe, Zn, Mn i Cu na kationskom izmjenjivaču
- Razvijena metoda za određivanje ⁴⁰K, ¹³⁷Cs i ⁹⁰Sr

ZAHVALA

Rad je financiran sredstvima Ministarstva znanosti, obrazovanja i športa Republike Hrvatske «Radionuklidi i elementi u tragovima u okolišnim sustavima»

[1] B. Levaj, Osvježavajuća bezalkoholna pića, Interna skripta Prehrambeno-biotehnološkog fakulteta, Zagreb, 2008.
 [2] R. E. S. Froes, W. B. Neto, R. L. P. Naveira, N. C. Silva, C. C. Nascentes, J. B. B. da Silva, Microchem. J. 92 (2009) 68–72.
 [3] G. Espinosa, I. Hernandez-Ibarriaga, J. I. Golzarri, J. Radioanal. Nucl. Chem. 282 (2009) 401–404.
 [4] Ž. Grahek, I. Eškinja, Š. Cerjan, S. Lulić, K. Kvastek, Anal. Chim. Acta, 379 (1999) 107–119.