

SEPARACIÓN DEL Sr⁹⁰-CA EN MUESTRAS DE LECHEs - PRIMERA PARTE

D. Inés Delmás R., Dolores Rivera C. y Aldo Guzmán D.

Universidad Nacional mayor de San Marcos, Facultad de Química e Ingeniería Química
Departamento de Química Analítica
Av. Venezuela s/n, Lima-Perú

Abstract: It is shown a chemical method to separate Sr⁹⁰/Ca/Ba from milky samples in order to reduce expenses. The separation of Ca from Sr⁹⁰/Ba is carried out in ethanol. Ca is evaluated by permanganometry method while the Ba is separated as BaCrO₄ and the Sr⁹⁰ is precipitated as oxalate. The recovery of Sr⁹⁰ is done by using a trace trailing of Sr⁸⁵ which is quantified by spectrometry. The result of the first part shows a chemical recovery of between 79 - 80% and the separation factors are equivalent to 1.

Key words: Sr⁹⁰ in milks, radiochemical separations, Sr⁹⁰ contamination, radioactive contamination

Resumen: Se ensaya un método químico para separar Sr⁹⁰/Ca/Ba en muestras de leche, con el objetivo de abaratar costos. Se separa Ca de Sr⁹⁰/Ba en medio etanólico evaluándolo luego por permanganimetría; en tanto que el Ba se separa por precipitación como cromato y finalmente se precipita al Sr⁹⁰ como oxalato. Se evalúa la recuperación química de Sr⁸⁵ haciendo uso de un trazador el mismo que es cuantificado espectrométricamente. Los resultados de la primera parte, muestran una recuperación química para Sr⁹⁰ del 79 - 80% y los factores de separación son equivalentes a 1.

Palabras claves: Sr⁹⁰ en leches, separaciones radioquímicas, contaminación por Sr⁹⁰. Contaminación radiactiva.

INTRODUCCIÓN

El Sr⁹⁰ llega al medio ambiente fundamentalmente a través del fall out radiactivo, este último se produce por las descargas de desechos gaseosos y líquidos de los reactores de potencias, o como escapes producidos en los ensayos nucleares.

Este isótopo se encuentra en equilibrio secular (actividades iguales) con el Y⁹⁰, ambos son emisores beta puros.

Desde el punto de vista radiosanitario, el Sr⁹⁰, es uno de los radioisótopos más tóxicos, debido a que es un emisor beta, y además su período de semidesintegración es largo (30 años).

Desde el punto de vista químico, este elemento pertenece al grupo de los alcalino térreos; por lo que sus propiedades químicas son similares al Ca y Ba, lo que explica que bioquímicamente se deposite en el sistema óseo de los seres vivos junto con el Calcio, desde donde se desintegra produciendo daño celular.

Uno de los caminos críticos para llegar al hombre es a través de los productos lácteos. Nuestro país no posee producción láctea suficiente para satisfacer el mercado nacional razón por la cual importa estos productos de

países del hemisferio norte (Holanda, Francia, etc.), en donde los niveles radiactivos del medio ambiente son superiores a los nuestros.

Los métodos analíticos recomendados por la Comunidad Económica Europea y la Agencia Internacional de Energía Atómica (AIEA) son sumamente costosos en nuestro medio, debido a que todos los insumos utilizados son de importación y uso restringido, razón por la que el control de los niveles radiactivos específicos del Sr⁹⁰ : Y⁹⁰ en alimentos importados son nulos y sólo se realizan en situaciones de emergencia.

El presente trabajo tiene como objetivo buscar y probar una alternativa analítica, que permita abaratar costos, usando insumos también importados pero de menores costos, así como mantener eficiencia analítica de separación Ca/Sr/Ba en productos lácteos.

SÍNTESIS DEL MÉTODO ANALÍTICO PROPUESTO

Incinerar leches hasta cenizas blancas, luego lixiviar el Ca, Ba, Sr, etc. con HNO₃, convirtiendo las sales a nitratos que luego son llevados a sequedad. El Ca(NO₃)₂ es solubilizado y separado con etanol absoluto, en tanto que los Ba(NO₃)₂ y Sr(NO₃)₂ permanecen como precipitados; estos últimos son solubles en agua.

Ajustando el pH entre 4 y 5 se separa el Ba por precipitación con dicromato de amonio. Finalmente el Sr⁹⁰ se precipita como carbonato y posteriormente se reprecipita como oxalato. Este último debe dejarse en reposo por 21 días para que alcance el equilibrio secular con el Y⁹⁰; usando un portador isotópico de Y puede ser cuantificado en un detector beta de bajo fondo. La actividad obtenida del Y⁹⁰, será idéntica a la del Sr⁹⁰.

El calcio presente en las muestras se evalúa por método permanganométrico.

RESULTADOS

El avance de esta primera parte está referida a definir parámetros químicos y radioquímicos para separar Sr/Ca/Ba.

Los resultados presentados son el promedio de tres análisis.

En el **cuadro 1**, se presenta la calibración de portadores, usando métodos gravimétricos.

En el **cuadro 2**, se encuentra la determinación del volumen de etanol necesario para solubilizar Ca(NO₃)₂ en presencia de Ba(NO₃)₂ y Sr(NO₃)₂.

En el **cuadro 3**, se muestra la recuperación química (RQ) y los factores de separación (FS).

En el **cuadro 4**, presenta la recuperación radiactiva del Sr y los factores de separación. Para ello se usó Sr⁸⁵, isótopo que tiene ventaja de ser emisor gamma, t_{1/2} de 60 días y las propiedades químicas del Sr⁹⁰ y el Sr estable.

Cuadro 1. Calibración de portadores

Elementos	Conc. Teórica (mg/mL)	Conc. Práctica (mg/mL)
Ca	20	20,59
Ba	10	12,05
Sr	10	14,01

Cuadro 2. Determinación de volumen ideal de etanol para separar Ca(NO₃)₂

Volumen de etanol (mL)	% de solubilidad de Ca(NO ₃) ₂
1	30
2	45
3	52
4	80
5	98
8	100
10	100

Cuadro 3: Recuperaciones químicas y factores de separación

Elem	Conc. Inicial (mg)	Conc. Final (mg)	%RQ	FS *Ba/Sr **Sr/Ca
Ca	104,50	90,0	86	----
Ba	12,05	8,9	74	* 1,16
Sr	14,01	12,04	86	** 1,00

Cuadro 4. Recuperación radioquímica para Sr.

Actividad añadida (Bq)	Actividad recuperada (dps)	%RQ Sr
13,87	10,88	78,44
13,87	11,22	80,89
13,87	11,05	79,67

Detector: NaI:TI, asociado a multicanal Norlend de 4096 canales
 Tiempo de contaje: 2 000 s
 Eficiencia de contaje Sr = 0,104
 Nivel de Confianza = 95%

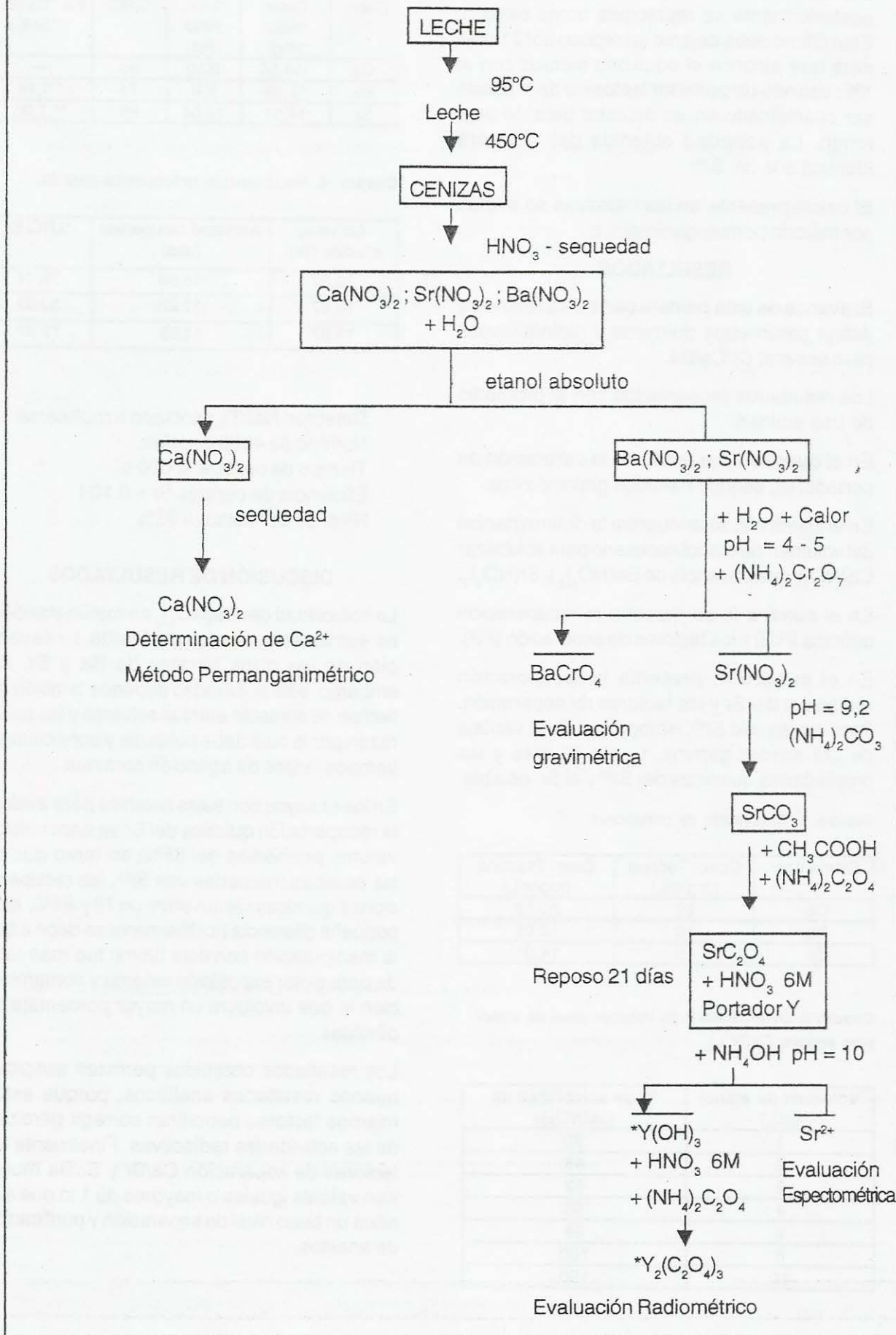
DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La solubilidad del Ca(NO₃)₂ en medio etanólico es sumamente alta lo que facilita su separación de los otros nitratos de Ba y Sr. Sin embargo, esta solubilidad depende también del tiempo de contacto entre el solvente y las sales, razón por la cual debe cuidarse y considerarse tiempos largos de agitación continua.

En los ensayos con sales estables para evaluar la recuperación química del Sr se encontraron valores promedios del 85%; en tanto que en las pruebas marcadas con Sr⁸⁵, las recuperaciones químicas varían entre un 78 y 81%, esta pequeña diferencia posiblemente se debe a que la manipulación con este último fue más rápida para evitar exposición externa y contaminación lo que involucra un mayor porcentaje de pérdidas.

Los resultados obtenidos permiten auspiciar buenos resultados analíticos, porque estos mismos factores permitirán corregir pérdidas de las actividades radiactivas. Finalmente los factores de separación Ca/Sr y Sr/Ba muestran valores iguales o mayores de 1 lo que significa un buen nivel de separación y purificación de analitos.

DIAGRAMA DE FLUJO ANALÍTICO PROPUESTO



CONCLUSIONES

1. Habiéndose hecho pruebas preliminares de solubilización del $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ en cantidades equivalentes a 1/10 del contenido real en leche, el volumen de etanol absoluto a usarse estaría entre 50 - 80 mL cuidando de agitar la muestra en forma continua por 2 ó 3 horas consecutivas.
2. Los resultados obtenidos permiten concluir que el método propuesto cumple las expectativas analíticas de separación del Sr^{90} ; quedando pendiente las pruebas con uso de portador Ytrio.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] "Procedures for determination of stable elements and radionuclides in environmental samples." Public Health service Publication N° 999-RIA-10 1972 P 2-1 a 2-13.
 - [2] "Food and Agriculture organization recommended Limits for radionuclide contamination of foods"; *Report of an Expert Consultation*, FAO, Roma 1986.
 - [3] Association of Official Analytical Chemists, "Sr-90 in milk ion-exchanges method" *Official Methods of Analysis - AOAC 14th edn, 2nd supplement*, AOAC, Washington, DC (1986), p. 996 - 998.
 - [4] Badnar L. Z., Percival D. R., "Analytical Chemistry Branch Procedures Manual Rep IDO-12096", Idaho National Engineering Lab, TD-1982.
 - [5] Borcharding J. Niesh. "An improved method for the determination of Sr-90 in large sample of sea water." *J. Radionuclide Chem.* **98** (1986) p. 127 - 131.
 - [6] Szabo A. S. "Method for calculation of Sr-90 activity in environmental samples," *Radio-Chem. Radicanal Lett* **54/5** (1982), p. 301 - 308.
 - [7] Petnov N. G. "Report determination of Sr-90 in bone ech via solvent extraction of Y-90." *Anal. Chem.* **37/4** (1965), p. 584 - 586.
 - [8] "Measurement of Radionuclides in food and the Environment Technical Reports Series." N° 295 (1989) p. 70 - 88.
-