

WFIIS	Katarzyna Pyzik Dorota Waławczyk	Rok 3	Zespół 4	Data wykonania: 18.03.2015
Ćwiczenie nr 4	„Otrzymywanie preparatów radiochemicznie czystych”			

1. Wstęp teoretyczny

Nośnik, jest to substancja która nie bierze udziału w procesie chemicznym, ale wprowadza się ją do roztworu w celu ułatwienia przebiegu reakcji, zbadania obecności mikroskładnika. Wyróżniamy:

- nośniki izotopowe: trwałe izotopy lub mieszaniny trwałych izotopów badanego pierwiastka.

Zachowanie się trwałego izotopu pozwala nam wnioskować o zachowaniu się pierwiastka promieniotwórczego, ponieważ ich właściwości chemiczne prawie się nie różnią

- specyficzne nośniki izotopowe: są to pierwiastki zbliżone pod względem właściwości chemicznych do badanego nośnika. Używa się ich, gdy pierwiastek promieniotwórczy nie posiada trwałych izotopów. Ich stosowanie jest możliwe dzięki procesom współkrystalizacji.

- niespecyficzne nośniki izotopowe: związki pierwiastków znacznie różniące się właściwościami od odpowiednich związków badanego pierwiastka. Ich działanie oparte jest na zjawisku adsorpcji (proces wiązania się cząsteczek na powierzchni lub granicy faz, powodujący lokalne zmiany stężenia)

Współstrącenie (współunoszenie) – proces przejścia mikro ilości substancji z roztworu do fazy stałej. Dzięki niemu możliwe jest wytrącanie z roztworu związku rozpuszczalnego w danych warunkach wraz z trudno rozpuszczalnym osadem makroskładnika, a w wyniku tego następuje zanieczyszczenie strącanego osadu substancjami, które w warunkach wytrącania są rozpuszczalne w roztworze.

Mikroskładnik zawsze ulega współunoszeniu z ciałem stałym powstającym przez krystalizację (proces powstania fazy krystalicznej) lub strącenie (wydzielanie składnika roztworu w postaci trudno rozpuszczalnego osadu, powstałego w wyniku reakcji), jeżeli może przyczyniać się do budowy normalnej sieci (jeżeli tworzy kryształy izomorficzne z kryształami makroskładnika). W innym przypadku mikroskładnik współstrąca się lub adsorbuje na ciele stałym jeżeli tworzy nierozpuszczalny związek z jonem przeciwnego znaku, który wchodzi w skład makroskładnika.

Mechanizmy, dzięki którym następuje współstrącanie:

- tworzenie kryształów mieszanych - zastępowanie jonów w sieci krystalicznej nośnika jonami współstrącanymi.

- okluzja – mechaniczne zatrzymywanie substancji obecnych w roztworze (adsorpcja obcych cząsteczek, które na skutek szybkiej krystalizacji zostają zatrzymane we wnętrzu osadu)

- adsorpcja – w tym procesie cząsteczki łączą się z powierzchnią tworząc wiązania chemiczne (najczęściej kowalencyjne)

Związek radiochemicznie czysty to związek wolny od obcych zanieczyszczeń promieniotwórczych. Aby uzyskać taki preparat, można usunąć zanieczyszczenia (poprzez reakcje chemiczne) lub dokonać

przemian mających na celu zamianę zanieczyszczenia z promieniotwórczego na nie promieniotwórcze. Czystość radiochemiczną znacznika określa się jako stosunek aktywności jego nominalnej formy chemicznej do aktywności wszystkich form znacznika.

W naszym doświadczeniu wykorzystano izotop promieniotwórczy siarki-35, o okresie półtrwania 87,3 dnia. Pierwiastek ten rozpada się poprzez rozpad beta minus dając izotop chloru-35. Energia procesu: 0,167 MeV.

2. Cel ćwiczenia

Tematem ćwiczenia było oczyszczenie fosforanu sodu od zanieczyszczeń ^{35}S (w formie jonów SO_4^{2-}) przez dwukrotne jego wytrącanie jako MgNH_4PO_4 .

3. Wykonanie ćwiczenia:

Najpierw wykonujemy pomiar zliczeń pustych ramek za pomocą licznika Geigera-Muillera, na których potem umieścimy sączek, aby wyznaczyć tło. Wyniki które otrzymaliśmy:

Aktywność ramki nr 1:

Numer pomiaru	Zarejestrowana aktywność $A_{\text{tła}}$ [cpm]	Niepewność pomiaru $u(A_{\text{tła}})$ [cpm]
1	23	4,796
2	22	4,690
3	25	5,000
Wartość średnia	23	8.366

Aktywność ramki nr 2:

Numer pomiaru	Zarejestrowana aktywność $B_{\text{tła}}$ [cpm]	Niepewność pomiaru $u(B_{\text{tła}})$ [cpm]
1	19	4,358
2	15	3,873
3	21	4,582
Wartość średnia	18	7.983

Prawdopodobieństwo wystąpienia n rozpadów w czasie t opisywana jest zależnością znaną w statystyce matematycznej jako rozkład Poissona, dlatego do obliczenia niepewności pomiaru skorzystamy z niepewności Poissona:

$$u(A_i) = \sqrt{A_i}$$

Dla ramki nr 1:

$$u(A_{t1a1}) = \sqrt{23} = 4,796$$

$$u(A_{t1a2}) = \sqrt{22} = 4,690$$

$$u(A_{t1a3}) = \sqrt{25} = 5,000$$

Dla ramki nr 2:

$$u(B_{t2a1}) = \sqrt{19} = 4,358$$

$$u(B_{t2a2}) = \sqrt{15} = 3,873$$

$$u(B_{t2a3}) = \sqrt{21} = 4,582$$

Dla pomiaru t_{1a} w ramce nr 1:

$$u(A_{sr\ t1a}) = \sqrt{(u(A_{t1a1}))^2 + (u(A_{t1a2}))^2 + (u(A_{t1a3}))^2}$$

$$u(A_{sr\ t1a}) = \sqrt{(4,796)^2 + (4,690)^2 + (5,000)^2} = 8,366$$

Dla pomiaru t_{2a} w ramce nr 2:

$$u(B_{sr\ t2a}) = \sqrt{(u(B_{t2a1}))^2 + (u(B_{t2a2}))^2 + (u(B_{t2a3}))^2}$$

$$u(B_{sr\ t2a}) = \sqrt{(4,358)^2 + (3,873)^2 + (4,582)^2} = 7,893$$

Następnie w zlewce przygotowaliśmy roztwór poprzez zmieszanie 4 cm³ Na₂HPO₄ oraz 6 cm³ H₂O korzystając z pipet szklanych. Do tak otrzymanego roztworu dodałyśmy 2 krople H₂³⁵SO₄. Kolejno z przygotowanego wcześniej roztworu odmierzyłyśmy za pomocą pipety po 3,5 cm³ i przelałyśmy do dwóch zlewek. Następnie dodałyśmy po 0,5 cm³ mieszaniny magnezjowej oraz 1 cm³ amoniaku. Gotowe roztwory po kolei wkładałyśmy do kubka grzewczego i mieszałyśmy, dopóki nie pojawił się osad, a ponieważ wykonywanie pomiaru w takiej temperaturze mogło skutkować wyparowaniem części roztworu bądź uszkodzeniem zlewek pomiar trwał dopóki nie pojawiła się na zlewce para. Roztwór z jednej ze zlewek przeniosłyśmy urządzenie do sączenia z pompką wodną, w wyniku tego na sączku zebrął się osad. Sączek ten przeniosłyśmy do pierwszej z ramek i wysuszyłyśmy pod specjalną lampą. Zawartość drugiej zlewki umieściłyśmy w fiolce a następnie w wirówce na 8 minut, jednocześnie dla zachowania równowagi po drugiej stronie umieściłyśmy fiolkę z taką samą objętością wody. Po odwirowaniu za pomocą specjalnej gruszki odciągnęłyśmy roztwór znad osadu. Pozostały osad rozpuściłyśmy w roztworze 0,5 cm³ HCl. oraz 3 cm³ Na₂SO₄. Kolejne czynności powtórzyłyśmy analogicznie jak w przypadku zlewki drugiej. Sączek z zebrany osadem umieściłyśmy w ramce drugiej i zmierzyłyśmy za pomocą licznika G-M aktywności.

Nasze wyniki:

Zmierzona aktywność ramki nr 1 z sączkiem po pierwszym wytrąceniu osadu:

Numer pomiaru	Zarejestrowana aktywność A_i [cpm]	Niepewność pomiaru $u(A_i)$ [cpm]
1	599	24,474
2	594	24,372
3	563	23,728
Wartość średnia	585	41.904

Zmierzona aktywność ramki nr 2 z sączkiem po drugim wytrąceniu osadu:

Numer pomiaru	Zarejestrowana aktywność B_i [cpm]	Niepewność pomiaru $u(B_i)$ [cpm]
1	92	9,592
2	97	9,848
3	94	9,695
Wartość średnia	94	16.820

Niepewność obliczyliśmy analogicznie do niepewności dla tła ramek.

Wartość średnia zarejestrowanej aktywności obliczona została przez nas jako średnia arytmetyczna 3 otrzymanych wyników.

Niepewność wartości średniej obliczymy korzystając z prawa przenoszenia niepewności.

Dla pomiaru w ramce nr 1:

$$u(A_{\text{śr}}) = \sqrt{(u(A_1))^2 + (u(A_2))^2 + (u(A_3))^2}$$

$$u(A_{\text{śr}}) = \sqrt{(24,474)^2 + (24,372)^2 + (23,728)^2} = 41,904$$

Dla pomiaru w ramce nr 2:

$$u(B_{\text{śr}}) = \sqrt{(u(B_1))^2 + (u(B_2))^2 + (u(B_3))^2}$$

$$u(B_{\text{śr}}) = \sqrt{(9,592)^2 + (9,848)^2 + (9,695)^2} = 16.820$$

po odjęciu tła dla poszczególnych ramek:

Numer przesącza	Zarejestrowana średnia aktywność po odjęciu tła $C_{sr\ i}$ [cpm]	Niepewność pomiaru [cpm]
1	562	42.731
2	76	18.618

Niepewność pomiaru obliczymy korzystając ze wzoru:

$$u(A_{\text{bez tła}}) = \sqrt{u(A_{sr})^2 + u(A_{tła\ sr})^2}$$

$$u(A_{\text{bez tła}}) = \sqrt{41,904^2 + 8,366^2} = 42,731$$

$$u(B_{\text{bez tła}}) = \sqrt{u(B_{sr})^2 + u(B_{tła\ sr})^2}$$

$$u(B_{\text{bez tła}}) = \sqrt{16,820^2 + 7,983^2} = 18,366$$

stosunek aktywności dwóch preparatów – po jednokrotnym i dwukrotnym strąceniu osadu wynosi :

$$\frac{C_{sr\ A}}{C_{sr\ B}} = \frac{562 - 76}{76} = 64\%$$

4. Wnioski

Jak widzimy aktywność zmalała około 7-krotnie. Jeżeli chcemy otrzymać preparat radiochemicznie czysty jego aktywność powinna wynosić 0. Wiemy jednak, że tej wartości nie odczytamy przy pomocy licznika, ponieważ występuje tło, które na samym początku zmierzaliśmy. Stąd też oczekiwana przez nas aktywność powinna mieć wartość mniejszą lub równą aktywności tła. Ponowne strącenie mogłoby nam dać wartość około 10 cpm. A więc kolejne powtórzenie procesu strącania osadu bądź jeszcze następne mogłaby nam pozwolić uzyskać preparat radiochemicznie czysty. Oznacza to, że otrzymane przez nas wyniki są wiarygodne i zgodne z przewidywaniami.

Widzimy, że osad z drugiej próbki wykazuje mniejszą aktywność od tego z próbki pierwszej. Oznacza to, że charakteryzuje się on wyższą czystością radiochemiczną niż pierwszy. Co potwierdza, że powtarzanie procesu strącania prowadzi do oczyszczania preparatu z pierwiastków radioaktywnych.

