

Wydział FiIS	1. Mikołaj Graczyk 2. Karolina Nowosad		Rok III	Grupa VII	Zespół III
<b>Pracownia Izotopowa WFiIS</b>	Temat: Wydzielanie <sup>234</sup> Th z azotanu uranylu.				Nr ćwiczenia 12
Data wykonania 25.03.2015	Data oddania 8.04.2015	Zwrot do popr.	Data oddania	Data zaliczenia	OCENA

## 0. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia było:

- wydzielenie  $^{234}\text{Th}$ , z azotanu uranylu metodą beznośnikowej ekstrakcji rozpuszczalnikiem,
- oznaczenie współczynnika ekstrakcji  $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ .

## 1. Wstęp teoretyczny

$^{234}\text{Th}$  jest jednym z produktów rozpadu promieniotwórczego uranu. Próbkę oczyszczonych chemicznie związków naturalnego uranu po upływie pewnego czasu zawiera kilka izotopów promieniotwórczych z rodziny uranowców, znajdujących się we wzajemnej równowadze.

Metody wyodrębniania mikroilości pierwiastków promieniotwórczych:

- **nośnikowe**(otrzymuje się preparaty o niższej aktywności właściwej),
- **bezośnikowe**(można otrzymać preparaty o wysokiej aktywności właściwej).

Najczęściej stosowanymi metodami bezośnikowymi wydzielenia izotopów są:

- **metody chromatograficzne**(chromatografia jonowymienna, chromatografia gazowa)
- **metody ekstrakcji rozpuszczalnikiem**.

**Ekstrakcja rozpuszczalnikiem** obejmuje ekstrakcję w układzie ciecz – ciecz, oraz ciecz – ciało stałe(ługowanie). Podczas ekstrakcji stykanie się roztworu zawierającego jedną lub więcej dających się ekstrahować substancji z nie mieszającym się rozpuszczalnikiem doprowadza do podziału ekstrahowanej substancji pomiędzy obie te fazy (wodną i organiczną).

**Prawo podziału Nersta(współczynnik podziału)**

$$k = \frac{C_1}{C_2} \quad (1) \quad \text{gdzie: } C_1 - \text{stężenie (aktywność) substancji w rozpuszczalniku (I),}$$

$$C_2 - \text{stężenie (aktywność) substancji w rozpuszczalniku (II).}$$

**Współczynnik ekstrakcji D**

$$D = \frac{\sum C_1}{\sum C_2} \quad (2)$$

Jeżeli substancja nie ulega w czasie procesu ekstrakcji żadnym zmianom w obu fazach, wodnej i organicznej, to współczynnik ekstrakcji jest równy współczynnikowi podziału.

**Procent ekstrakcji**

$$E = \frac{m_1}{m_0} \quad (3) \quad \text{gdzie: } m_1 - \text{ilość związku, która przeszła z fazy wodnej do fazy organicznej,}$$

$$m_0 - \text{początkowa ilość związku w fazie wodnej.}$$

## Zależność między procentem ekstrakcji, a współczynnikiem podziału

$$E = \frac{D \cdot 100}{D + V_1/V_2} \quad (4) \quad \text{gdzie: } V_1 - \text{objętość fazy wodnej,} \\ V_2 - \text{objętość fazy organicznej.}$$

## 2. Układ pomiarowy

W skład układu pomiarowego wchodzi:

- urządzenie do pomiaru aktywności z licznikiem scyntylacyjnym,
- rozdzielacz,
- szklane i automatyczne pipety o różnych objętościach,
- cylinder, zlewki.

Odczynniki wykorzystane podczas ćwiczenia:

- 10% roztwór azotanu uranylu,
- nasycony roztwór  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ,
- 3M  $\text{HNO}_3$ ,
- 6% roztwór cupferronu,
- chloroform,
- woda bromowa.

## 3. Metody pomiaru

W pierwszej kolejności odmierzone cylindrem  $10 \text{ cm}^3$  roztworu azotanu uranylu i przelano do zlewki. Następnie kroplami dodano nasycony roztwór węglanu amonowego, nastąpiło wytrącenie osadu, który z dalszym dozowaniem mieszaniny uległ rozpuszczeniu. Roztwór przelano do rozdzielacza, dodano  $2 \text{ cm}^3$  6 % roztworu cupferronu i  $10 \text{ cm}^3$  chloroformu. Otrzymaną mieszaninę wytrzęsiono przez 8 minut i zostawiono do rozdzielania. Następnie oddzielono fazę chloroformową (dolna warstwa) zawierającą  $^{234}\text{Th}$  od wodnej, pobrano  $4 \text{ cm}^3$  każdej z faz i zmierzono ich aktywność.

W drugiej części ćwiczenia do fazy chloroformowej dodano  $10 \text{ cm}^3$  3M  $\text{HNO}_3$  i  $4 \text{ cm}^3$  wody bromowej. Otrzymaną mieszaninę przelano do rozdzielacza, wytrzęsiono przez 8 minut i zostawiono do rozdzielania. Następnie oddzielono fazę chloroformową (dolna warstwa) od wodnej, pobrano  $4 \text{ cm}^3$  każdej z faz i zmierzono ich aktywność.

## 4. Wyniki pomiarów

**tabela 1**

Zestawienie wyników pomiarów dla fazy wodnej(W) i organicznej(O) dla pierwszej i drugiej części ćwiczenia.

	area	u(area) [%]	integral
$\text{O}_1$	10540	1,39	16980
$\text{W}_1$	310	10,70	770
$\text{O}_2$	109	19,10	299
$\text{W}_2$	7167	1,65	11160

## 5. Opracowanie wyników

### 5.1. Procent ekstrakcji toru

### 5.2. Współczynnik ekstrakcji D azotanu toru w układzie chloroform/woda

### 5.3. Masy toru i protaktynu w badanej próbce