

# PRIPREMA UZORAKA ZA ALFASPEKTROMETRIJSKA MJERENJA ELEKTRODEPOZICIJOM

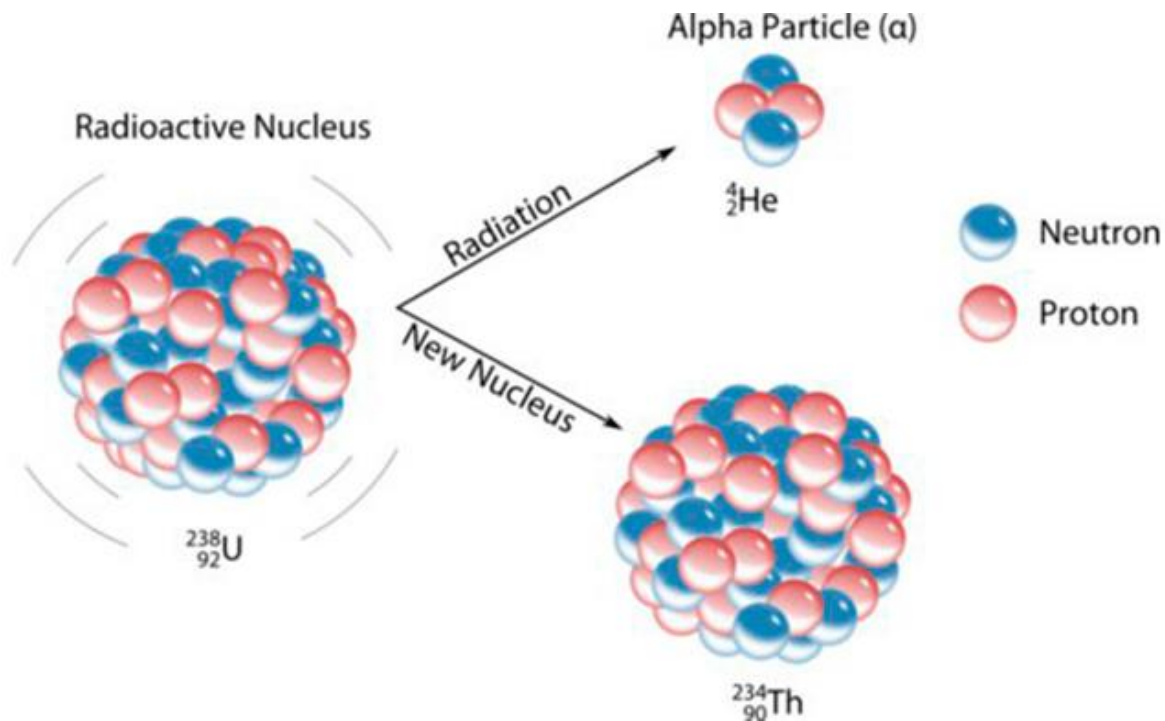
Kemijski seminar 1

Prema radu:

M. T. Crespo, A review of electrodeposition methods for the preparation of alpha-radiation sources, *Appl. Radiat. Isot.* 70 (2012), 210-215

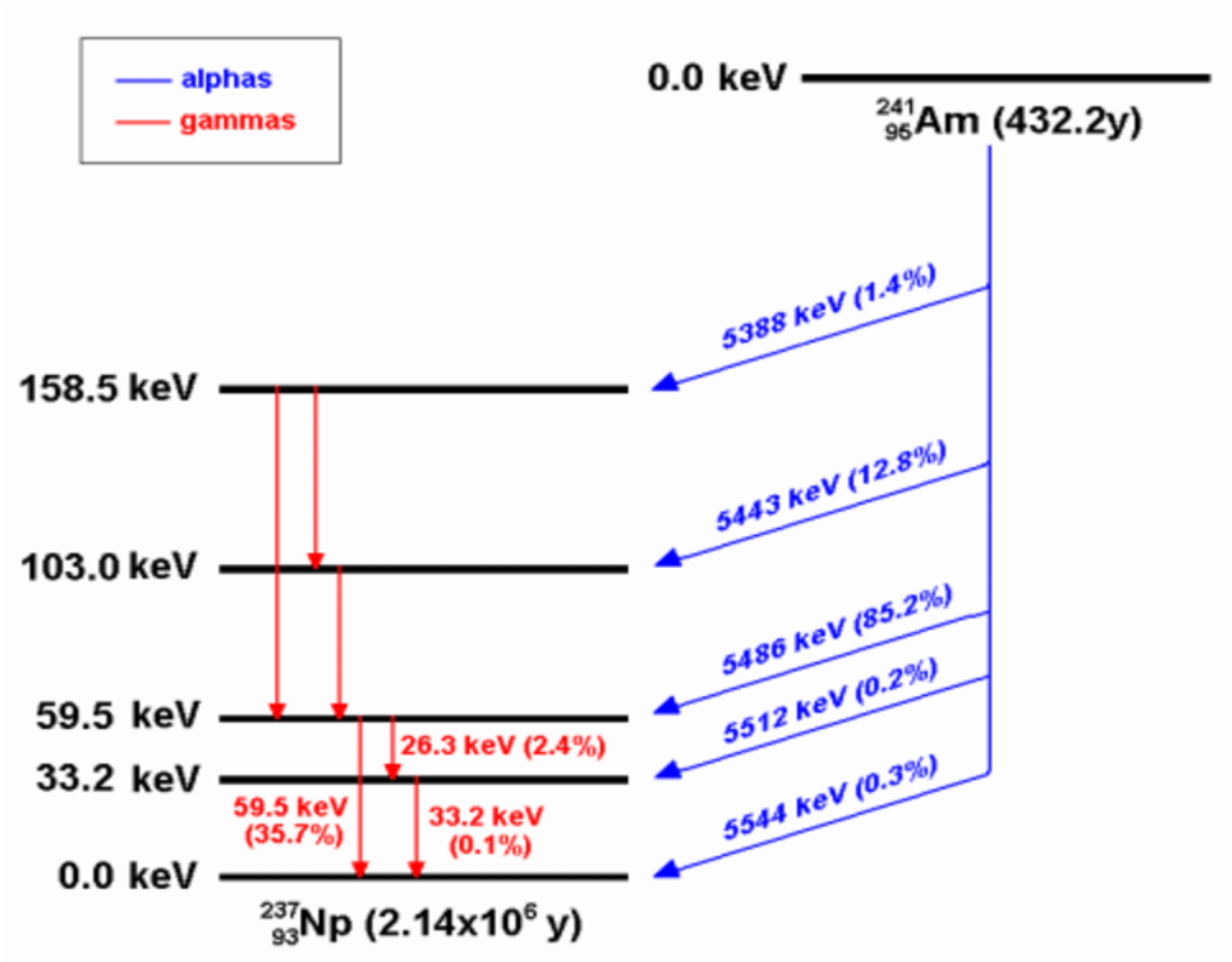


# ALFA ZRAČENJE



- ▶ izbacivanje jezgre helija ( $\alpha$  čestica) iz energetski nestabilne jezgre
- ▶ velika masa čestice
  - ▶ velika kinetička energije, ionizacijska moć
  - ▶ malena prodornost
- ▶ autoapsorpcija
- ▶ karakterističan za radionuklide s većim atomskim brojem od 83

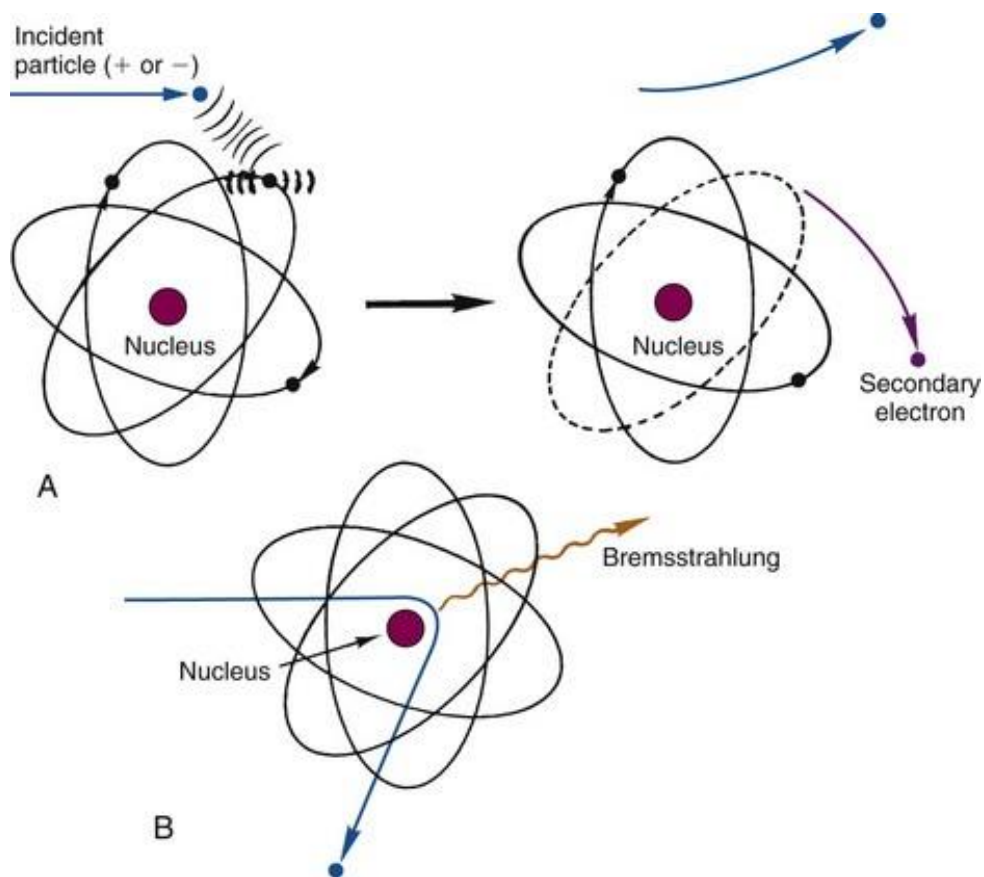




- ▶ diskretne energije
- ▶ energije između 2 i 8 MeV
- ▶ 815 radionuklida



# INTERAKCIJA S MATERIJOM



1. izbijanje elektrona iz elektronskog omotača - ionizacija
2. pobuda elektrona iz elektronskog omotača - otpuštanje fotona (zakočno zračenje, njem. *Bremstrahlung*)
3. sudar s jezgrom - raspršenje alfa čestice



- ▶ za ionizaciju molekula u zraku potrebno ~35 eV
- ▶ jedna  $\alpha$ -čestica energije 5 MeV može ionizirati ~140 000 atoma zraka
- ▶ mala prodornost - zaustavlja se prolaskom kroz ~3,5 cm zraka



# DETEKCIJA ALFA ZRAČENJA

uvjet za detekciju zračenja: interakcija s detektorom

ionizacija

otpuštanje fotona

alfa spektrometrija

tekućinsko scintilacijsko brojanje

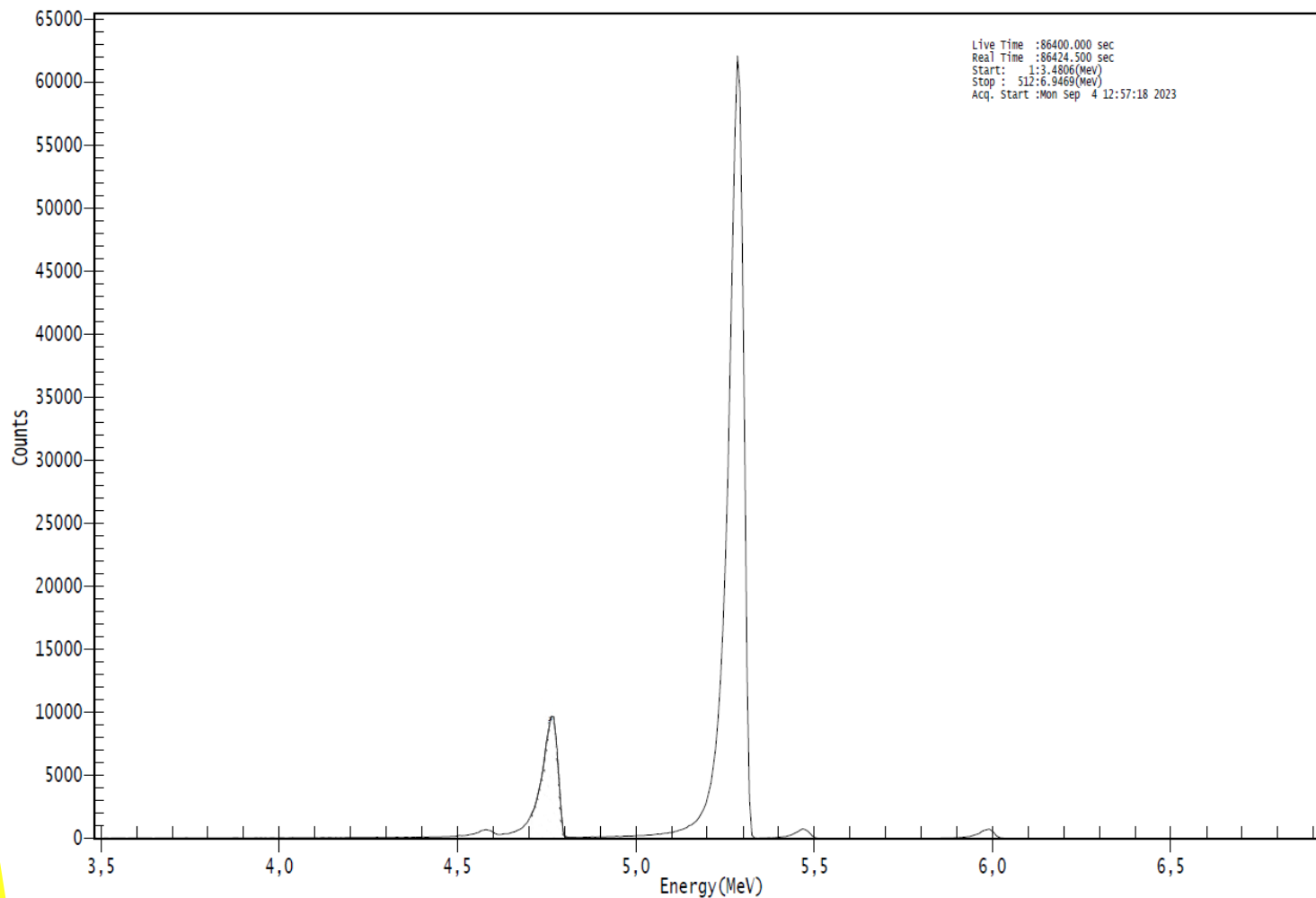


# VISOKOREZOLUCIJSKA ALFA SPEKTROMETRIJA

pasivirani ion-implantirani planarni Si  
detektor (*eng. passivated ion-implanted  
planar Si detector, PIPSi*)



# VISOKOREZOLUCIJSKA ALFA SPEKTROMETRIJA



tanki, homogeni sloj  
uzorka što bliže  
detektoru u vakuumu

- ▶ koprecipitacija i mikrofiltracija
- ▶ elektrodepozicija





# RADIOKEMIJSKA ANALIZA

## ▶ priprema uzorka za mjerenje koncentracije aktivnosti

1. ukoncentriravanje
2. separacija radionuklida
3. priprema za mjerenje

→ kvantitativna

→ ponovljiva

→ homogeni, tanki i stabilni sloj uzorka

## ELEKTRODEPOZICIJA



# ELEKTRODEPOZICIJA

- ▶ strujni krug: izvor, katoda, anoda, elektrolit
- ▶ radionuklidi deponirani na katodi - ne reducirane vrste, nego netopivi hidroksidi, Hansenova teorija
- ▶ oslobađanje elementarnog vodika, zaostaju hidroksilni anioni, stvara se gradijent koncentracije hidroksila, s velikom koncentracijom na površini katode - hidroksilni sloj

$$L_{\text{OH}} = L - \frac{c(\text{H}^+)D_{\text{H}}}{J}$$



# HANSENOVA TEORIJA

$$L_{\text{OH}} = L - \frac{c(\text{H}^+)D_{\text{H}}}{J}$$

- ▶ debljina hidroksilnog sloja određena je debljinom difuznog sloja
- ▶ veća gustoća električne struje daje deblji hidroksilni sloj
- ▶ manja koncentracija oksonijskog iona u ostatku otopine smanjuje hidroksilni sloj

$$J > \frac{c(\text{H}^+)D_{\text{H}}}{L}$$

$$c(\text{H}^+) < \frac{JL}{D_{\text{H}}}$$



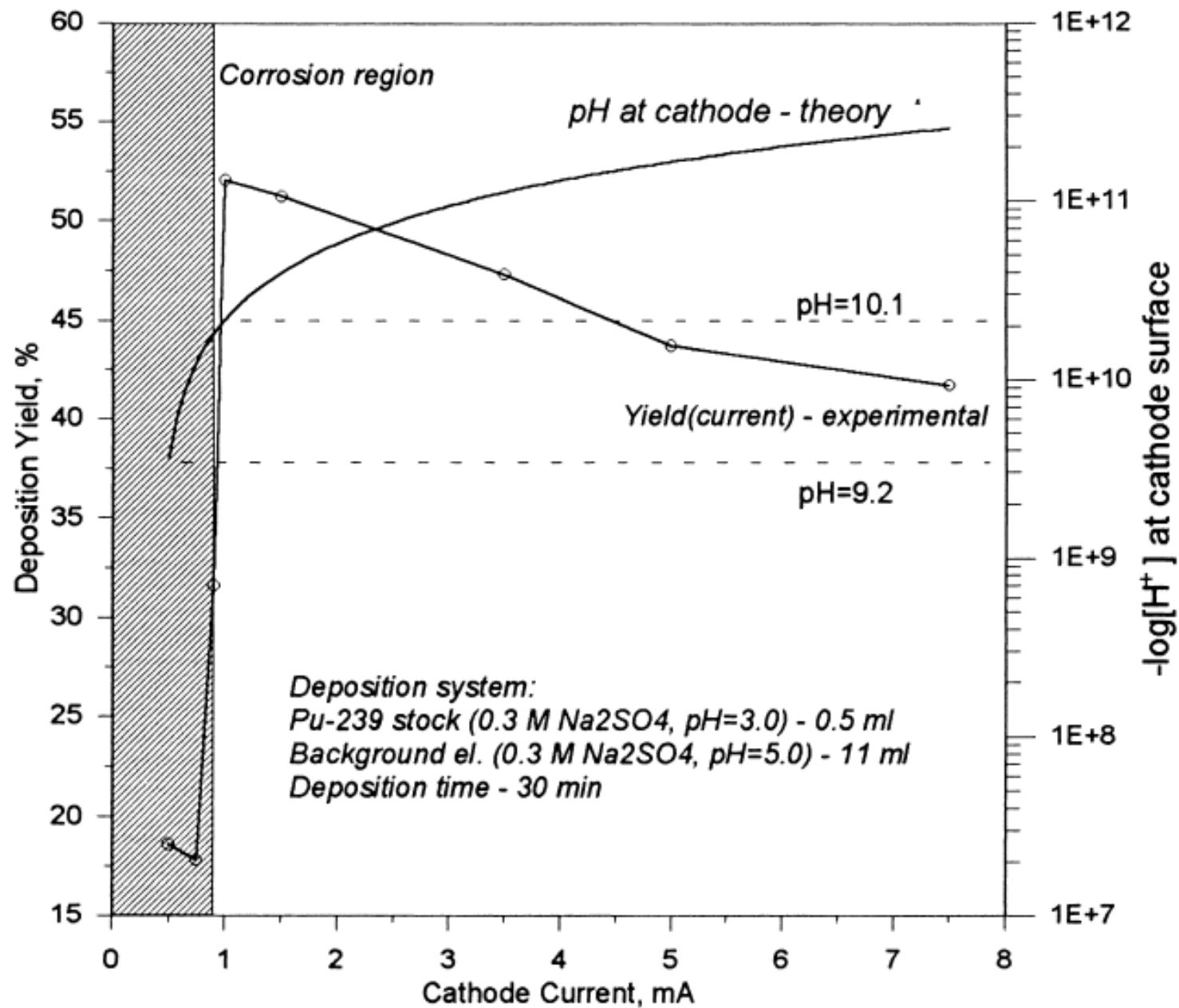
# HANSENOVA TEORIJA

- ▶ ako su svi nosioci naboja u difuznom sloju oksonijevi ioni i ako je na površini katode brzina nastajanja hidroksilnog aniona jednaka brzini taloženja hidroksida radionuklida, može se izraziti koncentracija oksonijevog iona na površini katode

$$c_H = \frac{D_{OH}K_W}{JL - c(H^+)D_H}$$

- ▶ elektrodepozicija se događa samo ako je nazivnik gornje jednadžbe pozitivan ( $JL < c(H^+)D_H$ )



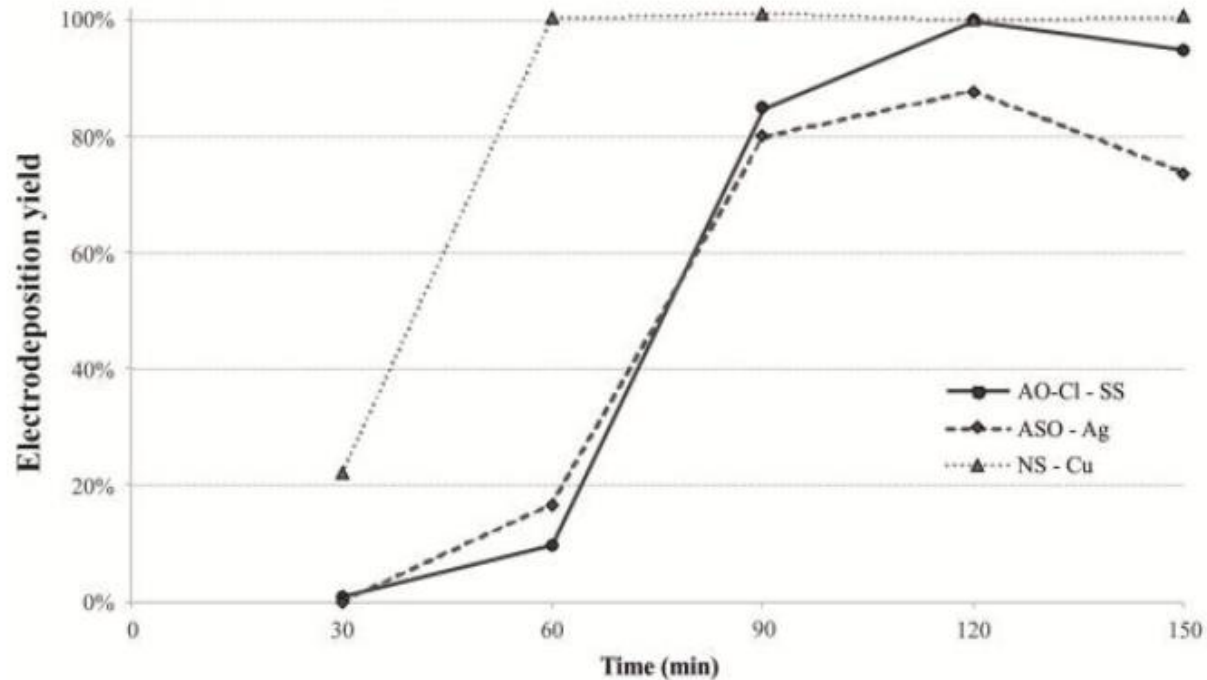


# PARAMETRI ELEKTRODEPOZICIJE

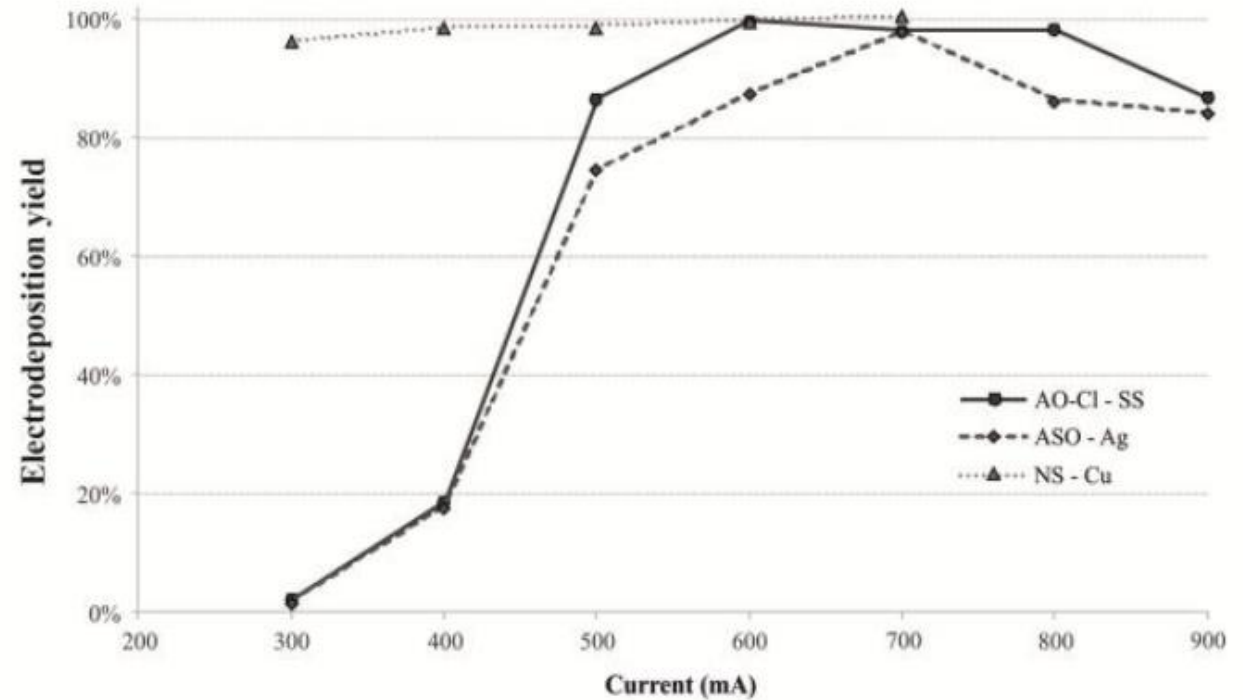
Oznaka sustava	Sastav otopine elektrolita	Materijal katode
AO-Cl	0,5 mol/dm <sup>3</sup> amonijev oksalat, 0,3 mol/dm <sup>3</sup> klorovodična kiselina (bez namještanja pH)	nehrđajući čelik
ASO	0,2 mol/dm <sup>3</sup> amonijev sulfat, 0,05 mol/dm <sup>3</sup> hidroksilamonijev sulfat, 0,1 mol/dm <sup>3</sup> amonijev oksalat (pH namješten na 1,7)	srebro
NS	0,3 mol/dm <sup>3</sup> natrijev sulfat (pH namješten na 2,0)	bakar

▶ istraživanje na institutima Ruđer Bošković i Jožef Štefan





Ovisnost kemijskog iskorištenja elektrodepozicije o vremenskom trajanju elektrodepozicije za istražene elektrolitske sustave uz električnu struju od 600 mA.



Ovisnost kemijskog iskorištenja elektrodepozicije o iznosu električne struje za istražene elektrolitske sustave uz vrijeme elektrodepozicije od 120 minuta.



# ELEKTRODEPOZICIJA

- ▶ moguće otapanje nastalih hidroksida nakon gašenja struje
- ▶ moguć gubitak deponiranog sloja tijekom sušenja i pranja planšeta
- ▶ tijekom elektrodepozicije dolazi do zagrijavanja otopine elektrolita
- ▶ grubost metalne katode ima negativan utjecaj na homogenost i debljinu deponiranog sloja
- ▶ geometrija anode mora propuštati mjehuriće
- ▶ mjehurići adhezijom na katodu smanjuju dostupnu površinu, ali i miješaju elektrolit







# ELEKTRODEPOZICIJA - aktinidi

- ▶ elektrolit sumporna kiselina i natrijev sulfat
- ▶ sulfatni anion sprječava adsorpciju na stijenke ćelije
- ▶ soli platine povećavaju kemijsko iskorištenje i rezoluciju spektra - pospješuju redukciju vodika



# ELEKTRODEPOZICIJA - radij

- ▶ topivi radijev hidroksid
- ▶ češća koprecipitacija s barijevim sulfatom i mikrofiltracija
- ▶ organski elektrolit pri visokom naponu - izopropanol s amonijevim acetatom, dušičnom kiselinom i sol platine
- ▶ vodeni elektrolit - amonijev oksalat, klorovodična kiselina i sol platine
- ▶ vodeni elektrolit daje bolju spektralnu rezoluciju, ali manje iskorišćenje nego organski elektrolit



# ~~ELEKTRODEPOZICIJA~~ - polonij

- ▶ polonij spontano reagira sa nizom metala relativno visokog standardnog redukcijskog potencijala (srebro, bakar, nikal, bizmut, platina, paladij)
- ▶ autodepozicija - srebrna planšeta u kiselu elektrolit i zagrijavanje blizu temperature vrelišta
- ▶ planšete od drugih materijala daju niže iskorištenje (5 - 10%)



HVALA NA PAŽNJI

