



STANOVENIE ^3H PO ELEKTROLYTICKOM ZAKONCENTROVANÍ

Marta Vršková, Alena Belanová
Zuzana Kulichová

Výskumný ústav vodného hospodárstva Bratislava

Metóda elektrolytického zakoncentrovania je založená na princípe selektívneho izotopického obohacovania. Molekuly HTO majú mierne silnejšie väzby ako molekuly obyčajnej vody H_2O alebo ťažkej vody HDO, a preto sa v oveľa menšej miere rozkladajú na ióny vodíka a kyslíka.

Elektrolytické obohacovanie



Elektrolytické bunka

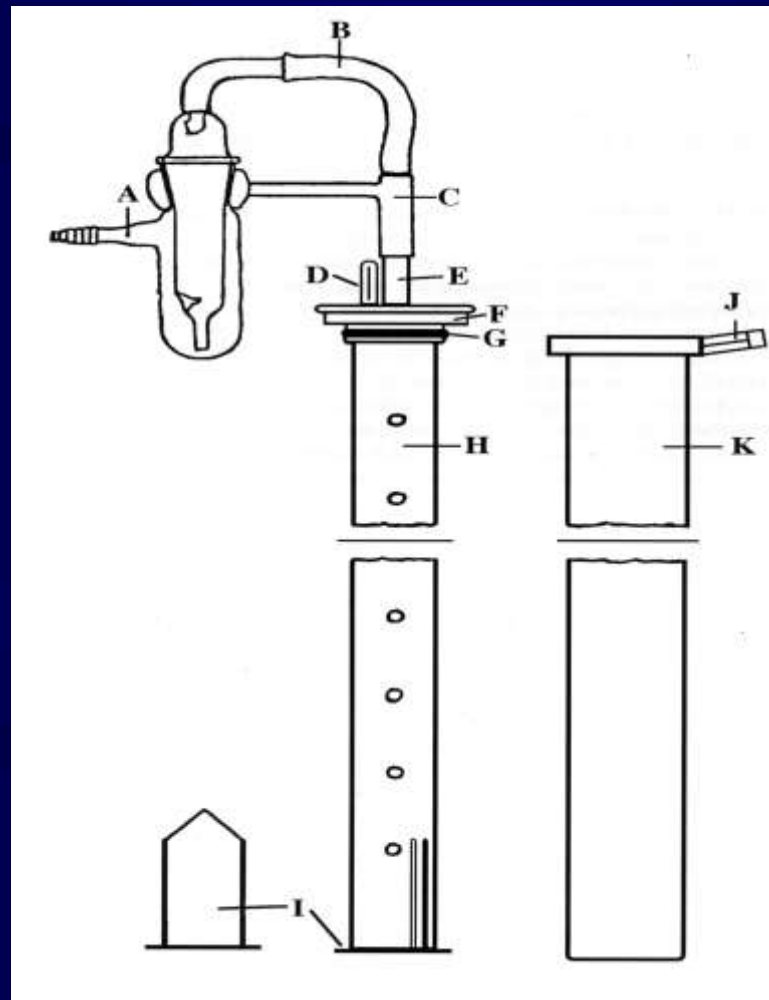


Schéma elektrolytickej bunky:

A – prebublávačka so silikónovým olejom na sledovanie unikajúceho plynu, B – hadica na odvod plynu, C – držiak, D – elektrický konektor, E – odvod plynu, F, G – tesniace a izolačné krúžky, H – katóda, I – polyamidový uzáver, J – elektrický konektor, K – anóda.

Postup elektrolýzy

Pred elektrolýzou sa bunka odváži spolu s tesnením (kovový, gumený a biely krúžok a kovová platnička), tyčou a uzáverom najskôr bez vzorky (M1). Do každej bunky so vzorkou (250 ml) sa pridá 1 g Na_2O_2 a znova sa celá bunka odváži (M2). S cieľom ohodnotenia účinnosti obohatenia sa pridá 1 ml štandardu do 250 ml mŕtvej vody a rovnako ako ostatné vzorky sa spolu s peroxidom sodíka vleje do bunky.

Po dokončení elektrolýzy sa bunka odváži (M3) aj s obohatenou vzorkou a odmeria sa objem zakoncentrovanej vzorky. Potom sa vzorka ešte raz predestiluje a 10 ml sa prenesie do vialky a zmieša sa s 10 ml scintilátora Ultima Gold™ LLT.

Z východiskových 250 ml vody sa rozloží asi 235 ml, tak zostane na ďalšie spracovanie asi 15 ml.

Porovnanie spôsobu vyhodnocovania

pomocou:

- merania objemu
- vážením

$$A_T = \frac{100}{60} \left\{ \frac{N_{VZ} - V_P}{\varepsilon \times \tau \times \tau_I} \times \ln \frac{m_1}{m_2} \right\}$$

Porovnanie výpočtu

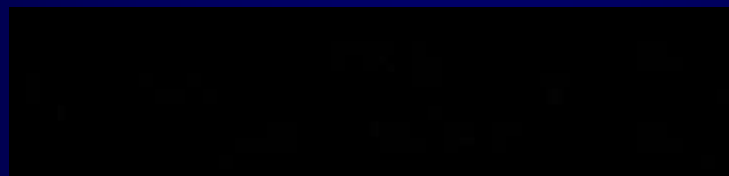
Starý

$$A_T = (N_{VZ} - V_P) \exp(\lambda \dots) \times \varepsilon \times \tau_1 / V_2 / 10$$

Nový

$$A_T = \frac{100}{60} \times \frac{N_{VZ} - V_P}{\varepsilon \times \tau \times \tau_I} \times \dots$$

Faktor obohatenia trícia Z_I je daný rovnicou:



kde P priemerná hodnota parametra obohatenia pre danú elektrolytickú bunku;

Q počet ampérhodín v konkrétnej elektrolýze, A.hod;

m_1 hmotnosť vzorky pred elektrolýzou v danej elektrolytickej bunke, g;

m_2 hmotnosť vzorky po elektrolýze v danej elektrolytickej bunke, g;

F Faradayova konštanta, $F = 2,975 \text{ A.hod.g}^{-1}$;

číslo bunky	aktivita ^3H [meranie objemu] Bq.l^{-1}	aktivita ^3H [meranie hmotnosti] Bq.l^{-1}
1	-0,03	-0,03
2	0,19	0,20
3	0,22	0,22
4	0,27	0,26
5	0,12	0,13
6	0,08	0,07
7	0,18	0,16
8	0,32	0,32
9	0,51	0,50
10	0,11	0,11
11	0,43	0,43
12	0,28	0,28
13	-0,02	-0,02
15	0,03	0,03

Porovnaním objemových aktivít v Bq.l^{-1} je vidieť, že výsledky získané meraním objemu vzorky pred a po elektrolýze a vážením sú prakticky rovnaké

Čistenie elektrolytických buniek

Elektródy sa po elektrolýze iba opláchnu a vysušia v sušičke. Z dlhodobého hľadiska však možno očakávať, že elektródy začnú korodovať. Citlivá je najmä katóda. V takom prípade by došlo k výraznej zmene účinnosti obohacovania a následne k nesprávne stanoveným výsledkom. Používa sa mnoho spôsobov úpravy a čistenia katódy.

V hydrologickom laboratóriu Medzinárodnej agentúry pre atómovú energiu vo Viedni používajú nasledovný postup:

- obrúšia vrstvu skorodovanej ocele,
- alkoholom odstránia mastnotu, ktorá sa dostala na katódu počas brúsenia,
- horúcou vodou odstránia alkohol,
- umyjú katódy v 10 mol.l⁻¹ HNO₃,
- opäť opláchnu horúcou vodou,
- opláchnu destilovanou vodou,
- vysušia na horúcom vzduchu a opakovane nechajú prebehnúť elektrolýzu, aby sa vytvorila katalytická vrstva, potrebná na dosiahnutie vysokého separačného faktoru.

Z našej laboratórnej praxe sa však ukazuje, že najvhodnejším spôsobom čistenia elektrolytických buniek je opláchnutie horúcou vodou a následné dôkladné vysušenie v sušiarňi.

Ako veľmi dôležitým faktorom sa ukázalo udržiavanie katalytickej vrstvy pravidelným priebehom elektrolytického procesu. Z tohto dôvodu je potrebné realizovať elektrolýzu minimálne raz za dva mesiace, aby táto vrstva nezdegenerovala.

Ďakujem za pozornosť