

快速分离和测定缺中子同位素 ^{72}Br , ^{73}Br

谢秀君 牟万统 孙秀荣 马家玉 赵之正

(兰州近代物理所)

关键词 ^{72}Br , ^{73}Br , 氦喷嘴快速传输技术, ^{64}Zn 靶, 快速分离。

核化学方法的优点在于灵敏度高, 能可靠地鉴定待测核素的原子序数。在作简单的核数据方面比在线同位素分离器的效率高, 而且装置灵活, 易作 γ 本底屏蔽, 对在合成和研究短寿命核素时, 采用快速核化学方法就更具有独特的优越性。

本工作采用了氦气咀快速传输技术同化学分离方法相结合, 从 $^{12}\text{C} + ^{64}\text{Zn}$ 反应中, 在线分离并测定了半寿命为 3.3 分钟的 ^{73}Br 和半寿命为 1.3 分钟的 ^{72}Br 。

实验中采用了 70 MeV 的 ^{12}C 离子束轰击同位素 ^{64}Zn 靶, 预期通过 $^{64}\text{Zn}(^{12}\text{C}, \text{xnp})$ 和 $^{64}\text{Zn}(^{12}\text{C}, \text{xn}) \xrightarrow{\beta^+}$ 可产生 ^{72}Br , ^{73}Br 和 ^{74}Br 。实验中测得了 ^{73}Br 的全部 γ 射线相对强度和部份 ^{72}Br 、 ^{74}Br 的 γ 射线相对强度。

实验中对收集溴的几种试剂和传输反冲核的几种“添加剂”分别进行了实验, 选出了最佳收集剂和“添加剂”。

一、实验部分

1. 实验设备、所选参数及试剂

(1) 实验装置 参见文献[1]。

(2) 仪器 16384 多道分析器; 4096 多道分析器; Ge(Li) 探测器, 分辨率为 2.5 keV; 束流积分器。

(3) 各参数的选定 本实验反应室的气体压力定为 1.3 atm; 聚乙烯毛细管长 13 米, 内径 2.1 mm。各“添加剂”的温度保持为: AgCl—600°C; AgBr—600°C; KCl—800°C; CCl_4 —室温。靶子到毛细管轴线的距离约 3 cm。

(4) 靶子 同位素 ^{64}Zn 靶, 约 1.5 mg/cm²。用真空蒸发法制成, 无衬靶。

2. 预备实验

实验中采用天然 RbCl 做靶子, 在本所的 14 MeV 的中子倍加器上进行照射, 利用 $^{85}\text{Rb}(n, \alpha)$ 反应制备同位素 ^{82}Br 进行模拟实验。

(1) 用 TBP、HDEHP 或 $\text{NaHSO}_3\text{-AgNO}_3$ 收集溴的回收率 在 120 ml 锥形瓶中加入 18 ml 10 N 的 HNO_3 , 23 ml 水和一定量的 ^{82}Br 示踪剂, 最后加入 0.5 M 的 KBrO_3 18 ml。通入氦气(氦气压力为 1.3 atm), 溴分子被氦气载带进入填充有被 $\text{NaHSO}_3\text{-AgNO}_3$ (或 TBP 或 HDEHP) 溶液浸过的泡沫塑料的柱子中, 每次实验收集 3 分钟, 实验结果列于表 1。

(2) 用 $\text{NaHSO}_3\text{-AgNO}_3$ 收集溴时, 回收率随时间的变化 实验步骤同 2(1), 只是收集时间不同, 结果示于图 1。由图 1 可见: 收集 1 分钟后回收率即可达到 95% 以上。

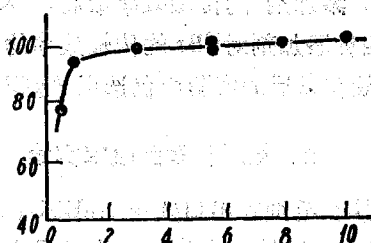


图 1 回收率随时间变化

表 1 用 TBP, HDEHP 或 $\text{NaHSO}_3\text{-AgNO}_3$ 收集溴的回收率

核 素	E_γ , keV	加入 ^{82}Br 量, 计数/10 分钟	TBP 收集, 计数/10 分钟	HDEHP 收集, 计数/10 分钟	$\text{NaHSO}_3\text{-AgNO}_3$ 收集, 计数/10 分钟
^{82}Br	554.3	1561	1579	1588	1550
^{82}Br	619.1	1041	1025	1036	1036
^{82}Br	773.6	1680	1608	1619	1637
平均回收率, %			98.0	98.6	98.6

3. 实验 流 程

照射是在我所 1.5 米迴旋加速器 13 度的管道上进行的, 靶子安装在如文献[1]所示的部位, ^{12}C 束经过限束光栏和入射窗轰击到 ^{64}Zn 靶上。氦气同“添加剂”蒸气混合后, 经过缓冲瓶再经过一根 11 m 长的内径为 3 mm 的过滤毛细管进入反应室。从靶中反冲出来的反应产物由氦气和“添加剂”载带着通过 13 m 长的内径为 2.1 mm 的毛细管传输到收集瓶中(收集瓶内盛有 50 微克 Br^- 载体, 18 ml 10 N 的 HNO_3 , 23 ml 水, 18 ml 0.5 M 的 KBrO_3), 再经过吸收盒(内盛被 1 N H_2SO_4 浸过的玻璃毛)以进一步除去溴以外的其它反应产物, 最后氦气载带着被氧化了的 Br_2 进入收集柱中。每个样品收集 3 分钟、测量 3 分钟, 共累积 150 个样品。用束流积分器和 4096 道分析器记录束流, 数据处理参见文献[1]。

二、实验结果和讨论

1. “添加剂”的选择

本实验对溴的传输采用了四种“添加剂”进行了比较。实验结果列于表 2。

表 2 用不同“添加剂”时, $^{72,73}\text{Br}$ 的相对传输效率

核 素	能 量, keV	传 输 体 系 的 峰 下 计 数			
		He + AgCl	He + AgBr	He + KCl	He + CCl_4
^{72}Br	454.7	1573	1652	1182	1914
^{72}Br	862	1481	1620	979	1890
^{73}Br	64.9	18730	18569	14260	46238
^{73}Br	125.5	2535	2503	1894	6225
^{73}Br	699.7	1628	1616	1260	5483

从表 2 可见, 用 CCl_4 作“添加剂”的传输效率最高, KCl 的传输效率最低, AgCl 和 AgBr 的传输效率居中, 但四种添加剂对 ^{76}Br 的传输效率的影响均不明显。由于用 CCl_4 作添加剂时, 操作较难掌握, 故在以后的实验中仍选用 AgCl 作添加剂。

2. 相对化学回收率实验

以不经过化学分离, 直接在毛细管出口处用 $\text{NaHSO}_3\text{-AgNO}_3$ 收集的结果为基准(100%), 将经过化学分离的结果与之比较, 求得相对化学回收率, 结果列于表 3。

表 3 溴的相对化学回收率

核素	E, keV	分离前计数	分离后计数
^{76}Br	275.1	23221	20369
^{78}Br	335.6	101695	88758
^{79}Br	400.7	37158	31325
相对平均回收率, %			87

由表 3 可见, 经过化学分离后相对化学回收率为 87%。

3. 几种核的去污因子和 γ 谱

数据列于表 4 和示于图 2、3。

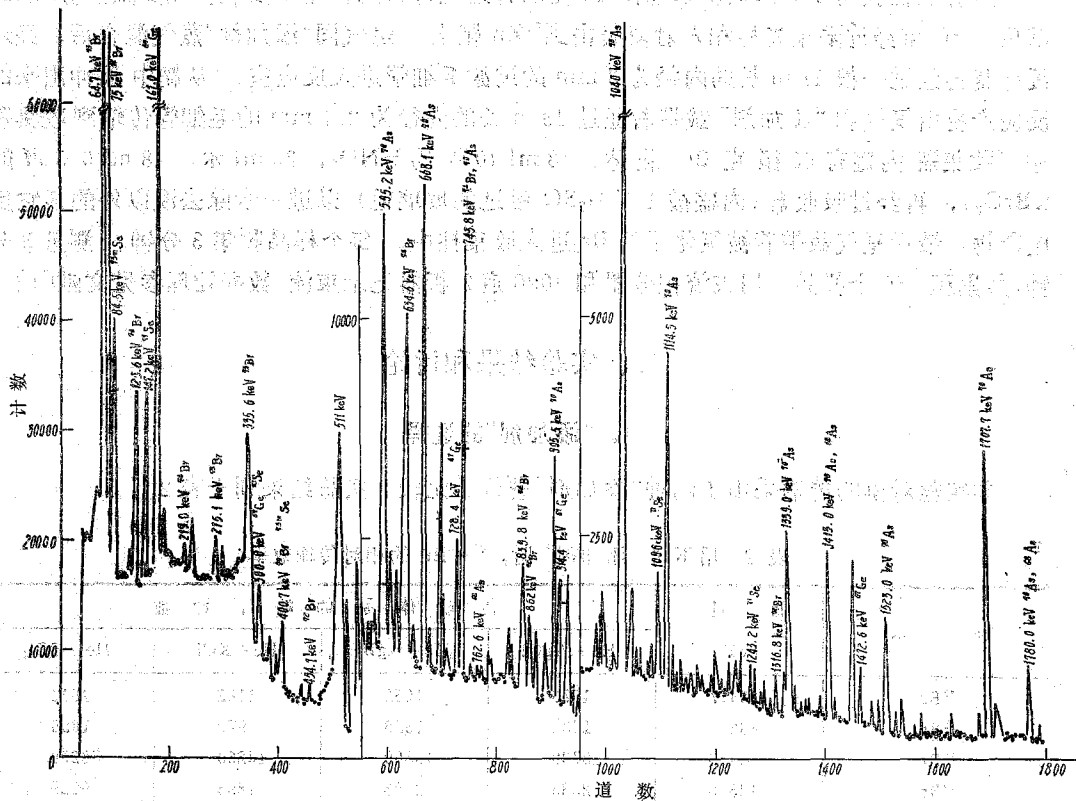


图 2 未经化学分离的 γ 谱

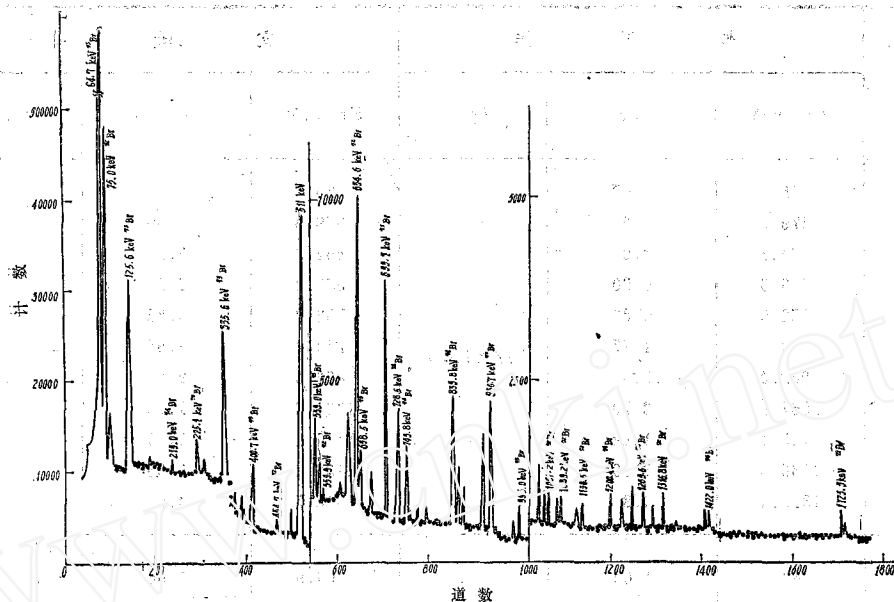


图 3 经化学分离后的 γ 谱

表 4 对几种核素的去污因子

核素	E_{γ} , keV	分离前计数	分离后计数	去污因子
^{67}Ge	167.0	158474	2639	0.60×10^5
^{76}As	104.0	75692	887	0.72×10^5
^{71}Se	147.2	63904	606	1.1×10^5

注：表中数据为累积 150 个样品，经 7.5 小时测量的总计数。

图 2 和图 3 是未经化学分离的和经过化学分离后的 γ 谱。

由表 2 和图 3 可见，由本实验所制定的流程对分离溴，能得到较满意的结果。

表 5 列出了实验中测到的 γ 射线能量 (E_{γ})、半衰期 ($T_{1/2}$)、全部 ^{76}Br 的 γ 射线相对强度和部分 ^{72}Br 、 ^{74}Br 的 γ 射线相对强度 (I_{γ})。其值除个别数据偏高或偏低外，基本上同文献值一致。

表 5 实验中所测得的 $^{72,73}\text{Br}$ 的 γ 射线

核 素	本 工 作			文 献 值 ^[2]		
	E_{γ} , keV	I_{γ}	$T_{1/2}$	E_{γ} , keV	I_{γ}	$T_{1/2}$
^{72}Br	75	—*	$77 \pm 1.8 \text{ s}$	75		$78.6 \pm 2.4 \text{ s}$
	379.7	1.0		379.9	1.00	
	454.7	4.0		454.7	3.7	
	559.0	0.90		559.3	0.73	
	752.0	0.80		752.8	0.82	
	774.6	1.97		774.8	1.98	
	862.0	19.0		862.0	19.6	
	1061.2	2.10		1061.6	1.55	
	1125.1	1.48		1125.1	1.50	
	1316.8	4.6		1316.7	4.8	
^{73}Br	64.7	1.00	$3.28 \pm 0.5 \text{ m}$	64.9	1.00	$3.3 \pm 0.3 \text{ m}$
	125.6	2.3×10^{-1}		125.5	2.3×10^{-1}	
	275.0	8×10^{-2}		275.1	1.0×10^{-1}	
	335.6	3.2×10^{-1}		335.7	3.4×10^{-1}	
	374.7	5×10^{-2}		374.3	8.0×10^{-2}	
	400.7	1.8×10^{-1}		400.6	2.0×10^{-1}	
	489.1	3.0×10^{-2}		489.6	4.0×10^{-2}	
	539.0	7.3×10^{-2}		539.6	8.0×10^{-2}	
	550.2	2.9×10^{-2}		550.1	3.0×10^{-2}	
	614.9	8.0×10^{-2}		614.9	8.0×10^{-2}	
	638.5	3.6×10^{-2}		638.6	4.0×10^{-2}	
	699.7	3.4×10^{-1}		699.5	4.0×10^{-1}	
	788.5	3.0×10^{-2}		788.1	3.0×10^{-2}	
	861.7	3.0×10^{-2}		861.7	3.0×10^{-2}	
870.0	8.0×10^{-2}	869.8	5.0×10^{-2}			
914.0	2.0×10^{-1}	913.6	1.9×10^{-1}			
930.7	2.4×10^{-1}	930.7	2.2×10^{-1}			
996.0	7.0×10^{-2}	995.6	7.0×10^{-2}			
^{74}Br	219	6.5×10^{-2}	$25.3 \pm 0.3 \text{ m}$	219.02	6×10^{-2}	$25.7 \pm 0.9 \text{ m}$
	615.2	6.3×10^{-2}		615.1	6.5×10^{-2}	
	634.6	1.00		634.1	1.00	
	728.5	4.2×10^{-2}		728.3	4.1×10^{-2}	
	743.8	2.9×10^{-2}		744.8	2.1×10^{-2}	
	839.8	5.3×10^{-2}		839.0	5.1×10^{-2}	
	985.1	7.0×10^{-2}		985.1	4.2×10^{-2}	
	1200.4	5.7×10^{-2}		1200.6	5.6×10^{-2}	
	1249.4	8.0×10^{-2}		1249.2	6.8×10^{-2}	
	1269.6	1.0×10^{-1}		1268.9	9.5×10^{-2}	
1295.1	3.0×10^{-2}	1295.0	2.9×10^{-2}			

* $E_{\gamma}=75 \text{ keV}$ 的一条射线, 由于在 $E=73 \text{ keV}$ 处有一本底峰的干扰, 故未计算 I_{γ} 。

参 考 文 献

- [1] 谢秀君等,核化学与放射化学,1,25(1983)。
 [2] Lederer, C. M. et al., Table of Isotopes, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1978。

(编辑部收到日期:1983年11月14日)

互穿网络型聚4-乙烯吡啶树脂的 合成及其提取铀的研究*

梁文忠 韩宝珍 梁璧成 朱秀昌

(中国科学院化学所,北京)

关键词 网络型, 聚乙烯吡啶树脂, 铀。

Greer等曾报道含有吡啶基团的季铵树脂,在提取铀的性能上优于聚苯乙烯季铵树脂^[1]。但树脂上的吡啶基团,是为单体所固有^[2],还是交联聚苯乙烯经氯甲基化后,再与吡啶类化合物结合所成的季铵盐^[3],却未说明。用聚苯乙烯型的叔胺树脂提取铀已有过报道^[4-6],本文采用互穿网络聚合法,合成了乙烯吡啶树脂,并对其进行了提取铀的研究。

实 验 部 分

用悬浮聚合法合成含二乙烯苯1.0%,颗粒尺寸为40—60目的交联聚苯乙烯;按表1配方,将单体溶液与交联聚苯乙烯迅速混匀,真空封管,在50°C、75°C聚合22和55小时后,处理为风干的氯型树脂。

表1 叔胺树脂的配方

原 料	P 51-III (叔胺)		P 83-2 (叔胺)	
	重 量, 克	含 量, %	重 量, 克	含 量, %
交联聚苯乙烯	20	38.8	35	48.8
4-乙烯吡啶	30	58.2	35	48.8
苯	18		31.5	
二乙烯苯	1.52	3.0	1.8	2.4
偶氮二异丁腈	0.300		0.350	

按表2配方,将叔胺树脂在65°C反应6小时后,分别用水,1.0N氢氧化钠,1.0N盐酸处理,转为氯型树脂。显微镜下测定树脂颗粒尺寸。常规测定树脂视密度、含水量和交换容量^[7]。

用18N硫酸将醋酸铀酰转变为硫酸铀酰,调节其成分为每升溶液中含U₃O₈1.0克,硫酸镁30克,pH为1.5。以此溶液配备含铁离子和氯化钠的硫酸铀酰溶液。用重量法分析,

* 本文有关提取铀的实验结果,曾于1963年核委化学组北京地区第25次学术报告会上宣读。