

UF₆ 水解液样品分析的废铀中提取了 ²³⁴Th 指示剂, 供 UF₆ 样品分析研究实验中使用。料液中以加入适量的硝酸铝掩蔽氟, 其余与硝酸铀酰为原料的操作程序相同。

本程序对 ²³⁴Th 的回收率高于 90%。产品经 Ge(Li)γ 谱仪鉴定, 为 ²³⁴Th-²³⁴Pa 放射体, 未发现其它放射性杂质。

参 考 文 献

- [1] 黄永铄等, 原子能科学技术, (11), 652(1961)。
- [2] 洪瑞榕等, 原子能科学技术, (8), 626(1962)。
- [3] 杨裕生等, 原子能科学技术, (12), 1000(1963)。
- [4] 渠荣蕊等, 原子能科学技术, (1), 57(1963)。

(编辑部收到日期: 1985 年 5 月 30 日)

THE PREPARATION OF CARRIER-FREE ²³⁴Th BY EXTRACTION-CHROMATOGRAPHY

LIN CANSHENG HUANG MEIXIN

(Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275, Beijing)

ABSTRACT

In the present work, carrier-free ²³⁴Th was separated from uranium by extraction chromatography with the CL-TBP Leventrel as the fixed phase. This method is simple and has the advantages that the starting material uranium is reusable and that the generated liquid waste is easy to be treated.

Key words ²³⁴Th, Extraction chromatography, TBP.

用 加 速 器 制 备 ²²Na

沈子龙* 吴淑筠 陈春美

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 γ 谱仪, ²²Na, 迴旋加速器, 放射性同位素。

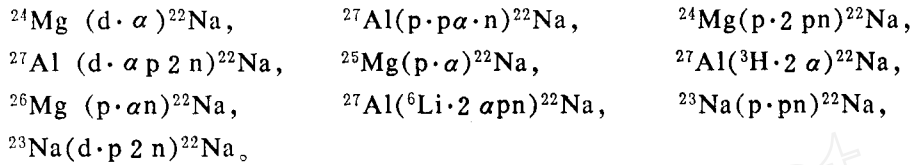
一、前 言

²²Na 是钠的寿命最长的放射性同位素 ($T_{1/2} = 5.6 y$)。在刻度仪器、生物化学和医学等方面都有广泛的用途。

²²Na 可以通过反应堆和迴旋加速器制备, 并且可以获得高纯度 ²²Na。由于它发射高能正电子和 γ 射线, 用 4π β-γ 符合计数器或高压正比计数器可对它的衰变率进行准确测量。

* 现在在南京药学院工作。

^{22}Na 在迴旋加速器中可用下列核反应制备:



钠、镁和铝均可作靶材料。据报道^[1-3]用镁比钠和铝优越。其优点在于产额高,核反应阈能低、制靶简单和导热性能好。并且可获得高比度无载体 ^{22}Na 。铝稍逊色。钠靶不仅制作麻烦而且不可能获得高比度 ^{22}Na 。故本文选用镁作靶材。

^{22}Na 也可以在反应堆中利用二次核反应制备,即用 ${}^6\text{Li}$ (6%)-Al 合金,经 ${}^6\text{Li} (n \cdot \alpha) {}^9\text{Li}$ 和 ${}^{20}\text{Ne} ({}^3\text{H} \cdot n) {}^{22}\text{Na}$ 反应获得无载体 ^{22}Na 。这种制备途径不仅制靶麻烦而且产额低,故通常不用。

大量镁中的 ^{22}Na 提取和纯化通常是分两步进行(先提取后纯化)。提取 ^{22}Na ,可应用沉淀法^[4,5]萃取法和离子交换法^[6]等。沉淀法操作麻烦,耗费时间长,不易最大限度除去镁,而且回收率低。离子交换法虽然分离效果好,但是大量镁的存在就需要用较多的树脂和长的交换柱,导致耗时长,洗脱液体积大。改进了的阴离子交换法^[7]和用 TTA 螯合镁的阳离子交换法^[8]是较好的方法。此二方法可克服上述方法的缺点,而且可使提取和纯化同时进行。在含有 TTA 的吡啶介质中,碱金属离子(Na^+)被阳离子树脂牢固吸附,而镁与 TTA 形成络合物,自由通过交换柱、从而一次达到提取纯化之目的。据报道^[8],除碱金属离子外,几乎其它元素都与 TTA 形成络合物,因此,均可以被除去。

二、材料和方法

1. 材 料

(a) 靶材料 M_{B8} 镁合金圆片, ϕ 23.8 mm, 厚度 1 mm, 重量 770 mg。 M_{B8} 的成分如下表。

表 1 M_{B8} 镁合金中其它元素的含量

元 素	Mn	Ce	Al	Zn	Cu	Be	Ni	Si	Fe	其 它
含量/%	1.5—2.5	0.15—0.35	0.3	0.3	0.05	0.02	0.01	0.15	0.05	0.3

(b) 树脂 732 型强酸性阳离子树脂, 100—200 目。

(c) 交换柱 石英玻璃柱, 长 100 mm, $\phi_{\text{内}}$ 3 mm, 底部用石英玻璃毛衬托。

(d) 试剂 TTA (A.R.); 清洗液 [50%吡啶+50%乙醇(V/V)混合溶液]; 淋洗液 2 mol/l HCl; 石英重蒸水; 石英玻璃棒, 石英烧杯。

2. 实验方法

(1) 照射 镁合金靶用 d 粒子照射, $E_d = 9 \text{ MeV}$, 束流为 20 μA , 照射 158 h, 共计 2260 $\mu\text{A} \cdot \text{h}$ 。

(2) 靶溶解 靶照射后冷却一周, 取出溶解。在石英小烧杯中加入 20 ml 浓 HCl 溶解,

于甘油浴上缓慢蒸干。再用 20 ml 重蒸水溶解。

(3) 提取和纯化 将上述 ^{22}Na 溶液加入到 800 ml 新配制的 0.2 mol/l TTA 溶液中(以清洗液作溶剂)。混合均匀。以 1 ml/min 流速上柱。接着用 30 ml 清洗液清洗一次, 尔后用 30 ml 重蒸水清洗。最后用 2 mol/l HCl 洗脱 ^{22}Na , 流速同上。洗脱曲线如图 1 所示。收集峰值部分洗脱液 (5—15 ml) 于石英烧杯中。在上述洗脱液中加入 10 ml 浓 HNO_3 , 加热蒸干。再用 5 ml 重蒸水溶解。再一次上柱如上法洗脱, 收集洗脱液。

(4) ^{22}Na 中镁含量的测定 用 751 型分光光度计测量 ^{22}Na 中镁的含量。波长 $540\ \mu\text{m}$, pH 9.50。络黑 T 与镁络合显色。

三、结 果

1. 产额 从照射过的镁靶中提取出 ^{22}Na , 用 γ 计数器对 ^{22}Na 的放射性活性进行测量。放射性总强度为 $5.18 \times 10^7\ \text{Bq}$ 。经计算, 产额为 $2.33 \times 10^4\ \text{Bq}$, 此值与文献^[5]报道值相近。

2. ^{22}Na 的回收率 以 $2.87 \times 10^4\ \text{Bq}$ ^{22}Na 作示踪剂, 测定 ^{22}Na 的回收率。经过提取纯化后得到的回收率达 99%。

3. ^{22}Na 中镁含量 经分光光度法测量, 一次离子交换后, 镁仅残留 0.1%, 本实验中经两次交换处理, 故镁残留量应为原含量的 10^{-6} 。即为几个微克。而 $5.18 \times 10^7\ \text{Bq}$ ^{22}Na 使用时往往加入数毫克稳定钠盐, 因此镁的含量可忽略不计。

4. ^{22}Na 核纯度分析 根据靶材料中所含的元素, 照射后可产生如下副核反应。 $^{142}\text{Ce}(\text{d}, \text{n})^{143}\text{Pr}(T_{1/2}=13.8\ \text{d})$, $^{65}\text{Cu}(\text{d}, 2\ \text{n})^{65}\text{Zn}(T_{1/2}=245\ \text{d})$, $^{58}\text{Ni}(\text{d}, \alpha)^{56}\text{Co}(T_{1/2}=77\ \text{d})$, $^{58}\text{Ni}(\text{d}, \alpha\text{p})^{55}\text{Fe}(T_{1/2}=2.7\ \text{a})$ 。 ^{143}Pr 、 ^{65}Zn 、 ^{56}Co 和 ^{55}Fe 等杂质均可发射出 γ 射线。因此, 只要分析 ^{22}Na 中杂质的 γ 放射性即可获得放射性杂质的含量。经 4096 Ge(Li) 多道分析器对 ^{22}Na 分析测定表明, γ 放射性杂质含量小于 0.1%。

参 考 文 献

- [1] Краснов, Н. Н. и др., *Атомная Энергия*, **21**, 400(1966).
- [2] Dmitriev, P. P., *Chemické Zvesti*, **21**, 612(1967).
- [3] Gruverman, I. J. et al., *Inter. J. Appl. Radiation and Isotopes*, **5**, 21(1959).
- [4] Irvine, J. W. et al., *J. Chem. Phys.*, **16**, 686(1948).
- [5] Севастьянов, Ю. Г. и др., *Атомная Энергия*, **19**, 63(1965).
- [6] Rightmire, R. A. et al., *Inter. J. Appl. Radiation and Isotopes*, **3**, 274(1957).
- [7] Benedict, W. S. et al., *J. Chem. Phys.*, **25**, 1657(1957).
- [8] Korkisch, T. et al., *Anal. Chem.*, **40**, 1127(1968).

(编辑部收到日期: 1985年7月9日)

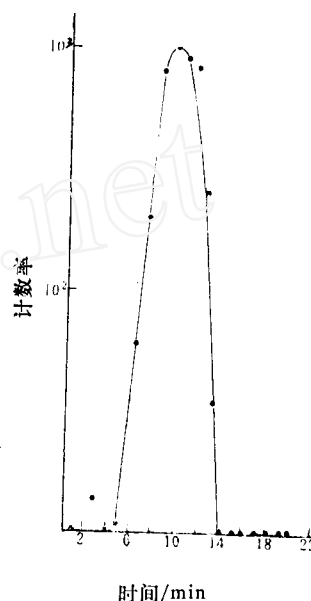


图 1 淋洗曲线
淋洗速率: 1 ml/min。

ACCELERATOR PRODUCED ^{22}Na

SHEN ZILONG* WU SHUYUN CHEN CHUENMEI

(Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275, Beijing)

ABSTRACT

A target of Mg alloy is irradiated by deuteron in a cyclotron to produce ^{22}Na at a rate of $2.33 \times 10^4 \text{Bg}/\mu\text{A}\cdot\text{h}$, and the ^{22}Na produced is separated and purified by means of a cation-type ion exchanger that can remove 99.9% Mg. No γ -nuclide can be found in the purified ^{22}Na by Ge (Li) multichannel spectrometer.

Key words Gamma-spectrometer, Na-22, Cyclotron, Radioisotope,

* Present address: Nanjing College of Pharmacy, Nanjing.

铀(III) 草酸盐溶解度

孙中汉 胡怀忠 薛士瑾 秦忠宪

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 铀(III) 草酸盐, 络合物

一、引言

铀(III) 草酸盐晶体具有适于铀转化过程的优良的物理化学性能^[1-3]。研究铀(III)、草酸盐溶解度的文献所见不多^[2-4], 且未见系统的, 特别是用硝酸羟胺(HAN)作为铀还原剂的研究。

国外多数文献报道, 尽管铀(III) 草酸盐沉淀的各项性能均优于铀(IV), 但因采用铀(III) 草酸盐沉淀需要调价步骤而未能用于工厂规模。如果核燃料后处理中铀的最后纯化循环采用羟胺还原反萃取, 则所得铀产品液中主要为三价, 此溶液可直接作为铀(III) 沉淀过程的料液。这与铀(IV) 沉淀过程相比较, 可免去铀的调价步骤。所以我们首先在较为广泛的条件范围内, 对铀(III) 草酸盐在硝酸和草酸混合介质中的溶介度进行了测定。

二、实验部分

1. 主要试剂及铀的处理

- (1) **硝酸羟胺** 以分析纯盐酸羟胺为原料, 用阳离子交换法制备^[5,6]。
- (2) **硝酸胂溶液** 取相同体积和相同浓度的硝酸和水合胂混匀, 冷却后待用。
- (3) **TTA/二甲苯** 称取一定量 TTA 溶于二甲苯溶剂中, 置于暗处备用。
- (4) **硝酸铀溶液** 二氧化铀粉末投入装有 40% HBr—0.005 mol/l NaF 溶液的溶解器