

研究简报

## 应用铜基铂选择吸附法进行溴碘的放化分离

徐新 白兰芹 肖伦

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 铜基铂, 选择吸附, 溴碘分离。

### 一、引言

在裂变产物测定及其他核化学研究中, 往往遇到溴碘的放化分离问题。现有的方法主要是利用 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 氧化电位的不同, 采用控制氧化-蒸馏<sup>[1-4]</sup>或控制氧化-萃取的方法<sup>[4,5]</sup>, 从O. Hahn<sup>[6]</sup>几乎一直沿用至今。这些方法或者需要较复杂的装置、设备, 或者涉及反复的氧化-还原过程, 典型的总收率仅30—50%, 分离效果也不尽满意<sup>[1,5]</sup>。

在研究了铜基铂对溴碘的选择性吸附和解吸规律的基础上<sup>[7-9]</sup>, 拟定了分离放射性溴[\*Br]和放射碘[\*I]的流程。这个流程中不使用氧化剂, 溴碘可始终处于较安定的 $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ 状态。模拟分离实验表明, \*Br、\*I的收率及分离系数均好于文献[1—5]中的报道。

### 二、实验方法

实验中所应用试剂, 放射性示踪剂<sup>82</sup>Br, <sup>131</sup>I和铜基铂的制备均同于文献[7,8]中所报道的。

实验装置如图1所示。

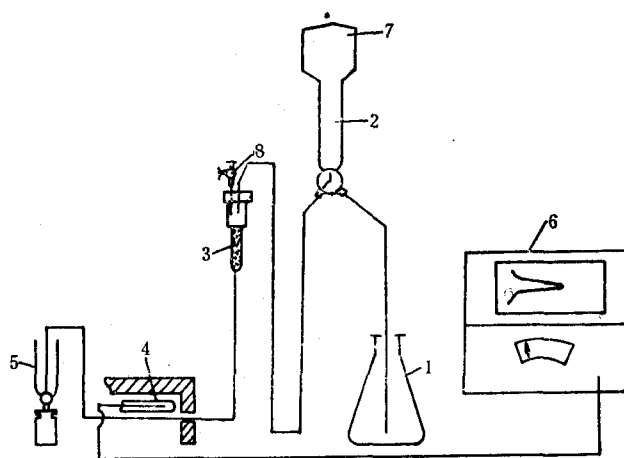


图1 实验装置示意图

1—吸附液制备瓶; 2—加料瓶; 3—吸附柱; 4—探头; 5—流出液分配装置;  
6—仪器; 7—负压或正压; 8—三通。

由 $\beta/\gamma$ 探头、计数率仪及记录仪组成的仪器系统可连续监督并记录吸附、洗涤和淋洗

情况。为准确计算吸附效率和淋洗收率等,各部分流出液再分别收集于小瓶中,用 $\phi 60 \times 5 \text{ mm}$ 的塑料闪烁体探头进行相对测量,必要时进行体积校正,定期使用井型高压电离室比对。

### 三、分离原理与流程

溴、碘都可吸附于铜基铂 Cu-Pt 上,而且两者的吸附强度有着明显的区别<sup>[7,8]</sup>,但是,单靠这种吸附强度的差别还不足以达到满意的分离。可是对于放化分离来说,主要是将<sup>\*</sup>I 与<sup>\*</sup>Br 分离开,稳定载体的少量“交叉沾染”往往并不重要,所以载体量也是放化分离中可以用来改变某核素物理-化学行为的控制参量之一。我们在本流程中充分利用了 Cu-Pt 吸附碘量的规律<sup>[7]</sup>,就是控制运用载体量的一个例子。

吸附于 Cu-Pt 上的微量碘不易被稀碱所解吸<sup>[7]</sup>。如果先吸附<sup>\*</sup>I,经过某些操作后,再吸附足够量的 I<sup>-</sup>载体,使用一定浓度的碱液,可以得到接近定量的淋洗收率。

溴在 Cu-Pt 上的吸附不仅容量较小,吸附也较弱<sup>[8]</sup>,用 0.003 N NaOH 可定量淋洗溴,但微量碘却不被淋洗下来。为了除去残留于柱上的少量<sup>\*</sup>Br (<5%),可重复吸附一次 Br<sup>-</sup>载体(50—100  $\mu\text{g}$ ),并再次用 0.003 N NaOH 淋洗,即可接近定量收集<sup>\*</sup>Br 组分。

按此设计的<sup>\*</sup>Br, <sup>\*</sup>I 分离流程如下:

(1) 在含适量<sup>\*</sup>Br、<sup>\*</sup>I 的料液中,加入总计 50  $\mu\text{g}$  的 Br<sup>-</sup>及 10  $\mu\text{g}$  I<sup>-</sup>载体。以 5—6 ml/min 的速度通过 Cu-Pt 柱,溴、碘吸附于柱上。

(2) 用水洗柱 3 次,每次 10—20 V。(柱床体积 V<sub>c</sub> 约 0.8 cm<sup>3</sup>),起初两次加入  $\frac{1}{20}$  体积的饱和 KHTar 液。

(3) 用 10—15 ml 0.003 N NaOH (pH=8.2) 淋洗<sup>\*</sup>Br (Br<sup>-</sup>),淋洗流速 $\sim 3 \text{ ml/min}$ ,所得即为<sup>\*</sup>Br 组分。

(4) 使含 100  $\mu\text{g}$  Br<sup>-</sup>载体的料液过柱吸附。

(5) 15 ml 水洗柱。

(6) 以 10—15 ml 0.003 N NaOH 淋洗 Br<sup>-</sup>载体及<sup>\*</sup>Br。

(7) 使含 500  $\mu\text{g}$  I<sup>-</sup>载体料液过柱吸附。

(8) 15 ml 水洗后,25 ml 0.3 N NaOH 淋洗<sup>\*</sup>I (I<sup>-</sup>),即得到<sup>\*</sup>I 组分。

(9) 2 $\times$ 25 ml 水洗柱,以备重复使用。

如果分离料液中<sup>\*</sup>I/<sup>\*</sup>Br 之比 $>10^2$ ,因而要求<sup>\*</sup>Br 组分对<sup>\*</sup>I 的去污因数 $>10^3-10^4$ 时,<sup>\*</sup>Br 组分可另用第二柱纯化一次。往<sup>\*</sup>Br 组分淋出液中加入 10  $\mu\text{g}$  I<sup>-</sup>载体,分别以 H<sub>2</sub>Tar, KHTar 中和、缓冲后,上第二柱吸附,重复上述步骤(1)(2)(3),得高纯<sup>\*</sup>Br。

### 四、结果与讨论

1. <sup>\*</sup>Br, <sup>\*</sup>I 在各部分淋洗液中的分布 <sup>\*</sup>Br, <sup>\*</sup>I 的典型的吸附、淋洗曲线分别参考文献<sup>[7,8]</sup>。<sup>\*</sup>Br, <sup>\*</sup>I 在吸附流出液、淋洗液中的分布列于表 1 中。

由表 1 可知,有 1—2% 的<sup>\*</sup>Br 进入 0.3 N NaOH 淋洗液中,由此推算碘组分对<sup>\*</sup>Br 的去污因数约为 50—100。但经在流程中加入(4)—(6)步后,第(8)步所得的碘组分对<sup>\*</sup>Br 的去污因数可达  $10^3$  以上。

表 1 <sup>\*</sup>Br, <sup>\*</sup>I 在各部分流出液中的分布

投料	吸附流出液	0.003N NaOH 15ml	0.3 N NaOH 25ml
<sup>*</sup> Br 放射性, $1.53 \times 10^5$ cpm % 100	40 ± 30 < 0.1	$1.53 \times 10^5$ 100	$2.90 \times 10^3$ 2
<sup>*</sup> I 放射性, $9.34 \times 10^4$ cpm % 100	160 ± 40 0.18	33 ± 30 < 0.1	$9.14 \times 10^4$ 98

根据表 1, <sup>\*</sup>I 对溴组分的沾污 < 0.1% (按  $\bar{x} + 2\Delta$  估计上限), 即所得溴组分对 <sup>\*</sup>I 的去污因数 >  $10^3$ 。

2. 模拟分离结果 考虑到在实际分离中较常遇到的情况, 我们以 <sup>\*</sup>I、<sup>\*</sup>Br 放射性之比约为 50—100 的混合液作为分离料液, 执行流程。得到的吸附-淋洗曲线如图 2, 分离所得的 <sup>\*</sup>Br、<sup>\*</sup>I 组分的  $\gamma$  谱分析结果如图 3 及表 2。

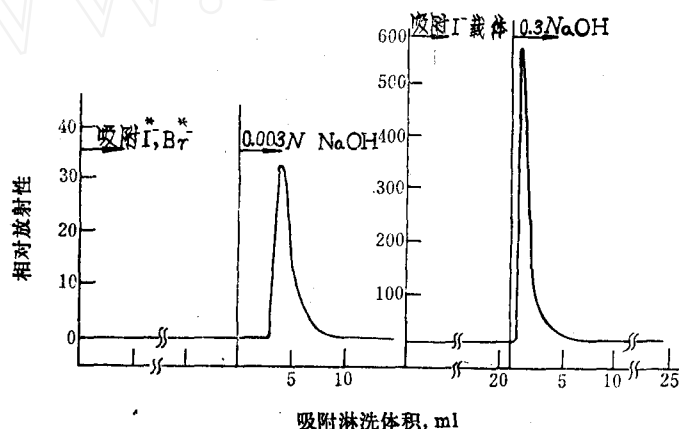


图 2 <sup>\*</sup>Br/<sup>\*</sup>I 分离情况

表 2 流程的分离效果

	料液	<sup>*</sup> Br 组分		<sup>*</sup> I 组分
		单柱	2 柱	
$A_{364}/A_{554}^{131}$	163	0.071	$\leq 3.0 \times 10^{-3}$	未见 <sup>*</sup> Br 峰, $> 1.4 \times 10^4$
含杂质 <sup>(2)</sup> , %		3.4	$\leq 0.2$	未见, < 0.05
去污因数		$2 \times 10^3$	$> 5 \times 10^4$	
净收率, %		95 ± 2	90	$\geq 98$

注(1)  $A_{364}$ ,  $A_{554}$  分别代表 <sup>131</sup>I 的 364 keV, <sup>82</sup>Br 的 554 keV 峰面积;  
 (2) 放射性含量, 即 <sup>\*</sup>Br 组分的含 <sup>\*</sup>I 量, 或反之。

### 五、结 论

铜基铂吸附剂对碘、溴不同的选择性吸附性可用于溴、碘的放化分离。分离所得的 <sup>\*</sup>Br、<sup>\*</sup>I 组分的放射性核纯是高的。由图 3 可见, 单柱所得的 <sup>\*</sup>I 已达  $\gamma$  谱纯, 由第二柱所得的 <sup>\*</sup>Br 组分也已接近  $\gamma$  谱纯。

在一个 0.8 cm<sup>3</sup> 的柱上可达到  $\geq 10^3$  的相互去污因数, 必要时 <sup>\*</sup>Br 可在第二柱上进一步纯化, 使其对 <sup>\*</sup>I 的去污因数可提高到  $> 5 \times 10^4$ 。<sup>\*</sup>I、<sup>\*</sup>Br 的单柱收率分别为  $\geq 98\%$  和 95 ± 2%。该流程不使用任何氧化剂, 可大大减小 <sup>\*</sup>Br、<sup>\*</sup>I 挥发的可能性。

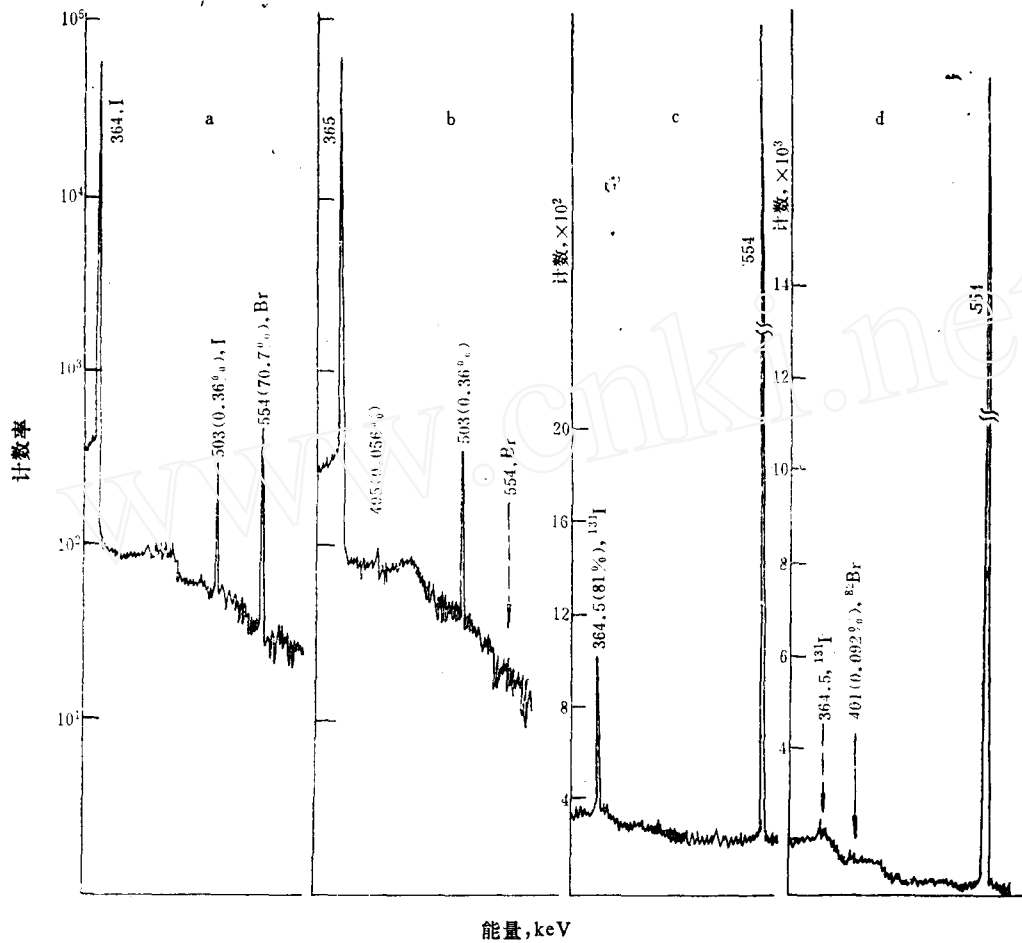


图3 <sup>131</sup>I及<sup>76</sup>Br的γ谱

a——料液；b——第一循环之I；c——单柱所得<sup>76</sup>Br；d——第二柱所得<sup>76</sup>Br。

姚历农、张蕴辉、陈连仲、成金泰、李桂全等在γ谱分析，范深根、王桂芹等在安全监督，董桂芝、贾桂华、王宝山等在制靶及其它方面，曾予热情帮助，在此一併致谢。

### 参 考 文 献

- [1] Nuh, M. M. et al., *Radiochim. Acta*, **17**, 149(1972).
- [2] Williams, E. T. et al., *Phys. Rev.*, **144**, 945(1965).
- [3] Stehney, A. F. et al., *ibid.*, **89**, 194(1953).
- [4] Sattizahn, J. E. et al., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **12**, 206(1960).
- [5] Broden, K. et al., *ibid.*, **43**, 765(1981).
- [6] Strassman, F. et al., *Naturwissenschaften*, **28**, 817(1940).
- [7] 徐新, 罗学忠, 肖伦, *核化学与放射化学*, **5**, 9(1983).
- [8] 白兰芹, 徐新, 溴的选择性吸附和解吸规律的研究(待发表).
- [9] Arino, H. et al., *Int. J. Appl. Radiat. Isot.*, **27**, 637(1976).

(编辑部收到日期：1984年9月4日)

# SEPARATION OF RADIOBROMINE FROM RADIOIODINE WITH SELECTIVE ADSORPTION ON COPPER BASED PLATINUM ADSORBENT

XU XIN    BAI LANQIN    XIAO LUN

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

## ABSTRACT

In this paper the method of separation of radiobromine from radioiodine with selective adsorption on copper based platinum adsorbent is described.

The decontamination factors for radioiodine and radiobromine are  $\geq 10^3$  and the percentage recovery for both elements are  $\geq 95\%$  through one column. The decontamination factor of radiobromine from radioiodine is  $> 10^5$  with two columns.

**Key words** Copper-based platinum, Selective adsorption, Separation of bromine and iodine.

## NaF 吸附 $UF_6$ 过程中交换区法的应用

胡景沂    张力争    张先业    居克飞    冯建章

(中国原子能科学研究院, 北京)

**关键词** 六氟化铀, 氟化钠, 吸附, 吸附区高度。

### 一、前 言

早在 1952 年, Michaels 通过阳离子交换实验提出了“交换区”的概念, 并建立了一种比较简易地测定交换区高度的方法<sup>[1]</sup>, 从而可以只需通过一些小规模的实验, 即可进行柱的设计。之后庄人杰等把交换区的概念应用于阴离子交换树脂, 对溶液流速、溶液浓度、操作温度等不同操作条件的影响进行了研究, 求出了相应的经验公式<sup>[2]</sup>。离子交换树脂从溶液中进行阳离子或阴离子交换, 实质上是液相与固相之间的化学反应。而 NaF 对  $UF_6$  的吸附可以看成气相与固相之间的化学反应。对 NaF 吸附  $UF_6$  曾经有人进行了不少的研究, 但大部分是研究 NaF- $UF_6$  的吸附平衡<sup>[3-7]</sup>。本工作试图把交换区的概念应用于 NaF- $UF_6$  气-固反应, 求出吸附区高度以及一些因素对吸附区高度的影响。

### 二、实 验 部 分

1. 主要化学试剂  $UF_6$ : 经精馏纯化, 冷凝到冷阱中, 由华北某院提供。NaF 颗粒: 分析纯  $NaHF_2$  经研磨、筛分(取 100—200 目), 加水调成面糊状, 然后由成型器制成