

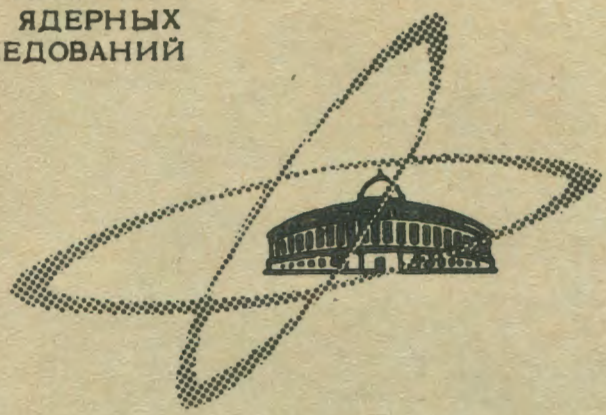
20/7

P-189

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

12 - 4181



Х.Райчев, В.Халкин

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ
МЕТОДИКА ВЫДЕЛЕНИЯ ПОЛОНИЯ
ИЗ ОБЛУЧЕННОЙ ПРОТОНАМИ МИШЕНИ
ОКИСИ ВИСМУТА

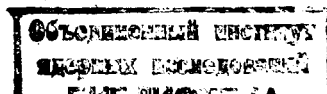
1968

12 - 4181

Х.Райчев, В.Халкин

ЭКСТРАКЦИОННО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ
МЕТОДИКА ВЫДЕЛЕНИЯ ПОЛОНИЯ
ИЗ ОБЛУЧЕННОЙ ПРОТОНАМИ МИШЕНИ
ОКИСИ ВИСМУТА

Направлено в Радиохимию



В в е д е н и е

Хорошо известно, что полоний экстрагируется трибутилфосфатом из солянокислых растворов^{/1,2/}. Экстракция проходит наиболее полно, если $6M \leq (HCl) \leq 9M$ ^{/3/}. В этих условиях при экстракции 10% раствором ТБФ в декалине коэффициент распределения (D) выше пятидесяти. Сведений об экстракции полония чистым ТБФ нет. Но можно, исходя из данных Бэгнала^{/3/}, сделать предположение, что для системы 100% ТБФ - 6M HCl будет $D \geq 10^3$. Такие высокие значения D делают перспективным использование метода экстракционной хроматографии для выделения полония из растворов сложного состава и отделения его от ряда элементов, в частности, от макроколичеств висмута, который не удерживается на экстракционно-хроматографической колонке с ТБФ при высоких концентрациях HCl ^{/4/}.

Впервые предложенные Сикерским для редкоземельных элементов^{/5/} методы экстракционной хроматографии нашли широкое применение в радиохимии, однако для выделения полония ранее не использовались.

Экспериментальная часть

Изотопы полония с $206 \leq A \leq 210$ были выделены по общеизвестным методикам^{/6/} из висмутовых или ториевых мишеней, облученных протонами высоких энергий на внутреннем пучке синхроциклотрона в Дубне. Чистота полученных препаратов оценивалась по результатам измерений альфа-спектров.

Оставшийся после отделения полония раствор висмута, облученного протонами с энергией 110–140 Мэв, служил для получения меченного радиоизотопами препарата висмута. Специальных радиохимических очисток в данном случае не требовалось, так как через две недели после облучения радиоактивность этого раствора была связана, в основном, с распадом 205 и 206 Bi.

Колонка для экстракционной хроматографии была изготовлена из полиэтиленовой трубки с внутренним диаметром 6 мм. Тефлон (порошок размером частиц 1 μ) с адсорбированным на нем ТБФ, заполнял колонку слоем высотой 60 мм. Колонка к работе подготавливалась так, как рекомендуется в^{/4/}, но максимальное количество ТБФ, удержанного фторопластом, было у нас втрое меньшим: 100 – 150 мг на 1 мл сорбента.

В модельных опытах полоний сорбировался на колонке из 4–5 мл раствора 6M HCl, содержащей 100 – 120 мг/мл висмута. Растворы пропускались со скоростью 1 мл/мин. От следов висмута колонка отмывалась 2 мл 6M HCl.

Содержание висмута в вытекающих растворах непрерывно регистрировалось радиометрически по бета- и гамма-излучению с помощью дозиметра "ТИСС", подключенного к самописцу. Относительные количества полония определялись по альфа-излучению с помощью кремниевого детектора.

Реактивы, использованные в работе, были квалификации "ч.д.а." и "х.ч." и, за исключением ТБФ, дополнительно не очищались. ТБФ отмывался 3M KOH от возможных загрязнений бутилфосфорными кислотами.

Электролитическое осаждение полония из фтористоводородных растворов проводилось во фторопластовой ячейке объемом 3,5 мл, прямоугольной формы 20 x 30 x 4 мм. Полированные платиновые электроды 5 x 40 мм и толщиной 0,2 мм, закреплялись в специальных пазах на расстоянии 20 мм друг от друга. Ячейка имела мешалку и термостатирующую рубашку, позволявшую проводить электролиз при 80°C.

Модельные эксперименты по адсорбции полония на колонке ТБФ - фторопласт из 6М HCl подтвердили наше предположение о том, что метод экстракционной хроматографии позволяет легко и быстро отделить полоний от макроколичеств висмута, наиболее часто используемого элемента мишени. В эфлюентах, содержащих висмут, мы не обнаружили присутствия полония. Следовательно, даже при относительно больших скоростях фильтрации исходного раствора $\approx 3 \text{ мл/см}^2/\text{мин}$ полоний количественно задерживается сорбентом. Несмотря на то, что полоний практически не экстрагируется ТБФ из HCl $\leq 1\text{M}$, провести его реэкстракцию разбавленной кислотой, как это рекомендуется в^{3/}, нам не удалось. Реэкстракция возможна концентрированной HNO₃ /1/.

Электроосаждение полония из азотнокислых растворов удается провести только из разбавленных кислот ($\leq 1\text{M}$) /3/. Разбавления или упаривания растворов приводят к значительным затратам времени, а конечной целью разработки являлось быстрое получение высококачественных источников излучения для магнитного альфа-спектрографа.

Мы нашли, что полоний количественно элюируется из ТБФ разбавленной HF. На рис. 1 графически представлена схема элюирования полония 2М HF. Выбор концентрации плавиковой кислоты в элюенте был сделан благодаря тому, что в литературе есть указания на то, что из 1-2М HF полоний электролитически осаждается на платине^{7/}. Однако условий электролиза не приводится. Поэтому мы были вынуждены провести поиски оптимальных для нашей задачи параметров быстрого выделения полония на платине. Нами было найдено, что электроосаждение эффективно идет при плотностях тока $> 100 \text{ mA} / \text{см}^2$ (рис. 2). При этом в течение первых 5-10 минут на катоде выделяется около 60% полония (рис. 3).

В качестве оптимальных в нашем случае были приняты следующие условия электроосаждения: ток 160 mA, время электролиза - 5 минут, температура 80°C.

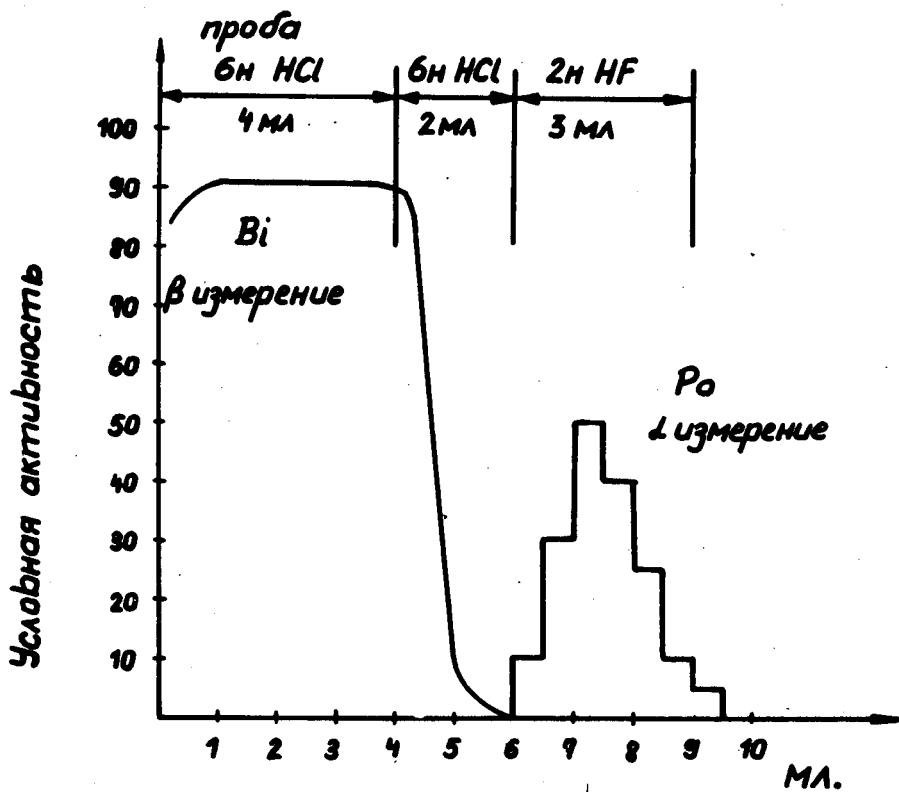


Рис. 1. Разделение висмута (120 мг/мл) и полония на экстракционно-хроматографической колонке ТБФ-тефлон ϕ 6 мм, $h = 60$ мм, объемная скорость растворов 3 мл/см² мин.

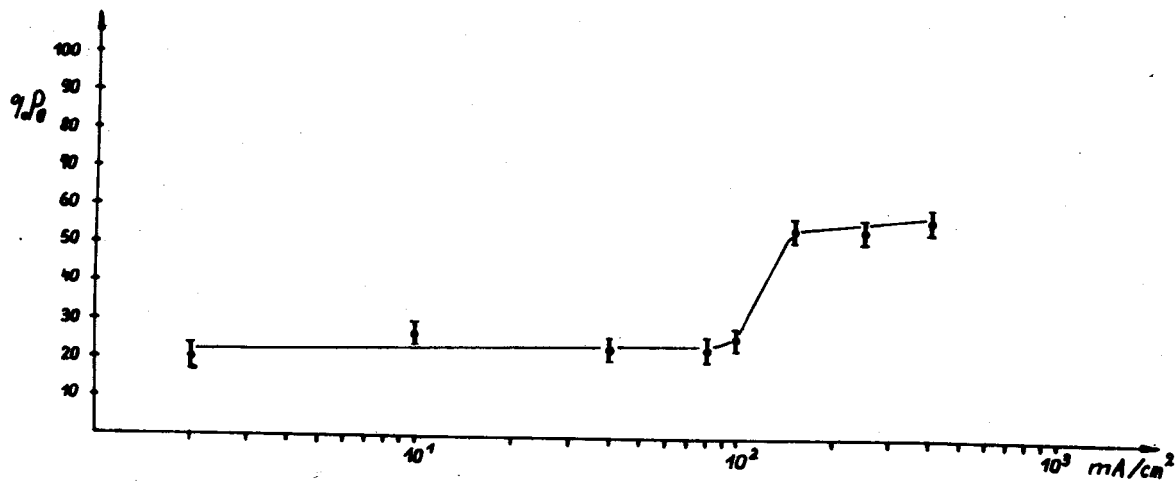


Рис. 2. Зависимость относительных количеств полония, осажденных на платиновом катоде, от плотности тока. Электролит 2М HF, 5 мин, 80°C.

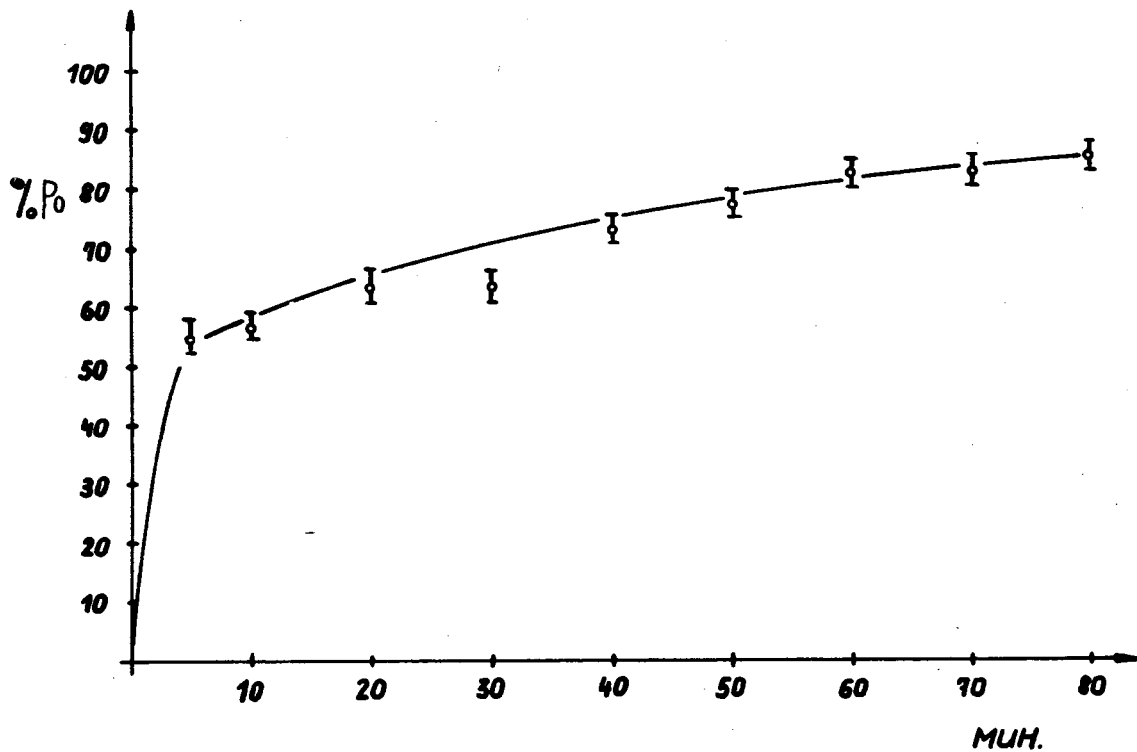


Рис. 3. Зависимость относительных количеств полония, осажденных на платиновом катоде, от длительности электролиза. Электролит $2M HF$, $I = 160 \text{ mA}$, $80^\circ C$.

Полученные экспериментальные результаты позволили разработать простой и быстрый метод приготовления интенсивных источников излучения для прецизионной магнитной альфа-спектрографии. Через 15 минут после доставки мишени в лабораторию препарат полония передавался на измерение. Поскольку потерь полония при экстракционной хроматографии и элюировании 2МНГ практически нет, химический выход определялся только полнотой электроосаждения.

Разработанная методика легко осуществима в закрытых защитных боксах с помощью копирующих манипуляторов, что очень важно при работе с высокоактивными препаратами.

Л и т е р а т у р а

1. Meinke W.W. Amer. Rep. AEC-D-2738 Sec. 84-1 (1949).
2. Karracker D.G., Templeton D.H. Phys. Rev., 81, 510 (1951).
3. К.Бэгнал. Химия редких радиоактивных элементов. ИЛ, Москва, 1960, стр. 34-36.
4. А.В.Калямин. Радиохимия. 5,6, 749 (1963).
5. Siekierska S., Fidelis J., J.Chromat., 4(1), 60, (1960).
6. Figgins P.E. The Radiochemistry of Polonium Amer. Rep. NAS-NS 3037, (1961).
7. Moyer H.V.Ed. Amer. Rep. TID-5221, 181 (1956).

Рукопись поступила в издательский отдел
4 декабря 1968 года.