

3/2-71

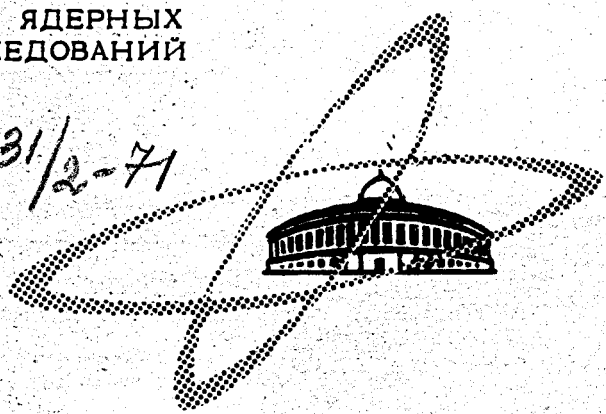
M-215

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

1431/2-71

12-5680



Н.С. Мальцева, К.А. Гаврилов

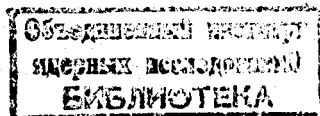
КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ЦЕЗИЯ  
И ФРАНЦИЯ  
МЕТОДОМ РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОЙ  
И АДСОРБЦИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

12-5680

Н.С. Мальцева, К.А. Гаврилов

**КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ ЦЕЗИЯ  
И ФРАНЦИЯ  
МЕТОДОМ РАСПРЕДЕЛИТЕЛЬНОЙ  
И АДСОРБЦИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Направлено в журнал "Радиохимия"



## В в е д е н и е

По экстракции тяжелых щелочных элементов из водных растворов имеется сравнительно небольшое число работ, особенно для такого элемента, как франций<sup>1-9/</sup>. Вероятно, это связано с ограниченным применением органических растворителей и экстрагентов.

Известные экстракционные методы включают использование таких экстрагентов, как тетрафенилборат, дипикрилами́н, полииодаты, полибромиды, фенолы.

Большинство работ по экстракции элементов первой группы выполнено в статических условиях. Однако такой метод часто не позволяет быстро получать нужные радиэлементы в небольших объемах. Кроме того, выделение безносительных количеств цезия, франция наталкивается на ряд серьезных трудностей, связанных с обработкой облученных мишеней.

С одной стороны, перед методами химического выделения стоит задача количественного отделения радиоактивно чистого цезия, франция от почти всех элементов периодической системы, которые образуются в ядерных реакциях с частицами высокой энергии с достаточно большими сечениями. С другой стороны, поскольку из всех известных изотопов франция самым долгоживущим является  $^{223}\text{Fr}$  ( $T_{1/2} = 23$  мин),

то методика эксперимента должна быть достаточно экспрессной. Не менее важной задачей является и приготовление тонкослойных  $\alpha$ - $\beta$ -препаратов для целей  $\alpha$ - $\beta$ -спектроскопии.

В связи с этим нами были проведены исследования по отработке методов концентрирования растворов цезия и франция из некоторых облученных мишеней с использованием экстракционной и адсорбционной хроматографии.

Предложенные методики основываются на использовании селективных методов отделения цезия и франция от других радиоактивных элементов ( $Ra$ ,  $Rb$ ,  $Ac$ ,  $Ba$ ,  $U$ ,  $Th$  и т.д.) с помощью соосаждения цезия и франция с кремневольфрамовой кислотой и последующей экстракционной и адсорбционной хроматографии.

Модельные опыты по отработке методов выделения микро-макроколичеств цезия, франция, а также по их очистке от близких по химическим свойствам элементов  $Rb$ ,  $Ra$  описываются в работах /10,11/.

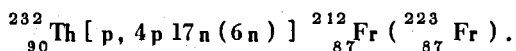
### Экспериментальная часть

Синтез изотопов цезия и франция в ядерных реакциях проводился на синхроциклотроне и на ускорителе многозарядных ионов Объединенного института ядерных исследований.

Облучение металлического тория высокоэнергичными протонами

Ториевая мишень представляла собой пластинку размером 20 мм x 10 мм, толщиной  $\approx 2$  мм, весом 0,1 - 0,3 г. Во избежание распыления продуктов расщепления тория во время облучения торий заворачивался в медную фольгу толщиной  $\approx 8$  мк, после чего мишень закреплялась в держатель пневматического пробника, так чтобы плоскость мишени была направлена перпендикулярно пучку.

Облучение металлического тория протонами с энергией 660 Мэв производилось на внутреннем пучке синхроциклотрона Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ. Интенсивность пучка была  $10^{13}$  протонов/см<sup>2</sup>.сек, что соответствовало наибольшему значению тока ускоряемых протонов  $\approx 2,3$  микроампера. Время облучения не превышало 30 минут. Изотопы франция получались в результате расщепления тория по реакции <sup>12/</sup>



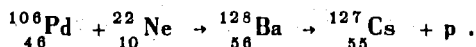
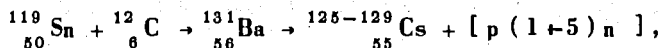
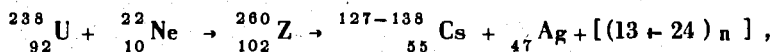
После облучения ториевая мишень подвергалась радиохимической обработке по схеме, изображенной на рис. 1.

На рис. 2 приведена элюиционная кривая франция, полученная в условиях этого опыта. Безносительные количества франция использовались для дальнейших радиохимических исследований <sup>13/</sup>.

Облучение на ускорителе многозарядных ионов

Облучение мишеней производилось на внутреннем пучке 300-см ускорителя многозарядных ионов Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ. Мишени представляли собой алюминиевые пластинки, охлаждаемые водой, на которые наносились слои  $\text{U}_3\text{O}_8$ ,  $\text{CsBr}$ ,  $\text{KJ}$ ,  $\text{Pr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{SnS}_2$  (толщиной  $1000 \text{ мкг/см}^2$ ).

В некоторых случаях облучался металлический палладий. Интенсивность пучка ускоряемых ионов  ${}_{10}^{22}\text{Ne}$ ,  ${}_{10}^{20}\text{Ne}$ ,  ${}_{18}^{39}\text{Ar}$ ,  ${}_{6}^{12}\text{C}$  в отдельных случаях достигала  $\approx 100$  мка. Изотопы цезия получались по целому ряду ядерных реакций <sup>14,15/</sup>, некоторые из них приведены ниже:



Время облучения в опытах составляло от 4,0 до 12 часов. После облучения с алюминиевой пластинки механически снимался слой вещества, который подвергался химической обработке по схемам, приведенным на рис. 1 и 3. Хроматограммы цезия, полученные при выделении его из облученного урана и бромида цезия, изображены на рис. 4.

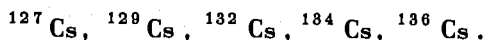
#### Метод измерения $\alpha$ -спектров франция

Измерение  $\alpha$ -спектра франция осуществлялось при помощи полупроводникового детектора с разрешением 25 кэВ. Камера с полупроводниковым детектором была сопряжена со 100-канальным анализатором импульсов типа "Радуга". В качестве эталонов служили источники из  $^{208}\text{Po}$  ( $E_{\alpha} = 5,14$  МэВ) и  $^{210}\text{Po}$  ( $E_{\alpha} = 5,3$  МэВ). Идентификация получаемой  $\alpha$ -активности франция производилась по энергии  $\alpha$ -частиц и периодам полураспада. На рис. 5 приведен сложный  $\alpha$ -спектр изотопов франция, полученный при обработке тория. Из  $\alpha$ -спектра франция видно, что в генетической связи находятся все радиоактивные продукты распада изотопов франция  $^{212,223}\text{Fr}$  согласно схемам распада этих изотопов. Отсутствие других  $\alpha$ -лучей свидетельствует о радиохимической чистоте выделяемого элемента.

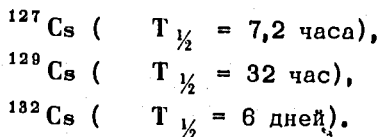
#### Измерения $\gamma$ -спектров цезия и идентификация полученных изотопов

Гамма-радиоактивность полученных образцов измерялась с помощью  $\text{Ge}(\text{Li})$   $\gamma$ -спектрометра в сочетании с 4096-канальным амплитудным анализатором /18/. Энергетическое разрешение фотопика для  $\gamma$ -лучей в энергетическом интервале от 60 до 2000 кэВ было примерно одинаковым и составляло 4 кэВ. Идентификация изотопов цезия производилась по периоду полураспада энергии  $\gamma$ -квантов на  $\text{Ge}(\text{Li})$   $\gamma$ -спектрометре.

На рис. 6 показан спектр  $\gamma$ -лучей изотопов цезия, получаемых в результате деления урана, облученного ионами неона. Сопоставление определяемых величин, периодов полураспада и энергии  $\gamma$ -лучей изотопов цезия с табличными значениями позволяет приписать их следующим изотопам:



Отсутствие в спектре других  $\gamma$ -лучей свидетельствует о радиохимической чистоте препаратов. Изотопы цезия, полученные методом адсорбционной хроматографии по схеме 3, идентифицировались по периоду полураспада путем измерения радиоактивного препарата на счётчике МСТ-17 при разложении суммарной кривой цезия. Были найдены следующие изотопы:



#### В ы в о д ы

1. Разработаны методы концентрирования цезия и франция с помощью распределительной и адсорбционной хроматографии из продуктов ядерных реакций.

2. Показана возможность получения концентрированных растворов цезия и франция с носителем и без него.

#### Л и т е р а т у р а

1. R. Muxart, M. Levi, G. Bouissieres. Comm.Rend., 249,11,1000(1959).
2. J.P. Adloff. Radiochim.Acta, 4, 3, 169 (1965).
3. R.C. Fix, J.M. Irvine. Mass.Inst.Techn.Lab.Prog.Report (1955).

4. M. Kyrs, L. Kadlecova. *Anal.Chem.Acta*, 36, 215 (1966).
5. W.J. Ross, J.C. White. *Anal.Chem.*, 36, 1998 (1964).
6. В.И. Горшков, Ю.А. Волхов. *ЖНХ*, 11, 222 (1966).
7. С.М. Карпачева, Н.М. Адамский, В.В. Борисов. *Радиохимия*, 3, 3, 272 (1961).
8. E.K. Hyde. *The Radiochemistry of Francium*, NAS-NS-3003(1960).
9. Г.С. Катыхин. *ЖАХ*, 20, 5, 815 (1965).
10. Н.С. Мальцева, М.Р. Шалаевский. *Химия трансурановых и осколочных элементов. Сб. статей. Изд. "Наука", Ленинград, 1967, стр. 174.*
11. Н.С. Мальцева. *Препринт ОИЯИ, Р12-4590, Дубна, 1969.*
12. А.К. Лаврухина, С.С. Родин. *Труды комиссии по аналитической химии, т. IX(XII), стр. 274 (1958).*
13. Н.С. Мальцева, З. Шегловски. *Радиохимия*, 12, 4, 622 (1970).
14. Ю.Ц. Оганесян, Ю.Э. Пенионжкевич, А.О. Шамсутдинов, Н.С. Мальцева, И.И. Чубуркова, З. Шегловски. *Препринт ОИЯИ, Р7-4538, Дубна, 1969.*
15. Ю.Ц. Оганесян, Ю.Э. Пенионжкевич, Со Ки Хван, А.О. Шамсутдинов, Н.С. Мальцева, И.И. Чубуркова. *Препринт ОИЯИ, Р7-4637, Дубна, 1969.*
16. Б.А. Гвоздев, С.А. Карамян, Н.С. Мальцева, Ю.Ц. Оганесян, Ю.Э. Пенионжкевич, А.М. Сухов, Б.В. Фефилов, З. Шегловски. *ПТЭ*, 3 (1969).

Рукопись поступила в издательский отдел

24 марта 1971 года.



**Схема выделения Cs, Fr  
методом распределительной хроматографии**

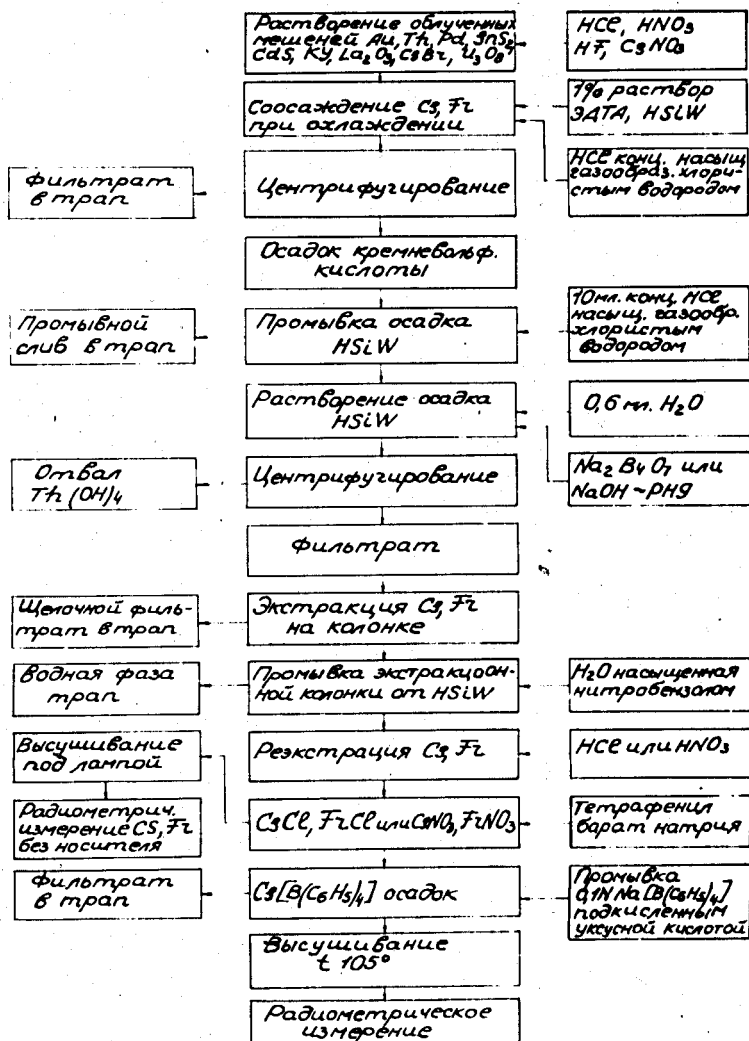


Рис. 1. Схема выделения цезия и франция из облученных мишеней.

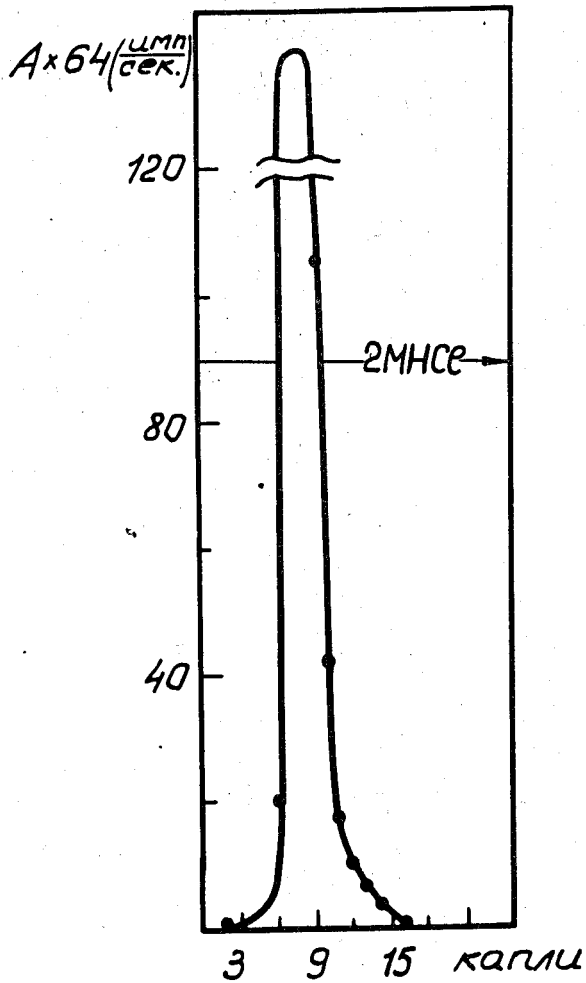


Рис. 2. Кривая элюирования франция. ( $^{212,228}\text{Fr}$ )  $2\text{MHCe}$ .

Схема выделения цезия методом  
адсорбции на  $SiO_2$

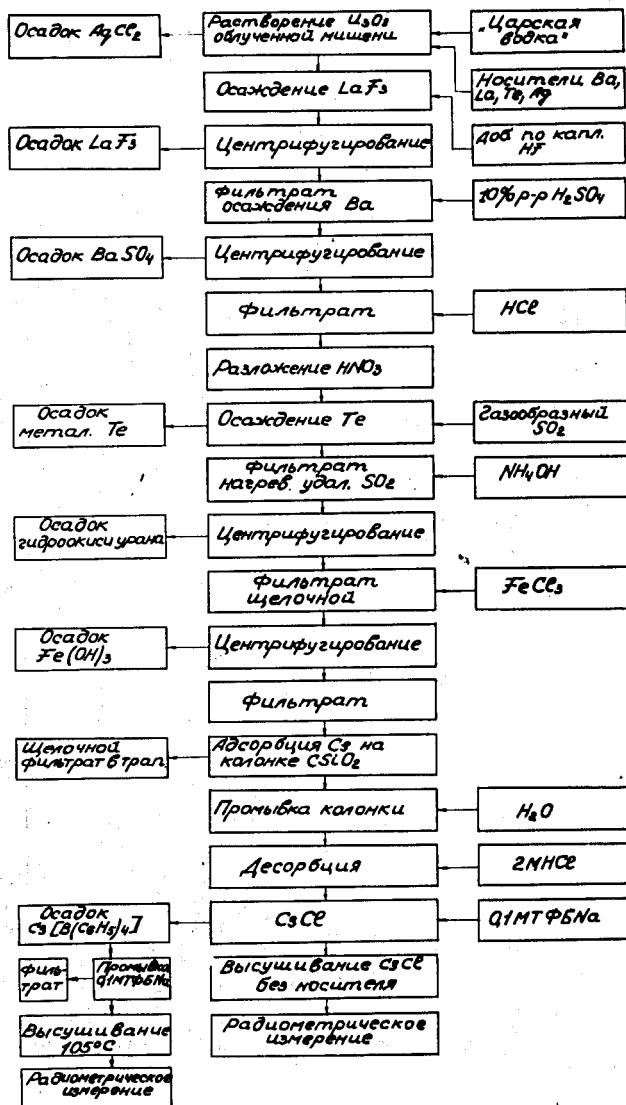


Рис. 3. Схема выделения цезия адсорбционной хроматографией.

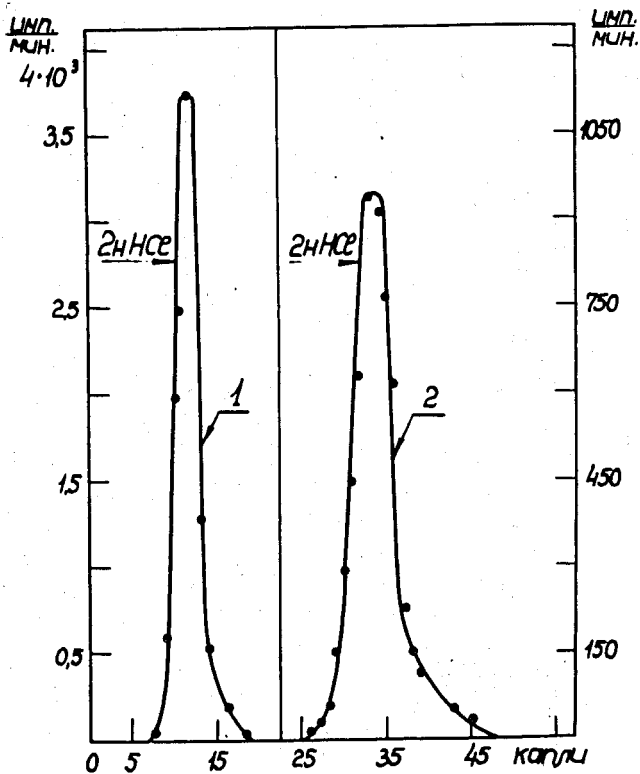


Рис. 4. Кривые элюирования цезия: 1 - без носителя, 2 - с носителем.

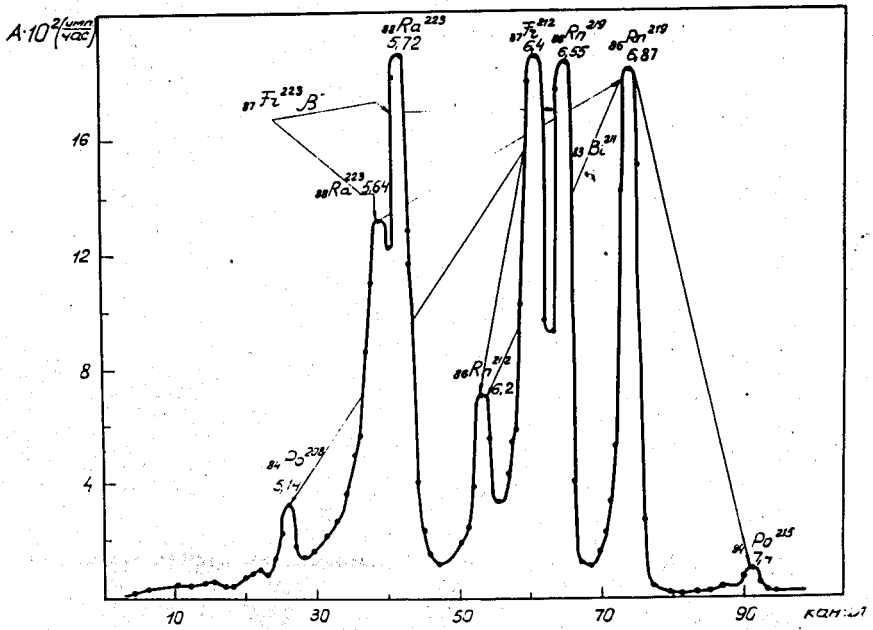


Рис. 5.  $\alpha$ -спектры изотопов франция и продуктов его распада.

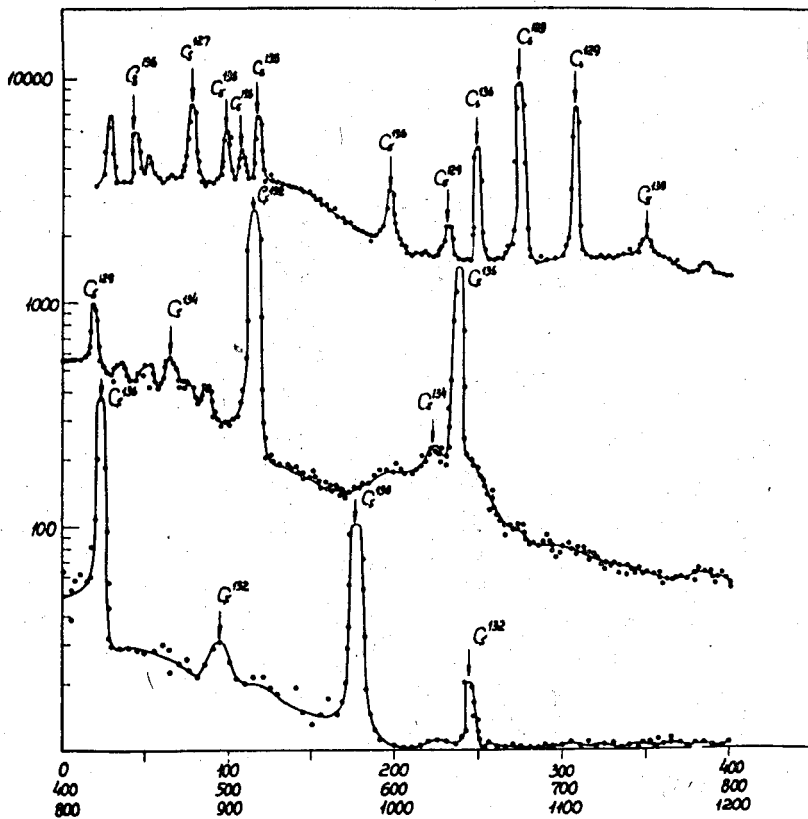


Рис. 6.  $\gamma$ -спектр изотопов цезия.