

С 413

Л-33

18/5-64.



ОБЪЕДИНЕННЫЙ ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

Н.А. Лебедев, Н.С. Толстой, В.А. Халкин

1649

МИКРОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ КОЛОНКА
С ДИСТАНЦИОННЫМ УПРАВЛЕНИЕМ

Радиохимия, 1965, т 7, № 1,
стр. 115-117.

Н.А. Лебедев, Н.С. Толстой, В.А. Халкин

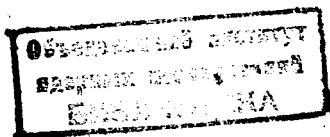
1849

С 413
Л-33

244/1 мр.

МИКРОХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ КОЛОНКА
С ДИСТАНЦИОННЫМ УПРАВЛЕНИЕМ

Направлено в журнал "Радиохимия"



Дубна 1984

Хроматографическое разделение смеси элементов широко применяется в радиохимической практике для получения чистых радиоактивных препаратов без носителя. Если для этих целей используется микрохроматографическая колонка с внутренним диаметром приблизительно 2 мм и высотой столбика ионообменной смолы 10 ± 5 см, то отдельные радиоактивные элементы получаются в сравнительно малом объеме раствора ($1 \cdot 10^{-7} - 3 \cdot 10^{-7} \text{ м}^3$), что очень удобно при изготовлении источников излучения для магнитной β -спектроскопии.

При работе с микрохроматографической колонкой, например, при разделении смеси радиоактивных изотопов редкоземельных элементов, выделяемых из талтала, облученного протонами с энергией 105,7 пдэ (660 Мэв), необходимо выполнить следующие операции:

1. Водную суспензию катионита с размером частиц 10-20 мкм, на котором адсорбированы редкоземельные элементы, объемом около $5 \cdot 10^{-7} \text{ м}^3$ количественно перенести из центрифужной пробирки в колонку.

2. Воду, в которой была суспензирована смола, продавить через колонку. При этом частицы смолы оседают поверх имеющегося в колонке столбика катионита, образуя так называемую зону нанесения.

3. Тщательно отмыть верхнюю часть (горлышко) колонки, в которую заливалась суспензия, от прилипших к стеклу частиц смолы. Если этого не сделать, то при элюирования произойдет загрязнение элюента и заметно увеличится содержание радиоактивных примесей в разделенных элементах.

4. Произвести элюирование адсорбированных в зоне нанесения редкоземельных элементов раствором комплексобразователя - лактата аммония^{1/} или α -оксизобутирата аммония^{2/} с нарастающей концентрацией.

Следует также отметить, что микрохроматографическая колонка имеет большое гидравлическое сопротивление и для пропускания растворов с необходимой скоростью требуется давление до 1,5 бар. При этом все уплотнения, соединения и края не должны пропускать воздух или растворы.

Еще одним условием успешного разделения элементов является отсутствие пузырьков воздуха в растворе над зоной нанесения, так как при повышенном давлении они растворяются в элюенте и, выделяясь затем в середине колонки, разрывают

столбик смолы, чем нарушают нормальный процесс элюирования.

Все описанные выше операции и требования легко выполняются при небольшой ($10^7 - 10^8$ расп/сек.) радиоактивности разделяемых препаратов. Но для β -спектро-скопии, особенно при исследовании спектров короткоживущих изотопов, требуются элементы с активностью $10^9 - 10^{10}$ расп/сек. Суммарная активность в этом случае достигает $3 \cdot 10^{10}$ расп/сек и более. Даже кратковременная работа с таким препара-том без специальных мер защиты приведет к переоблучению экспериментатора и осо-бенно рук, что при часто повторяющейся работе совершенно недопустимо.

Разработанное нами устройство (рис. 1) позволяет безопасно проводить разделе-ние высокоактивных препаратов, так как управление колонкой и все другие необходи-мые операции выполняются дистанционно. Это отчасти достигнуто тем, что вместо стеклянных кранов применены электромагнитные зажимы (рис. 2). К якорю электро-магнита плунжерного типа жестко крепится притупленный клин, который при своем движении прижимает резиновый шланг к неподвижному клину и плотно перекрывает его проходное отверстие. Включение и выключение электромагнитных зажимов произ-водится тумблерами, установленными на вынесенном за защиту пульте с изображен-ной на нем мнемосхемой установки (рис. 3). Сигнальные лампы на мнемосхеме ука-зывают включены или выключены электромагниты, что существенно облегчает управление колонкой.

Микрохроматографическая колонка (10) (рис. 1) в фиксированном положении ук-репляется на кронштейне (8), прикрепленном к специальному штативу (1), на кото-ром смонтированы все остальные узлы. Рядом с колонкой, также в фиксированном положении, сделано гнездо с амортизирующей пружиной (9), куда устанавливается центрифужная пробирка (7) с суспензией смолы.

Стеклопипетка, помещенная в металлический кожух (14), с помощью рычаж-ной системы (2)/3/, приводимой в движение маховиком (16), выведенным за защиту, может перемещаться по траектории "А-Б". В положении "А" капиллярный конец пипетки находится в колонке и с помощью резинового кольца (11) герметически закрывает ее. В положении "Б" кончик пипетки касается дна пробирки, а пробка (3), укрепленная на кронштейне, плотно закрывает колонку. Пипетка резиновыми шланга-ми, которые при необходимости могут быть перекрыты электромагнитными зажимами, соединяется с атмосферой, баллоном сжатого воздуха и шприцем небольшого объе-ма ($1 \cdot 10^{-6} - 2 \cdot 10^{-6}$ м³), выведенным за защиту. С помощью шприца суспензия смо-лы количественно втягивается из пробирки в пипетку, которая затем переводится в положение "А". Частицы смолы, прилипшие к внешней поверхности капиллярного кон-чика пипетки, смываются струей воды из форсунки (6), включаемой и выключаемой

автоматически; движение пипетки сопряжено с движением ходовой гайки (13) на вертикальном валу (15), которая в нужный момент размыкает контакты (12) в цепи питания зажима (VII) (рис. 3), перекрывающего воду.

Когда пипетка установится в положении "А", соединение ее со шприцем перекрывается зажимом (V) , и в нее подается сжатый воздух (зажим III открыт), под действием которого суспензия смолы тонкой струйкой переходит в колонку. Вода проходит через колонку, а смола оседает, образуя зону нанесения. При этом не происходит прилипания частиц смолы к внутренним стенкам колонки и, следовательно, необходимость промывки ее верхней части отпадает.

После выхода из пипетки всей смолы сжатый воздух перекрывается зажимом (III) , избыточное давление снимается сообщением пипетки с атмосферой (зажим IV открыт), пипетка переводится в положение "Б", а колонка, как указано выше, закрывается пробкой (3) (рис. 1). Чтобы исключить попадание воздуха в колонку, в ее верхнюю расширенную часть заливается немного воды.

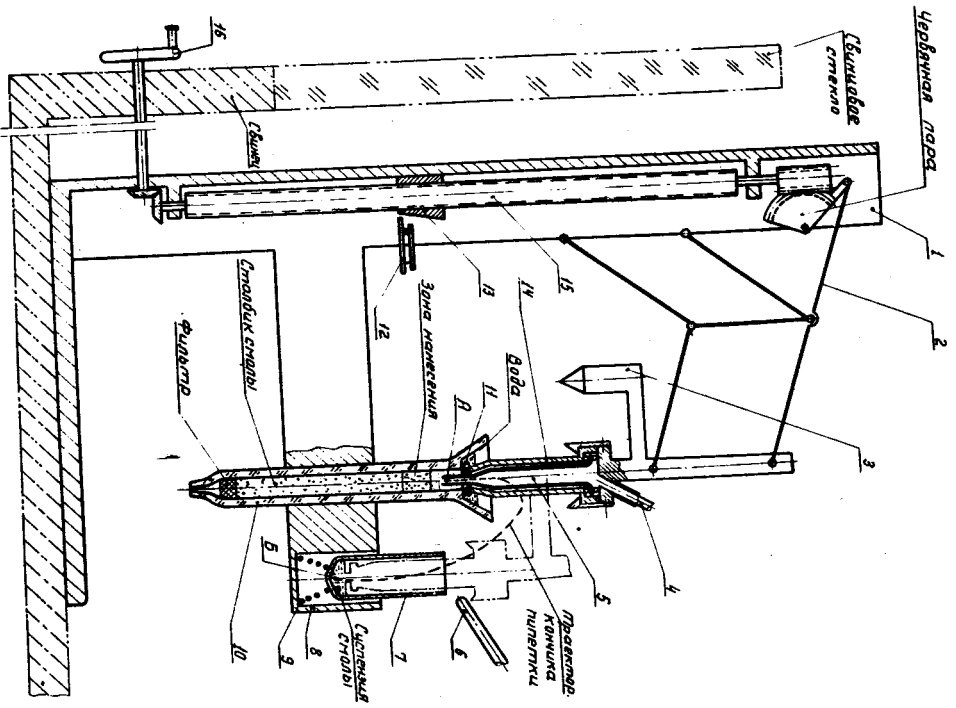
Для начала элюирования элементов необходимо, открыв зажим (I) , подать давление на элюент и открыть зажим (VI) , перекрывающий вход элюента в колонку.

Описанное устройство успешно используется в Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ. При разделении редкоземельных элементов с общей активностью более $1 \cdot 10^{10}$ расп/сек получаемая исполнителем доза значительно меньше предельно допустимой. Установка имеет габаритные размеры $0,23 \times 0,33 \times 0,70$ м³ и массу около 15 кг и может быть легко установлена как за специально созданной защитой со смотровым устройством, так и за временной, выложенной из свинцовых кирпичей и стекла типа ТФ-5.

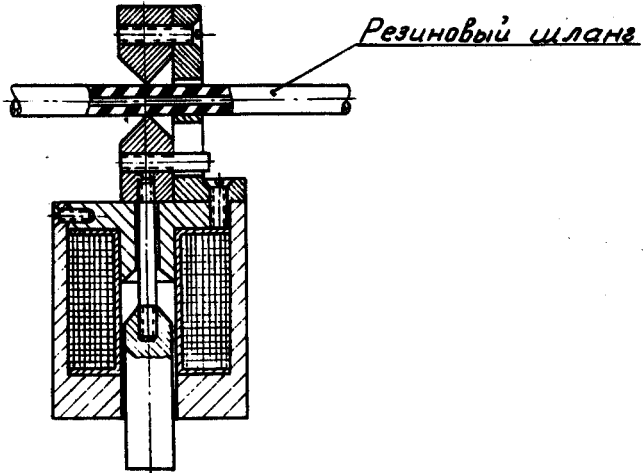
Л и т е р а т у р а ,

1. Б.К. Преображенский, О.М. Лилова, А.Н. Добронравова, Е.Т. Тетерин. ЖНХ, т.1, вып. 10, 2294 (1958).
2. M. Vobecky and A. Mastalka. Collection Czechoslovak Chemical Communications. Vol.23, 709-715 (1963).
3. И.И. Артоблевский. Механизмы, т. 1, стр. 164, 176 (1951). Изд. АН СССР.

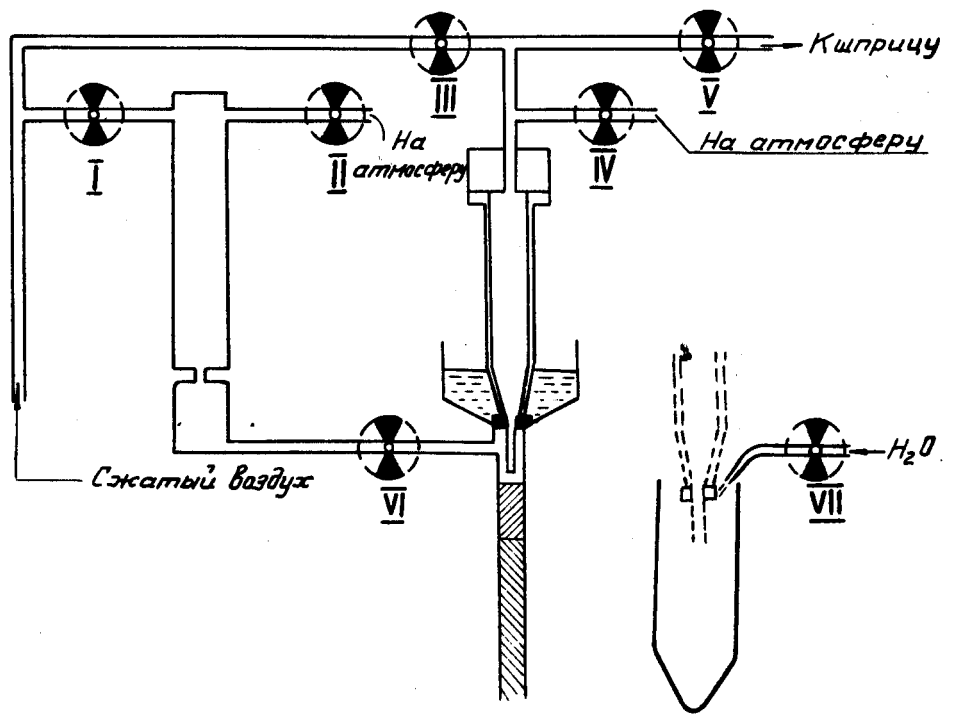
Рукопись поступила в издательский отдел
22 апреля 1964 г.



Р и с. 1. Принципиальная схема кнопки с дистанционным управлением
(показана в тексте).



Р и с. 2. Электромагнитный зажим.



Р и с. 3. Мнемосхема колонки.