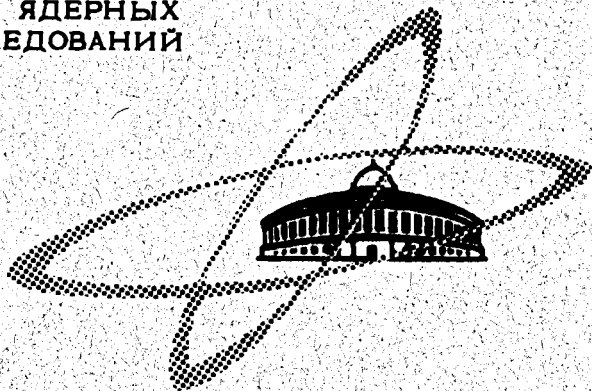


B-46

7/IV-69

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна



6 - 4347

Л. Вильгельмова, Л. Н. Никитюк, В. Н. Рыбаков

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

ПОЛУЧЕНИЕ  $^{47}\text{Ca}$  БЕЗ НОСИТЕЛЯ

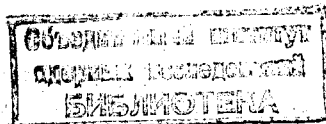
1969

6 - 4347

Л. Вильгельмова, Л. Н. Никитюк, В. Н. Рыбаков

ПОЛУЧЕНИЕ  $^{47}\text{Ca}$  БЕЗ НОСИТЕЛЯ

Направлено в "Радиохимию"



7265/2 49

Известно, что в качестве радиоактивного индикатора кальция используется  $^{45}\text{Ca}$ . Разработаны способы его получения и выделения без носителя с применением методов соосаждения и экстракции <sup>/1,2/</sup>. Однако ядерные свойства  $^{45}\text{Ca}$  (тип излучения, энергия  $\beta$ -частиц) препятствуют его использованию в качестве индикатора. В частности, большие трудности возникают при измерении его радиоактивности на торцевых счетчиках, так как необходимо вводить существенные поправки на поглощение и самопоглощение  $\beta$ -излучения с энергией 250 кэВ.

На наш взгляд, более удобным является другой изотоп кальция -  $^{47}\text{Ca}$ , имеющий  $\gamma$ -излучение и более жесткое  $\beta$ -излучение [ $E_{\gamma} = 0,49; 0,815; 1,308$  МэВ;  $E_{\beta} = 1,979$  (16%); 1,48 (2%); 0,67 (82%) МэВ <sup>/3/</sup>]. Период полураспада  $^{47}\text{Ca}$  - 4,53 дня <sup>/3/</sup> дает возможность использовать этот изотоп в качестве индикатора.

Ниже предлагается один из возможных вариантов получения и хроматографический метод извлечения изотопа в состоянии, свободном от носителя.

$^{47}\text{Ca}$  получался нами при облучении ванадиевой фольги протонами высокой энергии по реакции  $^{51}_{23}\text{V} (p, 4pn) ^{47}_{20}\text{Ca}$ .

В таблице 1 указаны сечения этого процесса при различных энергиях протонов.

### Экспериментальная часть

Облучение мишеней осуществлялось на внутреннем пучке синхротрон-лотрона Лаборатории ядерных проблем ОИЯИ,  $E_p = 660$  МэВ.

Таблица 1

$E_p$ Мэв	Сечение образования $^{47}\text{Ca}$ , мб	Литература
170	$0,031 \pm 0,009$	4
185	0,11	5
240	$0,14 \pm 0,05$	6
660	0,38	наша оценка

Время облучения в нашем случае колебалось от 0,5 до 1,0 часа. Мишень (ванадиевая фольга толщиной 100 мк, весом 0,2–0,3 г) после облучения "остывала" в течение 5–6 дней. Это необходимо, с одной стороны, для того, чтобы снизить радиационную нагрузку и, с другой стороны, чтобы избавиться от сравнительно короткоживущего  $^{28}\text{Mg}$ .

В наших экспериментах реактивы имели квалификацию "х.ч.", все растворы готовились на дважды дистиллированной воде.

#### Методика выделения

Основу методики отделения кальция от материала мишени составляет ранее наблюдавшееся явление поглощения кальция катионитом из растворов лимонной кислоты [7]. Наши эксперименты показали, что ванадий в этом случае при  $\text{pH} = 3-4$  не сорбируется на катионите. По-видимому, он образует анионный цитратный комплекс.

Ванадиевая фольга растворяется в 1,5–2 мл концентрированной азотной кислоты. При этом большая часть ванадия выпадает в осадок, по-видимому, в форме гидратированных окислов. К образовавшемуся осадку добавляется 35 мл 0,3 м лимонной кислоты и смесь нагревается до полного растворения осадка и приобретения раствором синей окраски. Раствор охлаждается до комнатной температуры. С помощью КОН устанавливается  $\text{pH} = 3-4$  и раствор пропускается через колонку ( $d = 1 \text{ см}$ ,  $h = 5 \text{ см}$ ), наполненную катионитом Дауэкс 50 x 4 50/100 меш в Na-фор-

ме, со скоростью примерно  $3,0 \frac{\text{мл}}{\text{мин}}$ . Колонка промывается водой, затем 50 мл 0,006 М раствора Трилона Б с прежней скоростью для удаления возможных примесей Fe, V.

После промывания колонки водой примеси радиоизотопов  $^{46-48}\text{Sc}$  удаляются 12 мл смеси  $0,3\text{M}(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 0,0125\text{M} \text{H}_2\text{SO}_4$  /8/. В данном случае скорость прохождения смеси через колонку критична (в нашем случае она составляла 0,4 мл/мин). При увеличении скорости прохождения элюента возможны существенные потери  $^{47}\text{Ca}$ . Далее катионит тщательно промывается водой. Элементы первой группы удаляются из колонки 75 мл 0,2М HCl /8/.

Потерь  $^{47}\text{Ca}$  при этом не наблюдается.  $^{47}\text{Ca}$  вымывается из колонки 12 мл 3N HNO<sub>3</sub>. Производится упаривание до нужного объема. Заметим, что даже при упаривании досуха видимого осадка не наблюдалось.

Мы пытались обнаружить стабильный кальций титрованием 0,01 м раствором Трилона Б при pH = 10 (pH устанавливается с помощью КОН) в присутствии свежеприготовленного индикатора - метилтимолового синего. В этом случае для изменения окраски индикатора требовалась лишь одна капля (0,03 мл) комплексона. Фон имел такую же величину. Это позволяет утверждать, что в выделенной фракции присутствует менее 12 мкг кальция<sup>x)</sup>.

Химический выход, измеренный с помощью  $^{47}\text{Ca}$ , используемого в качестве индикатора, оказался равным ~ 90%. Время выделения - около 3 часов.

Измерение радиоактивности производилось на сцинтилляционном  $\gamma$ -спектрометре с кристаллом NaJ(Tl) размером  $70 \times 70 \text{ мм}^2$  и многоканальным анализатором АМА-3С. В выделенной фракции кальция установлено наличие  $\gamma$ -линий с энергиями 510, 810 и 1310 кэВ. Типичный  $\gamma$ -спектр представлен на рисунке 1. Интенсивность указанных выше  $\gamma$ -линий спадала с периодом полураспада  $4,46 \pm 0,18$  дня.

Совпадение величин периода полураспада и энергий  $\gamma$ -линий  $^{47}\text{Ca}$  с табличными значениями /3/, а также отсутствие других  $\gamma$ -линий, свидетельствует о радиохимической чистоте полученного препарата.

x) 0,03 мл 0,01 м раствора Трилона Б соответствуют 12 микрограммам кальция.

## В ы в о д ы

Разработан метод получения и выделения  $^{47}\text{Са}$  без носителя из сложной смеси продуктов глубокого расщепления ванадия протонами высокой энергии.

Проверена радиохимическая чистота выделенной фракции.

В заключение авторы считают приятным долгом выразить благодарность И.А. Ютландову и В.Н. Покровскому за полезные советы, А.И. Ака-тову и А.К. Качалкину за помощь при выполнении этой работы.

## Л и т е р а т у р а

1. W.H.Garrison, J.G.Hamilton. Chem. Rev., 49, 258 (1951).
2. А.Н. Мурин, В.Д. Нефедов, И.А. Ютландов. Успехи химии 24, 527 (1955).
3. L.M.Langer, E.H.Spejewski and D.E.Wortman. Phys. Rev., 132, 2616 (1963).
4. G.Rudstam. Thesis, Upsala, 1956.
5. G.Rudstam. Phil. Mag. 44, 1131 (1953).
6. C.G.Heininger, E.O.Wiig. Phys. Rev., 101, 1074 (1956).
7. Ю.И. Усатенко, О.В. Даценко. Зав. лаб. 14, 1323 (1948).
8. R.Kuroda, Y.Nakagome, K.Isida, J.Chromatog. 22, 143 (1966).
9. A.M.Baticle, M.Pierre Jolibois. C.r. 236, 2055 (1953).

Рукопись поступила в издательский отдел

5 марта 1969 года.

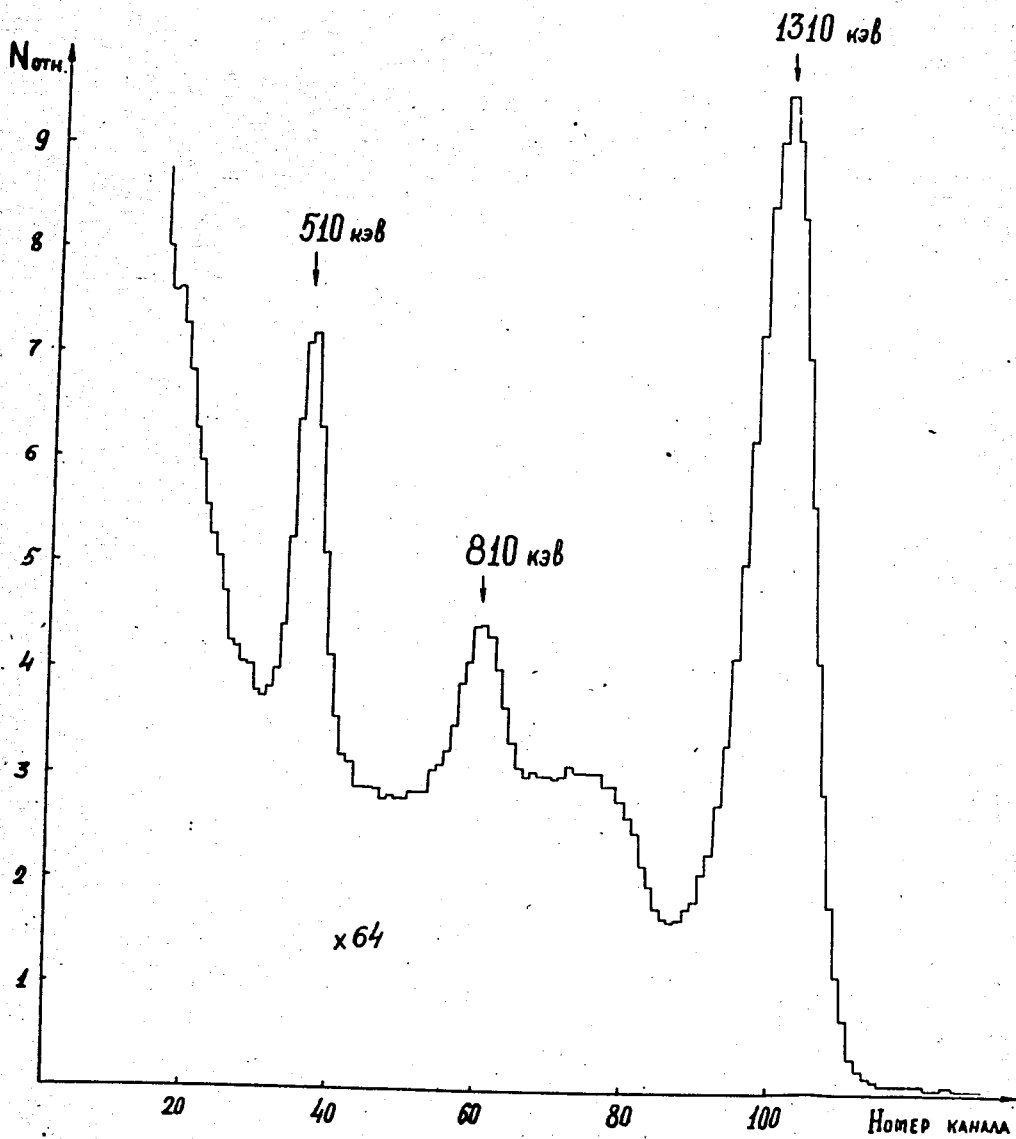


Рис. 1.  $\gamma$ -спектр  $^{47}\text{Ca}$ , измеренный на 128-канальном спитяляционном  $\gamma$ -спектрометре. Кристалл  $\text{NaJ}(\text{Tl})$  размером  $70 \times 70 \text{ мм}^2$ .