

## 复杂样品中 $^{83}\text{Rb}$ 、 $^{84}\text{Rb}$ 的放化分离

刘亦农 汪小琳 杨通在 陈银亮 李玉谦

(西南核物理与化学研究所,成都,610003)

简述了复杂样品中铷的放化分离方法。样品经  $\text{HF} + \text{HCl} + \text{HNO}_3$  分解后,用四苯基硼钠沉淀 Rb 和 Cs。沉淀经  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  破坏,转变成高氯酸盐,用 HCl 溶解后再通过阴离子及阳离子交换柱作进一步去污,最后在磷酸锆无机离子交换柱上实现 Rb、Cs 分离。 $^{83}\text{Rb}$ 、 $^{84}\text{Rb}$  由 Ge(Li)  $\gamma$  谱仪测定。

**关键词** 铷 放化分离 离子交换

复杂体系样品中 $^{83}\text{Rb}$ 、 $^{84}\text{Rb}$ 极少( $^{83}\text{Rb}$ 的比活度仅有 $\sim 0.01$ 计数/ $\text{s}\cdot\text{g}$ (样)),因而分析时样品用量较大。样品中除了一般的非放射性元素外,还有大量的裂片元素及其它放射性元素,其中某些裂片元素(如 $^{95}\text{Zr}$ 、 $^{141}\text{Ce}$ 、 $^{103}\text{Ru}$ )的比活度约有 $10^4 - 10^5$ 计数/ $\text{s}\cdot\text{g}$ (样)。要满足 $^{83}\text{Rb}$ 、 $^{84}\text{Rb}$ 物理测量的要求,去污效果一定要好。本文在使用四苯基硼钠沉淀富集重碱金属的基础上<sup>[1]</sup>,又利用 EDTA 和  $\text{F}^-$  络合能力强的特点,运用阴、阳离子交换树脂对重碱金属进行再纯化<sup>[2]</sup>,最后在磷酸锆无机离子交换柱上将 Rb 分离出来<sup>[3-5]</sup>,实现了 $^{83}\text{Rb}$ 、 $^{84}\text{Rb}$ 的测定。分析结果表明, $^{83}\text{Rb}/^{84}\text{Rb}$ 值较为满意。

### 1 主要试剂及仪器

四苯基硼钠(亦称四苯硼酸钠,TPB),A. R.; RbCl、CsCl,光谱纯;732阳离子交换树脂,100-200目。

Dowex-2 $\times$ 8-HDEHP(Kel-F)(100-200目) 称取1g Kel-F粉(100-200目),加入1ml HDEHP-环己酮(A·R,体积比为1:4),充分搅匀,水浴加热至干,加入经 HDEHP-环己酮预平衡后的蒸馏水,加热赶走气泡。按1:1体积比与 Dowex-2 $\times$ 8阴离子交换树脂(100-200目)混合装柱。

$^{86}\text{Rb}$ ( $^{134}\text{Cs}$ )示踪剂 称取一定量的 RbCl(CsCl),用石英瓶封装,在中子注量率为 $1 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 下照射24h。冷却40h后,用水溶解,并稀释成约5计数/ $\text{s}\cdot\text{mg}$ (溶液),备用。

测量仪器为 Ge(Li) $\gamma$  谱仪。

• 中国工程物理研究院自然科学基金资助项目

收稿日期:1992-01-04 收到修改稿日期:1992-10-17

## 2 实验方法

### 2.1 铷载体的配制

将光谱纯 RbCl 置于称量瓶中, 110°C 下烘 40 min, 保干器中冷却 45 min。准确称取一定量的 RbCl (562.5 mg), 用 10 ml 水溶解, 定量转移至 50 ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀, 备用 (配制的 Rb 载体浓度为 7.954 mg/ml, 不再另行标定)。

### 2.2 磷酸锆 (ZrP) 离子交换剂的制备

将 40 g  $ZrO \cdot Cl_2 \cdot 8H_2O$  溶于 1000 ml 1 mol/l HCl 中配成 0.12 mol/l  $Zr^{4+}$  溶液, 搅拌下倒入 640 ml 0.85 mol/l 的  $H_3PO_4$  溶液中, 搅拌 20 min, 存放一昼夜以上, 倾出上层清液, 用水洗至 pH 为 2-3, 在 50-60°C 下烘干。磨细, 筛取 100-200 目。先用 6 mol/l HCl 浸泡, 再用水浸泡, 备用。

### 2.3 放化分离流程

**2.3.1 样品分解** 准确称取样品, 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 2 ml Rb 载体, 先用 HF 充分分解样品, 再用王水 (HCl +  $HNO_3$ ) 破坏有机物, 加入 60 ml 水并用 10 mol/l NaOH 调至碱性。离心, 收集清液。

**2.3.2 富集** 清液中加入 10 ml 0.5 mol/l EDTA (pH 为 11), 并用 0.2 mol/l 四苯基硼钠沉淀 Rb 和 Cs。沉淀用丙酮溶解, 然后用  $HNO_3 + HClO_4$  彻底破坏 TPB, 并转变成高氯酸盐沉淀。

**2.3.3 纯化** 上述沉淀用 2 ml 0.1 mol/l HCl 加热溶解, 通过  $\varnothing 7 mm \times 60 mm$  的 Dowex-2  $\times 8$ -HDEHP (Kel-F) 柱, 用 10 ml 4 mol/l HCl 洗脱 Rb, 并收集 4 mol/l HCl 洗脱液。将收集到的 HCl 洗脱液蒸发近干, 加入 4 ml 0.01 mol/l EDTA (pH 为 11) 溶解, 溶液通过  $\varnothing 7 mm \times 80 mm$  的 732 阳离子交换柱, 依次用 10 ml 0.01 mol/l EDTA (pH 为 11)、8 ml 0.03 mol/l HF-NaF (pH 为 5) 淋洗去污, 再用 8 ml 2 mol/l HCl 洗脱 Rb 和 Cs。收集 2 mol/l HCl 洗脱液。

**2.3.4 ZrP 离子交换柱上的 Rb、Cs 分离** 将 2 mol/l HCl 洗脱液蒸发浓缩近干, 用 2 ml 1 mol/l HCl 溶解, 溶液于 55°C 水浴恒温下通过  $\varnothing 5 mm \times 200 mm$  的 ZrP 柱, 先用 20 ml 0.5 mol/l  $HNO_3$ -0.03 mol/l HF 淋洗, 再用 10 ml 2 mol/l  $NH_4Cl$ -2 mol/l HCl 洗脱 Rb, 并收集含 Rb 部分。

**2.3.5 制源及测量** 将收集到的洗脱液加热, 并加入  $HNO_3$  彻底破坏  $NH_4^+$ 。加入  $HClO_4$  沉淀 Rb, 再加入 20 ml 无水乙醇, 放置 1 h 以上, 制成沉淀源。在 110°C 下烘 40 min, 保干器中冷却 30 min, 称重, 测化学回收率。测量在 Ge(Li)  $\gamma$  谱仪上进行,  $^{83}Rb$  取 520 keV,  $^{84}Rb$  取 882 keV。

## 3 结果与讨论

### 3.1 分析结果

复杂体系样品中  $^{83}Rb$ 、 $^{84}Rb$  的放化分析结果列入表 1。在物理测量过程中, 也未发现其它核素的特征峰。分析结果表明,  $^{83}Rb/^{84}Rb$  值比较满意。这说明该放化分离流程是可靠和适用的。

表1 复杂体系样品中<sup>83</sup>Rb/<sup>84</sup>Rb值的测定

样品号	1	2	3	4	平均值
样品质量/g	6.8393	10.9110	9.3691	9.0184	
<sup>83</sup> Rb/ <sup>84</sup> Rb	0.0147	0.0148	0.0149	0.0147	0.0148(1±0.56%)

### 3.2 Rb的特效沉淀富集研究

为了验证四苯基硼钠沉淀Rb的特效性,进行了如下条件实验。取2ml Rb载体,定量加入<sup>86</sup>Rb示踪剂,用四苯基硼钠沉淀Rb。丙酮溶解沉淀后,取样测量,其结果列入表2。从表2可知,使用四苯基硼钠对Rb的沉淀富集较为特效。

表2 丙酮溶液中<sup>86</sup>Rb的含量

编号	1	2	3	4	5
<sup>86</sup> Rb含量/%	98.8	100	100	100	99.3

### 3.3 Dowex-2×8-HDEHP(kel-F)对Rb的吸附性能研究

在 $\varnothing 7\text{mm} \times 60\text{mm}$ 的Dowex-2×8-HDEHP(kel-F)柱上(100—200目),进行了HCl洗脱液浓度和HCl洗脱液体积选择的条件实验。取2ml Rb载体,定量加入<sup>86</sup>Rb示踪剂,加热浓缩近干。用2ml 0.1mol/l的HCl溶解后,将料液通过柱子,用20ml HCl洗脱Rb,收集HCl洗脱液,取样测量,结果如图1、图2所示。根据条件实验,选择了HCl洗脱液的最佳浓度为4mol/l,最佳体积为10ml。

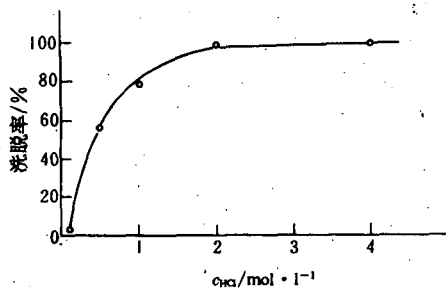


图1 Dowex-2×8-HDEHP(kel-F)柱上Rb的洗脱率与HCl浓度关系图

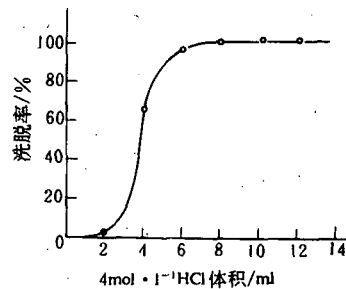


图2 Dowex-2×8-HDEHP(kel-F)柱上Rb的洗脱率与4mol/l HCl体积关系图

### 3.4 732阳离子交换柱上对Rb的吸附性能研究

在 $\varnothing 7\text{mm} \times 80\text{mm}$ 的732阳离子交换柱上(100—200目),进行了HCl洗脱液浓度及体积选择实验。取2ml Rb载体,定量加入<sup>86</sup>Rb示踪剂,加热、浓缩近干。用4ml 0.01mol/l EDTA(pH为11)溶解后通过柱子,先用10ml 0.01mol/l EDTA(pH为11)、8ml 0.03mol/l HF-NaF(pH为5)淋洗,用20ml HCl洗脱Rb,收集并取样测量,其结果如图3、图4所示。

根据条件实验选择 HCl 洗脱液的最佳浓度为 2mol/l, 体积为 8ml。

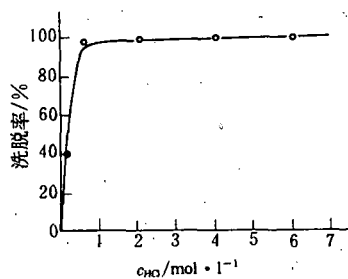


图3 732阳离子柱上 Rb 的洗脱率与 HCl 浓度关系图

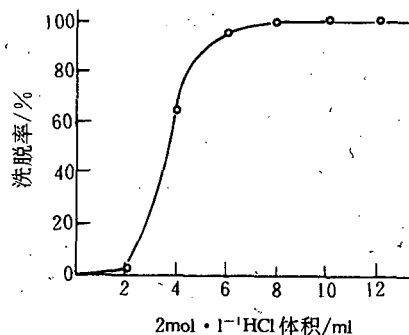


图4 732阳离子柱上 Rb 的洗脱率与 2mol/l HCl 体积关系图

### 3.5 ZrP 柱上的 Rb、Cs 分离

在  $\varnothing 5\text{mm} \times 20\text{mm}$  的 ZrP 柱上,进行了 Rb-Cs 分离条件实验。取 2ml Rb 载体,加入  $^{86}\text{Rb}$  和  $^{134}\text{Cs}$  示踪剂,蒸干。用 2ml 1mol/l HCl 溶解后,在 55℃ 水浴恒温下通过 ZrP 柱,先用 20ml 0.5 mol/l  $\text{HNO}_3$ -0.03mol/l HF 淋洗,再用 2mol/l  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -2mol/l HCl 洗脱 Rb、4mol/l  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -3.6mol/l  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  洗脱 Cs。Rb-Cs 分离情况如图 5 所示。根据图 5,选择了收集 3—10ml 2mol/l  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -2mol/l HCl 洗脱液(仅含 Rb 而不含 Cs)。

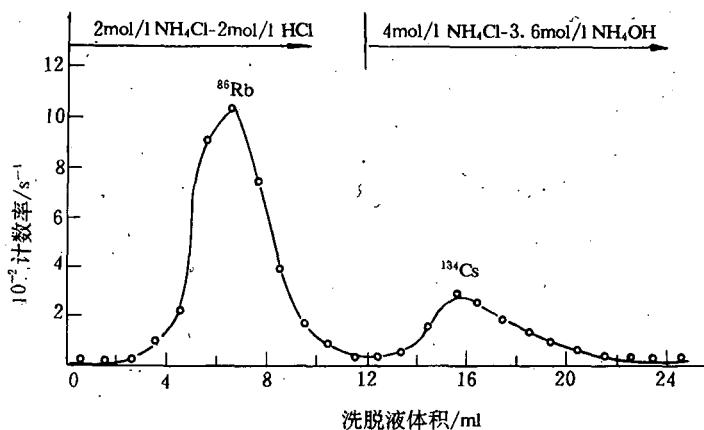


图5 ZrP 柱上 Rb-Cs 分离

本工作得到了郝樊华、李正通、熊宗华等同志的大力帮助,特此致谢。

## 参 考 文 献

- 1 张孙玮,吴水生,刘绍璞,等编著. 有机试剂在分析化学中的应用. 第1版. 北京:科学出版社,1981. 92.
- 2 Olsen E D, Sobel H R. Selective Retention of Alkali Metals on Cation-exchange Resins; Rapid Separation of Alkali Metals From Other Metals. *Talanta*, 1965, 12: 81.
- 3 Nelson F, Michelson D C, Phillips H O, et al. Ion Exchange Procedures-VI. Separation of Alkali Metal Ions. *J Chromatogr*, 1965, 20: 107.
- 4 Baetsle L, Pelsmaekers J. Ion Exchange Properties of Zirconyl Phosphates-1. *J Inorg Nucl Chem*, 1961, 21: 124.
- 5 Alberti G, Costantino U. Crystalline Insoluble Acid Salts of Tetravalent Metals-XX. Forward and Reverse Cs<sup>+</sup>/H and Rb<sup>+</sup>/H Ion Exchange on Crystalline Zirconium Phosphate. *J Inorg Nucl Chem*, 1979, 37: 1779.

## RADIOCHEMICAL SEPARATION OF RUBIDIUM FROM COMPLEX SYSTEM

LIU YINONG WANG XIAOLIN YANG TONGZAI  
CHEN YINLIANG LI YUQIAN

(*Southwest Institute of Nuclear Physics and Chemistry P. O. Box 525, Chengdu, 610003*)

### ABSTRACT

A method of radiochemical separation of rubidium from complex system is described. The sample is decomposed with HF + HCl + HNO<sub>3</sub>. Rubidium and cesium are precipitated with sodium tetraphenylborates.

The precipitate is destroyed with HNO<sub>3</sub> + HClO<sub>4</sub> and then changed into perchlorate. The perchlorate is dissolved in HCl and the resulting pulp is passed through anion and cation exchange columns for further purification. Rubidium is separated from cesium with zirconium phosphate. <sup>83</sup>Rb and <sup>84</sup>Rb are measured with a Ge(Li) detector.

**Key words** Rubidium Radiochemical separation Ion exchange