

HDEHP从含有大量Ag(I)的硝酸溶液中萃取In(III)

周德海 陈正康

(四川大学原子核科学技术研究所)

关键词 二(2-乙基己基)磷酸, 分配比, 铜。

前 言

^{111}In 是近年来很受人们注意的一种医用同位素。产生 ^{111}In 的主要核反应有 $^{109}\text{Ag}(\alpha, 2n)^{111}\text{In}^{[1-2]}$, $^{111}\text{Cd}(p, n)^{111}\text{In}^{[3]}$, $^{111}\text{Cd}(d, 2n)^{111}\text{In}^{[4]}$ 。In(III)的分离方法有HCl沉淀Ag(I)法; 阴离子交换法 $^{[2]}$; 甲基异丁基酮萃取法 $^{[5]}$; 把In(III)转化为溴化物后, 用异丙醚萃取, 再用8M HCl反萃取等方法 $^{[3]}$ 。用二(2-乙基己基)磷酸(HDEHP)萃取In(III)的报道尚未多见 $^{[6-7]}$ 。

本文研究了HDEHP从含有大量Ag(I)的硝酸溶液中萃取In(III)。主要研究了In(III)在两相中的分配比与酸度的关系, 与HDEHP浓度的关系, 以及与In(III)含量的关系; 不同浓度的HCl反萃In(III)对回收率的影响。用1MHCl反萃In(III)得到的回收率为 $90.6 \pm 2.3\%$ 。从辐照的Ag靶中分离出 ^{111}In , 并测得 γ 能谱图。该方法简便、可靠、操作时间较短, 回收率也较高。

实 验

HDEHP纯化同文献[8]。HDEHP配制成 $(2-10) \times 10^{-3}M$, 稀释剂为硝基苯。硝酸铜是用光谱纯的金属铜溶解在少量的浓 HNO_3 中, 配成所需的浓度。硝酸银是用分析纯的银片加热溶解在少量的浓 HNO_3 中, 配成3mg/ml。 HNO_3 用分析纯试剂配成 $(2-10) \times 10^{-2}M$ 。萃取平衡时间15min。HDEHP对Ag(I)不萃取。两相平衡之后, 离心分离水相用WYX-401型原子吸收分光光度计测量。从 α 束流辐照的银靶中分离出 ^{111}In , 取100 μl 样品烘干, 用Ge(Li)探测器配4096道脉冲幅度分析器测 γ 能谱。

结果与讨论

1. 分配比与 HNO_3 浓度的关系 HDEHP萃取In(III)得到的分配比随水溶液酸度的增加而降低, 随HDEHP浓度的增加而增加。结果如图1所示。

2. 分配比与HDEHP浓度的关系 当固定 HNO_3 和In(III)的浓度, 研究改变HDEHP浓度对萃取In(III)分配比的影响。分配比随HDEHP浓度的增加而增加, 随酸度的增加而降低。结果如图2所示。

1984年5月31日收到。

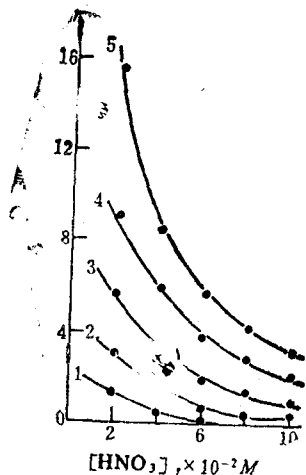


图1 分配比与 HNO_3 浓度的关系

In 量为 $200\mu\text{g}$ 。

HDEHP 浓度: 1— $2 \times 10^{-3}\text{M}$;
2— $4 \times 10^{-3}\text{M}$; 3— $6 \times 10^{-3}\text{M}$;
4— $8 \times 10^{-3}\text{M}$; 5— $10 \times 10^{-3}\text{M}$ 。

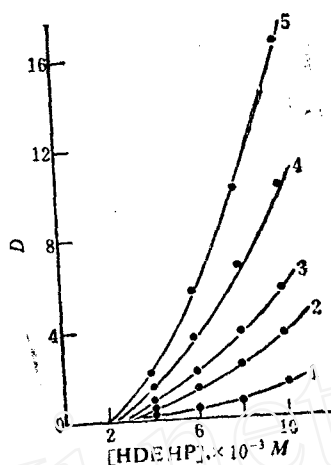


图2 分配比与 HDEHP 浓度的关系

In 量为 $200\mu\text{g}$ 。

HNO_3 浓度: 1— $10 \times 10^{-2}\text{M}$;
2— $8 \times 10^{-2}\text{M}$; 3— $6 \times 10^{-2}\text{M}$;
4— $4 \times 10^{-2}\text{M}$; 5— $2 \times 10^{-2}\text{M}$ 。

3、分配比与 In(III) 量的关系 当固定 HNO_3 和 HDEHP 浓度, 研究改变 In(III) 浓度对萃取 In(III) 分配比的影响。

(1) 根据上述实验, 选择了三组数据: $2 \times 10^{-2}\text{M}$ HNO_3 - $10 \times 10^{-3}\text{M}$ HDEHP 、 $4 \times 10^{-2}\text{M}$ HNO_3 - $8 \times 10^{-3}\text{M}$ HDEHP 、 $6 \times 10^{-2}\text{M}$ HNO_3 - $6 \times 10^{-3}\text{M}$ HDEHP , 改变 In(III) 量, 得到分配比与 In(III) 量的关系。结果如图3所示。由图3可见分配比随 In(III) 量的增加而降低, 随 HNO_3 浓度的降低和 HDEHP 浓度的增加而增加。

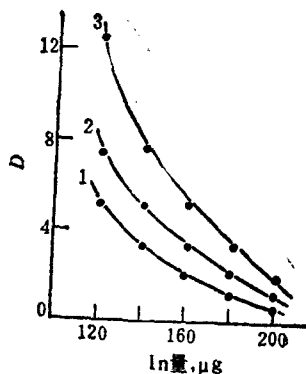


图3 分配比与 In(III) 的关系

1— $6 \times 10^{-2}\text{M}$ HNO_3 - $6 \times 10^{-3}\text{M}$ HDEHP ;
2— $4 \times 10^{-2}\text{M}$ HNO_3 - $8 \times 10^{-3}\text{M}$ HDEHP ;
3— $2 \times 10^{-2}\text{M}$ HNO_3 - $10 \times 10^{-3}\text{M}$ HDEHP 。

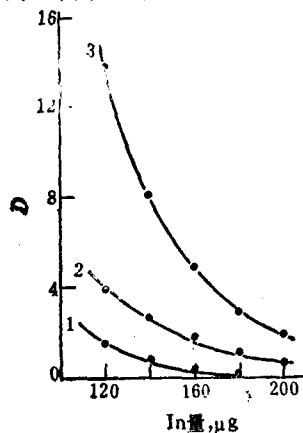


图4 分配比与 In(III) 量的关系

$[\text{HDEHP}] = 10 \times 10^{-3}\text{M}$ 。
 HNO_3 浓度: 1— $6 \times 10^{-2}\text{M}$;
2— $4 \times 10^{-2}\text{M}$; 3— $2 \times 10^{-2}\text{M}$ 。

(2) 选定 HDEHP 浓度 $10 \times 10^{-3}\text{M}$ 和 HNO_3 浓度分别为 $2 \times 10^{-2}\text{M}$ 、 $4 \times 10^{-2}\text{M}$ 、 $6 \times 10^{-2}\text{M}$, 萃取 In(III) , 得到分配比与 In(III) 量的关系, 结果如图4所示。由图4可见, 分配

比随In(III)量的增加而降低, 随HNO₃浓度的降低而增加。

4. 不同浓度HCl从有机相中反萃取In(III) 反萃取得到的回收率示于表1。用1M HCl反萃取In(III)得到的回收率平均值为 $90.6 \pm 2.3\%$ 。

表1 不同浓度HCl反萃取In(III)的回收率

加入In(III)量, μg	0.1 M HCl 反萃取, μg	回收率, %	加入In(III)量, μg	0.5 M HCl 反萃取, μg	回收率, %	加入In(n)量, μg	1 M HCl 反萃取, μg	回收率, %
						100	93.0	93.0
			100	83.0	83.0	100	88.5	88.5
100	70.5	70.5	100	85.5	85.5	100	93.0	93.0
100	79.5	79.5	100	91.5	91.5	100	88.5	88.5
100	70.5	70.5	100	85.5	85.5	100	90.0	90.0
平均回收率 73.5 ± 6			平均回收率 86.4 ± 4.6			平均回收率 90.6 ± 2.3		

5. 从辐照后的银靶中分离¹¹¹In 直径为50mm, 厚1.5mm, 刨光后的纯Ag靶片, 用能量为25MeV α 束流辐照 $9\mu\text{A}\cdot\text{h}$ (累积), 冷却24h, 用加热的浓HNO₃溶靶, 冷却后稀释至0.02M, 加入 10×10^{-3} M HDEHP溶剂萃取15min, 离心分层去掉水相, 用1M HCl从HDEHP中反萃¹¹¹In。过滤后从溶液中取 $100\mu\text{l}$ 样品, 烘干, 进行 γ 能谱测量。结果如图5所示。最后制得了放化纯的¹¹¹InCl₃注射液, 产额为 $120\mu\text{Ci}/\mu\text{A}\cdot\text{h}$ 。

本工作的热实验方面得到回旋加速器室, 设计组, 四川大学核物理研究室张一云, 刘亚伦同志支持, 特此感谢。

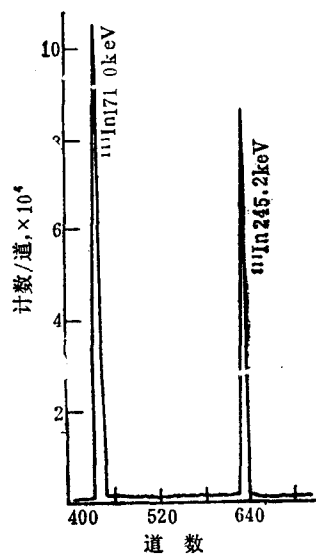


图5 从辐照后的Ag靶中分离¹¹¹In的 γ 能谱图

参考文献

- [1] Helus, F. et al., *Radiochem. Radioanal. Letters*, 15, 4 (1973).
 [2] Thakur, M. L. et al., *Int. J. Radiat. Isotopes*, 23, 3 (1972).
 [3] Brown, L. G. et al., *Int. J. Radiat. Isotopes*, 23, 2 (1972).
 [4] Gruvrmam, I. J. et al., *Int. J. Radiat. Isotopes*, 5, 1 (1959).
 [5] 野崎正, 第10回日本74外-7°会议报文集, 1971, p. 476.
 [6] Levin, V. I., et al; *Int. J. Radiat. Isotopes*, 25, 6 (1974).
 [7] Sato, T., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, 37, 1485 (1975).
 [8] Sato, T., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, 24, 699 (1962).

THE EXTRACTION OF In (III) FROM NITRIC ACID
 SOLUTION CONTAINING LARGE AMOUNT OF
 Ag(I) WITH HDEHP

ZHOU DEHAI CHEN ZENGLANG

(Institute of Nuclear Science and Technology of Sichuan University)

ABSTRACT

The distribution ratio of In(III) between organic and aqueous phases in the solvent extraction of In(III) with HDEHP is determined. The distribution ratio of In(III) decreases as the acidity increases and increases as HDEHP concentrations increase and In(III) concentrations decrease. In(III) in the organic phase can be back extracted with HCl of various concentrations. When In(III) in the organic phases is back extracted with 1 M hydrochloric acid, the back extraction yield is $99.6 \pm 2.3\%$. The gamma spectrum of ^{111}In separated from irradiated silver target is measured.

Key words HDEHP, Distribution ratio, Indium.