

## 裂变产物中 $Ba^{140}$ 的测定

刘玉英 潘国梁

一般常用以分离钡与铯的铬酸盐沉淀法,须经多次分离循环过程才能得到较纯的钡,但这样影响钡的产额,并且其他裂变元素如铯、钷、钷及锆等在沉淀时都会因水解而引起沾污。盐酸沉淀法操作较简便,所得钡沉淀的纯度较高,且因氯化钡易溶于水,可便于进一步的分离操作。但此法化学产额较低,且氯化钡作为测量及称量形式时,不如铬酸钡或硫酸钡等沉淀形式易于处理。硝酸沉淀法是在高浓度的硝酸介质(60%以上)中从混合裂变产物中定量地分离出钡与铯,此时除铯外,其它的裂变元素都能较完全地与钡、铯分离。此法所得沉淀为钡及铯的混合沉淀,在很多分离程序中作为分离钡的前处理步骤。蒙特戈默里(H. A. C. Montgomery)<sup>[1]</sup> 引用 EDTA 改进了铬酸盐沉淀法,即在中性的 EDTA 溶液中,钡可成为铬酸钡被定量地沉淀下来,能与铯及其他裂变元素很好地分离。此法所得铬酸钡沉淀在纯度及产额上都较盐酸法及铬酸盐沉淀法优越,尤其是对铯可达到很好的分离程度。

根据桑德尔曼(D. N. Sunderman)<sup>[2,3]</sup> 在 1957 年及 1960 年对钡的放射化学方面的工作和上述各种沉淀法所作的较全面的评论,以及蒙特戈默里对其所建立的方法得到的结果,我们综合拟定了下述分离测定程序。

### 1. 载体溶液的制备与标定

称取 9 克  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  (二级试剂)溶于 100 毫升水中,将溶液全部转入 500 毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,混合均匀后备用。

用移液管吸取 5 毫升载体溶液置于 150 毫升烧杯中,加入数毫升硝酸溶液,在小火焰上蒸发至干,重复加入硝酸,蒸干。用水溶解烧杯中的残余物,并稀释至 80 毫升。加入 10 毫升醋酸铵缓冲溶液(30 克醋酸铵溶解于 100 毫升水中,用 2N  $NH_4OH$  将溶液调节至中性或微碱性),将溶液在沸水浴中加热至近沸,逐滴加入重铬酸铵溶液至过量 10%,并继续在沸水浴中加热半小时。将铬酸钡沉淀转移至已称重的熔结玻璃坩埚中,减压过滤,用 0.5M 醋酸铵溶液洗涤沉淀直至过滤液不显黄色为止。再用 95% 乙醇洗涤两次。将沉淀于 120°C 烘干 15 分钟,冷却半小时,称至恒重。

### 2. 测定程序

(1) 吸取 1 毫升钡载体溶液(10 毫克  $Ba^{++}$ /毫升)及 0.5 毫升硝酸铯溶液(2.8%),加入盛有待测裂变产物溶液的离心试管内。混合均匀后,放置 5 分钟待其交换完全,加入适量的发烟硝酸使溶液达到 70% 硝酸浓度。然后将溶液在冷水浴中冷却,并搅拌 2—3 分钟,离心分离,倾出上层清液,并用 70% 硝酸洗涤沉淀一次。

(2) 加 2 毫升水于离心试管内溶解沉淀,加入 1 毫升 7.8% 硝酸镧溶液。然后逐滴加入 2N  $NH_4OH$  溶液直至沉淀完全生成为止。放置 5 分钟,离心分离,将上层清液用吸液管转移至另一干净离心试管内,弃去沉淀。

(3) 用 1N 硝酸溶液中和清液至中性(或微碱性),加入 2 毫升 La-EDTA 溶液(96 毫升 EDTA 溶液 + 4 毫升 7.8% 硝酸镧溶液),混合均匀后,在沸水浴中加热至近沸。逐滴加入 1.5

毫升 10% 铬酸钾溶液, 继续在沸水浴中加热 15 分钟。冷却至室温后, 离心分离, 弃去上层清液。用 2% 硝酸铵溶液洗涤沉淀 2 次, 弃去洗涤液。

(4) 加 2 毫升 1N HNO<sub>3</sub> 溶液于离心试管内溶解沉淀, 加入 2 毫升 EDTA 溶液 (19.5 克 EDTA-二钠盐溶于 50 毫升浓 NH<sub>4</sub>OH 及 250 毫升水溶液中, 用水稀释至 500 毫升), 此时溶液应显黄绿色 (如带黄红色, 应再加入少量的稀 NH<sub>4</sub>OH, 直至显黄绿色)。混合均匀后, 在沸水浴中加热至近沸, 逐滴加入 3 毫升 10% 铬酸钾溶液, 继续在沸水浴中加热 15 分钟。冷却至室温后, 离心分离, 弃去上层清液。用 2N NH<sub>4</sub>OH 洗涤沉淀两次, 用少量水将沉淀转移至装于有机玻璃漏斗上的已称量的滤纸片上, 减压过滤, 用 95% 乙醇洗沉淀两次。将沉淀及滤纸片取出转移至已称量过的铝盘上, 在红外灯下干燥, 立即用盖革计数器测量 β 放射性。将沉淀在 120°C 干燥 10 分钟, 冷却 20 分钟, 称至恒重。

### 3. 試驗 結果

#### (1) 純度 鉴定

(i) 去污試驗 分別用 Sr<sup>90</sup>, Ce<sup>144</sup>-Pr<sup>144</sup>, Zr<sup>95</sup>-Nb<sup>95</sup>, Ru<sup>106</sup>-Rh<sup>106</sup> 等指示剂与 1 毫升 钡载体溶液按照上述程序来测定对各指示剂的去污因素, 结果列于表 1。

表 1 各种裂片元素的去污因素

指示剂	加入指示剂放射性, 计数/分	测得 BaCrO <sub>4</sub> 放射性, 计数/分	化学产额, %	BaCrO <sub>4</sub> 校正后放射性, 计数/分	去污因素
Sr <sup>90</sup>	1.26 × 10 <sup>6</sup>	45	46.7	52	2.4 × 10 <sup>4</sup>
	1.26 × 10 <sup>6</sup>	105	86.2	121	1.0 × 10 <sup>4</sup>
	1.26 × 10 <sup>6</sup>	53	79.3	53	2.3 × 10 <sup>4</sup>
Ce <sup>144</sup> -Pr <sup>144</sup>	1.25 × 10 <sup>6</sup>	4	54.5	8	1.3 × 10 <sup>5</sup>
	1.25 × 10 <sup>6</sup>	7	61.4	11	1.1 × 10 <sup>5</sup>
Zr <sup>95</sup> -Nb <sup>95</sup>	6.5 × 10 <sup>5</sup>	23	74.2	31	2.1 × 10 <sup>4</sup>
	6.5 × 10 <sup>5</sup>	19	65.6	31	2.1 × 10 <sup>4</sup>
Y <sup>90</sup>	6.0 × 10 <sup>5</sup>	3	79.9	4	1.5 × 10 <sup>5</sup>
	6.0 × 10 <sup>5</sup>	1	80.0	1	6.0 × 10 <sup>5</sup>
Ru <sup>106</sup> -Rh <sup>106</sup>	1.7 × 10 <sup>5</sup>	8	70.2	11	1.5 × 10 <sup>4</sup>
	1.7 × 10 <sup>5</sup>	6	59.3	10	1.7 × 10 <sup>4</sup>
I <sup>131</sup> *	1.2 × 10 <sup>5</sup>	0	—	0	> 1.2 × 10 <sup>5</sup>
	1.2 × 10 <sup>5</sup>	5	78.1	7	1.7 × 10 <sup>4</sup>

\* I<sup>131</sup> 的去污因素系直接由用放射测定法测得的原始裂变产物中 I<sup>131</sup> 的含量与分离出 Ba<sup>140</sup> 后 BaCrO<sub>4</sub> 中 I<sup>131</sup> 的相对含量计算而得。

(ii) γ 能谱鉴定 用单道 γ 谱仪测定 (见图 1)。

E<sub>γ</sub> (文献数据), 千电子伏: 162, 304, 433, 537。

E<sub>γ</sub> (测得数据), 千电子伏: 160, 300, 430, 540, 820 (由于 La<sup>140</sup>)。

(iii) β-能量鉴定 用铝吸收法测得 (见图 2)。

E<sub>β</sub> (文献数据), 兆电子伏: 0.480 (30%), 1.02 (70%)。

E<sub>β</sub> (分离后 3 小时测得数据), 兆电子伏: 0.420 (37%), 1.0 (60%), 2.2 (3%) (由于 La<sup>140</sup>)。

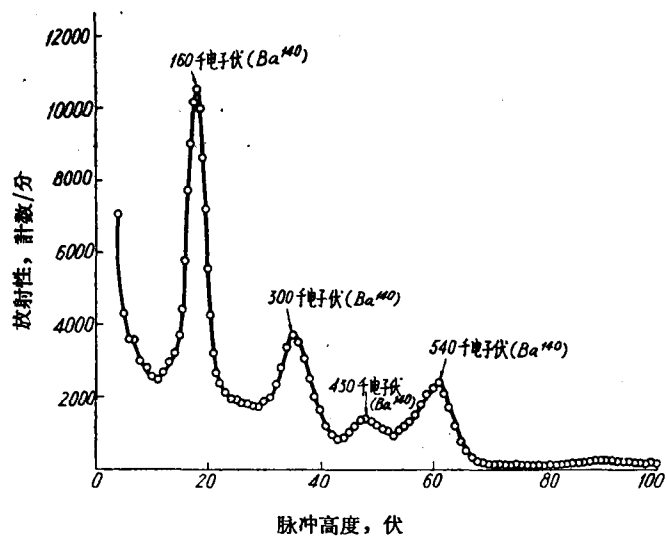


图1 Ba<sup>140</sup>  $\gamma$  能谱

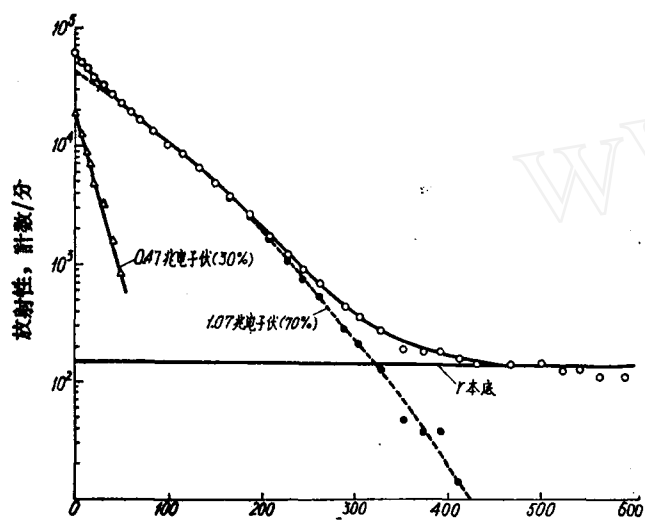


图2 Ba<sup>140</sup> 吸收曲线

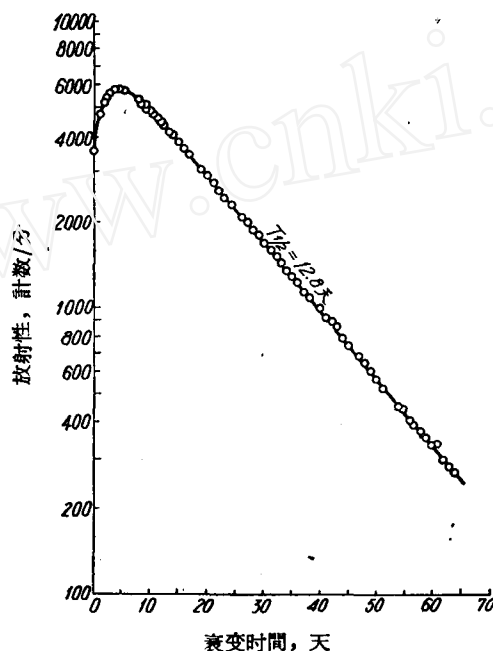


图3 Ba<sup>140</sup> 衰变曲线

(iv) 半衰期测定(见图3)  $T_{1/2} = 12.8$  天。

## (2) 平行试验

利用照射9小时、冷却21天的铀的裂变产物进行了8个平行样品测定, 结果所得单值相对标准偏差 ( $P = 0.05$ ) 为 3.02%。

## 参 考 文 献

- [1] H. A. C. Montgomery, *Analyst*, **85**, 365 (1960).
- [2] D. N. Sunderman & C. W. Townley, *The Radiochemistry of Barium, Calcium, & Strontium*, NAS-NS-3010 (1960).
- [3] D. N. Sunderman & W. W. Meinke, *Anal. Chem.*, **29**, 1578 (1957).

(编辑部收稿日期 1963年4月28日)