

心的情况下, 在讨论纵向运动时, 可以不考虑偏心的影响。

### 参 考 文 献

[1] 宋忠恒, 本期第 626 页。

(编辑部收到日期: 1983 年 8 月 23 日)

## 控制阴极电位电解法提取浓缩同位素铜

车宗伶 徐永兰

(中国原子能科学研究院, 北京)

关键词 电磁分离, 浓缩同位素, 控制阴极电位电解。

### 一、仪器设备及试剂

1. 控制阴极电位电解仪(自制): 最大电流, 2 A; 控制电位精度,  $\pm 0.03$  V; Pt 网电极(本院制)。2. 酸度计: 雷磁 25 型。3. 光谱仪: pgs-2 型, 2 米光栅。4. 极谱仪: 上海 883 型, 笔录式。5. 试剂均为国产分析纯。

### 二、口袋材料的处理

#### 1. 不锈钢腐蚀试验

此实验目的在于估价提取同位素时可能引进的杂质含量。在室温下, 以 1:1 HNO<sub>3</sub> 浸泡不锈钢材料, 将腐蚀液经干渣法光谱测定, 结果发现在长时间浸泡后, 有微量铁、铜、铬、铋、锡、钛、镉等元素被溶下(表 1)。但即使是在浸泡 48 小时(电解分离时间为 40 分钟)之后腐蚀液中含铜量仅为 10  $\mu\text{g}/\text{ml}$ (而样品浓度为 0.5 mg/ml), 经质谱测定实际样品时, 未发现对浓缩后的同位素丰度产生影响。

表 1 不锈钢板\*在 1:1 HNO<sub>3</sub> 中腐蚀试验

试样编号	腐蚀时间, h	腐蚀液的光谱 半定量分析结果, $\mu\text{g}/\text{ml}$									
		Fe	Cu	Cr	Ti	Ni	Mn	Bi	Sn	Zn	Cd
1	0.5	1	3	0	0	0	0	0	0	0	0
2	1	1	3	0	0	0	0	0	0	0	0
3	2	3	3	0	痕	0	0	0	痕	0	0
4	4	3	3	<0.3	痕	0	0	痕	痕	0	0
5	8	10	3	<0.3	痕	0	0	痕	痕	0	痕
6	48	10	10	<0.3	痕	痕	0	痕	痕	痕	痕

\* 钢板型号是 1 Cr18Ni 9 Ti, 尺寸为 20 × 30 × 1, 腐蚀液体积为 10ml。

## 2. 大量铁的分离

在口袋中有许多被离子流轰击剥落的金属碎屑，经光谱分析认为是同位素铜与铁的合金。除去合金中大量的铁将大大增加电解效率。由表 2 可知，用氢氧化氨沉淀法可使多达 10 倍量的铁分离而不影响铜的回收。这里用极谱法测铜。

表 2 100 mg 铜与不同比例量铁分离后铜的回收结果

样 品 号	分离前铁和铜量比例	回收百分率, %	平均值, %
$N_0$	0:1	100	99.7
$N_1$	1:1	100	
$N_2$	2:1	99.1	
$N_3$	3:1	99.1	
$N_4$	5:1	100	
$N_5$	10:1	100	

## 三、控制阴极电位电解法条件试验

在含铜 100 mg 的  $\text{HNO}_3$  中，加入 1 克尿素，25 ml 2 M 酒石酸钠，2 克盐酸联胺，再以 NaOH 调节溶液 pH 值，以水冲稀至 190 ml，再将阴极电位调至  $-0.30 \text{ V}$ （此体系中其他杂质元素的析出电位均大于此值，不致产生干扰），电解至电流下降到 2—3 mA 时停止，按常规称量 pt 网阴极上的铜量。

1. 测量最大电流与 pH 的关系曲线 由图 1 可以看出在 pH 3.5—5.0 时，电解电流随 pH 值增大。当  $\text{pH} > 5.0$  时电流逐渐减小，这是由于溶液中  $\text{Cu}^{+2}$  产生水解反应之缘故。

2. 电解时间与 pH 的关系 由图 2 可知在  $\text{pH} < 5$  时，曲线形状基本上与图 1 相反，也就是说电流越大，耗时越少。但在  $\text{pH} > 5$  时，电流和耗时都随 pH 增加而减小，这是因为在硷性介质中酒石酸盐络合物较稳定，不易离解，因而  $\text{Cu}^{+2}$  浓度降低了，但此时电沉积并未完全。随着 pH 值再增大，发生了水解反应。

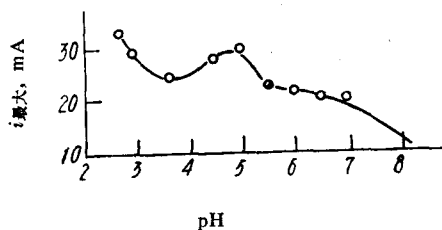


图 1 最大电解电流与 pH 值的关系曲线

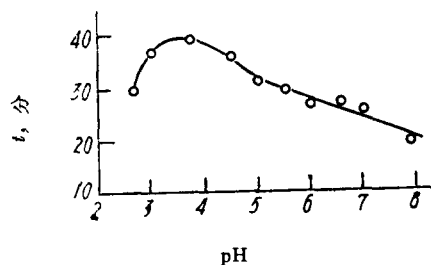


图 2 电解时间与 pH 值关系

3. 电沉积百分率与 pH 的关系 从图 3 可以看到在 pH 3.5—5.5 时，铜能定量沉积在阴极上，而当 pH 低于 3.5 或大于 5.5 时则结果偏低。

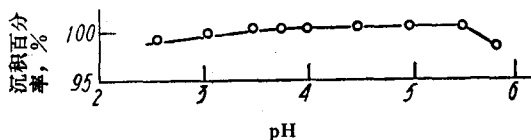


图 3 电沉积率与 pH 值关系

#### 四、沉积、百分率的测定及(电沉积后)残液中铜量的测定

综合研究了上述三种关系曲线, 我们选择了 pH 4.5 作为电解提取同位素铜时的溶液酸度。为了在电解过程中 pH 值不致明显地改变, 我们加入琥珀酸作为缓冲剂。由表 3 数据可见, 电沉积铜的回收百分率在 99% 以上。

在电解残液中加入  $\text{NH}_4\text{OH}$  中和, 并加氨性氯化铵等支持电解质, 进行极谱测定, 采用标准样品比较法, 计算铜量。从表 4 可知, 残留在电解液中的总铜量小于 1 mg。

表 3 电解沉积金属铜的百分率及误差

编 号	沉积百分率, %	绝对偏差 $ \Delta $	$ \Delta ^2$
1	99.0	0.4	0.16
2	99.1	0.3	0.9
3	99.6	0.2	0.4
4	99.8	0.4	0.16
5	99.0	0.4	0.16
6	99.4	0.0	0.01
7	99.9	0.5	0.25
8	99.3	0.1	0.1
9	99.0	0.4	0.16

\* 标准偏差 =  $\sqrt{\sum|\Delta|^2/(n-1)}$ , %; 沉积百分率 =  $99.4 \pm 0.4$ ;  $\sum|\Delta|^2 = 1.03$

表 4 电沉积铜后溶液中残存铜量的极谱测定结果

编 号	电解液内残存铜的浓度, $M$	200 毫升电解液中残留铜的绝对量*, mg
1	$4.2 \times 10^{-5}$	0.53
2	$7.5 \times 10^{-5}$	0.97
3	$6.0 \times 10^{-5}$	0.78

\* 平均值为 0.76 mg

#### 五、电沉积铜同位素的纯度检验

将铜配制成硝酸铜溶液, 在 2 米光栅光谱仪上用干渣法(不加载体)测定。结果表明通过本流程提取的同位素产品纯度符合要求(见表 5)。

表 5 提取纯化后铜同位素的杂质分析结果\*

杂质元素	Fe	Cr	Ni	Bi	Mn	Zn
杂质含量, %	$7 \times 10^{-3}$ — $1.7 \times 10^{-2}$	$\leq 2 \times 10^{-2}$	$\leq 3 \times 10^{-3}$	$< 3 \times 10^{-3}$	$< 3 \times 10^{-3}$	$7 \times 10^{-3}$ — $2 \times 10^{-2}$

注: 此杂质含量结果是由六次条件试验(即人工配制杂质)及产品实际提取后分析结果之统计结果。

\* 100mg铜和下列杂质各 10 mg 原始人工样品。

(下转第 556 页)

表 3 弯 铁 中 的 参 数

第一块弯转磁铁							第二块弯转磁铁				
$\nu_x$	$\nu_y$	$\beta_{x1}$	$\beta_{y1}$	$\eta_1$	$\alpha_{x1}$	$\alpha_{y1}$	$\beta_{x2}$	$\beta_{y2}$	$\eta_2$	$\alpha_{x2}$	$\alpha_{y2}$
1.49	1.55	4.34	4.80	.40	-1.5	-.34	3.12	3.12	1.46	1.10	1.46
1.40	1.41	4.08	4.16	.40	.02	-.04	3.23	3.17	1.51	.66	.70
1.68	1.59	6.30	6.92	.68	-.49	-.42	4.67	4.91	1.76	.94	2.09

初始  $\alpha_x, \alpha_y, \eta$  均为零, 即正椭圆并且没有色散。

综上所述, 在低能情况下, 同步辐射源的磁铁聚焦结构采用具有梯度的弯转磁铁、三透镜组、直线段的组合是理想的。

对杨应辉同志在编制程序中给予的帮助表示感谢。

### 参 考 文 献

- [1] Eastman, D. E. and Himpfel, R., *Physics Today*, 34(5), 64(1981).  
 [2] Wiedemann, H., *Nucl. Instrum. Methods*, 172, 33(1980).  
 [3] Courant, E. D. and Snyder, H. S., *Annals of Physics*, 3(1), 1(1958).  
 [4] Sands, M., *The Physics of Electron Storage Rings an Introduction*, SLAC-121-Uc-28(ALL), (1970).

(编辑部收到日期: 1983年8月23日)

(上接第 588 页)

- [8] Schmieder et al., *Solvent Extraction*, London, 1979, p. 1979.  
 [9] Baumgaertner et al., German patent document 2460145/A/24, June 1976.  
 [10] Warnecke, E., *INIS-Atomindex*, 267909(1976).  
 [11] Tohnson, D. A., Lorence, T. M., *Anal. Chem. Acta*, 53, 73(1971).  
 [12] 张清轩等, *原子能科学技术*, (2), (1984).  
 [13] Hindman J. C., Cohen, D., *Peaceful Uses of Atomic Energy*, 7, 347(1956).

(编辑部收到日期: 1984年6月25日)

(上接第 638 页)

### 六、结 论

用控制阴极电位电解法提取和纯化同位素铜是可行的, 电解在络合体系进行, 镀层细密、牢固, 回收率可达 99% 以上, 杂质含量为  $10^{-3}$ — $10^{-2}\%$ 。

(编辑部收到日期: 1983年3月23日)