

# 用氯化亚锡还原沉淀钋

柳蕴刚 徐长林 孙树正 冯百川 林桂春 朱成文

关键词 钋-210,  $\text{SnCl}_2$  还原, 电位测定。

## 一、前言

现在生产钋-210的主要方法是在反应堆中用中子照射氧化铋, 经过化学处理达到钋和铋的分离。有关钋、铋分离的方法有很多<sup>[1,2]</sup>。由于钋-210的强 $\alpha$ 辐射, 处理大量钋时采用有机萃取剂和离子交换树脂是不适宜的, 因此, 初步浓集和分离步骤都采用自沉积, 沉淀或共沉淀方法<sup>[2]</sup>。例如“铋过程”, 该过程的初步浓集和分离步骤是这样的, 在堆照铋靶的盐酸溶液中, 使钋自沉积在少量金属铋粉上, 这样, 钋得到初步浓集, 然后溶解铋粉, 用氯化亚锡还原钋为金属沉淀, 而铋不被还原, 达到钋和铋的分离。此外, 亦可用氢氧化铵使钋形成氢氧化钋沉淀以达到钋、铋分离, 并用电解方法进行最后的分离纯化<sup>[3]</sup>。与氯化亚锡还原沉淀方法有联系的是“碲过程”, 该过程是在辐照铋的盐酸溶液中加入碲酸作为载体, 用氯化亚锡还原, 钋和碲就被还原为金属并共沉淀, 达到钋的浓集并和铋分离。在“铋过程”中, 如果钋量达到毫克级左右, 经在铋粉上自沉积浓集以后, 钋已达到相当高的浓度, 所以可不需要载体而用氯化亚锡沉淀无载体的钋。

显然, 氯化亚锡还原沉淀从铋中分离钋是有效方法。我们也研究了这个方法。从  $\text{Po}^{4+}/\text{Po}$ ,  $\text{Bi}^{3+}/\text{Bi}$  和  $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$  的电位数据对这个方法进行了讨论, 并进行了不同盐酸浓度和不同钋量时用氯化亚锡沉淀钋的试验, 观察了钋和铋的分离情况及钋的回收率。

## 二、实验部分

**沉淀的试验步骤** 先配制不同盐酸浓度的  $^{210}\text{Po}$  溶液, 体积为 50 毫升, 当进行铋-钋分离试验时, 溶液中还含有 1 克铋。然后向溶液中慢慢加入 1 毫升 10%  $\text{SnCl}_2-2\text{NHCl}$  溶液, 并搅动, 钋就被还原为极细的黑色沉淀。放置半小时, 用 G4 玻璃砂漏斗过滤, 并用 2%  $\text{SnCl}_2-2\text{NHCl}$  溶液和无水乙醇各 10 毫升依次洗涤沉淀, 除去铋和锡离子。通过用硫化锌晶体及 FH-408 定标器测定样品中  $^{210}\text{Po}$   $\alpha$  放射性来确定滤液中钋量, 计算钋的回收率。

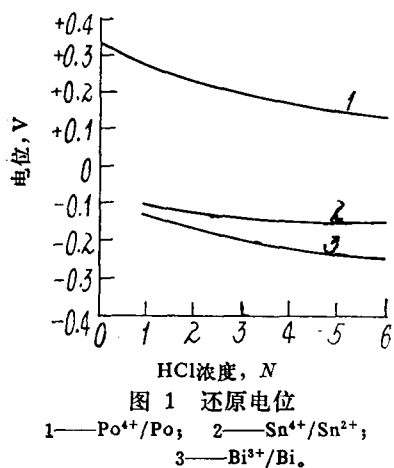
为测定实际操作中沉淀得到的钋中铋的含量, 以观察钋和铋的分离情况, 用 2 毫升 1.5  $\text{NHNO}_3$  溶解沉淀, 用辛可宁点滴分析方法检测铋<sup>[4]</sup>。在我们的试验条件下, 检出限量为每毫升 20 微克铋。

铋的电位测定是把金属铋棒置于不同盐酸浓度的 0.1M 铋溶液中, 以饱和甘汞电极为参考电极, 用数字电压表测量电位。所有的实验都在室温下进行。

## 三、结果讨论

**1. 电位数据** 为了考察氯化亚锡还原钋, 并达到和铋分离的情况, 我们在类似于还原

沉淀的条件下测定了  $\text{Bi}^{3+}/\text{Bi}$  的电位, 并从文献中引证了  $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$  和  $\text{Po}^{4+}/\text{Po}$  的还原电位, 一起表示在图 1 中。所列的  $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$  电位是克式量还原电位,  $\text{Po}^{4+}/\text{Po}$  电位是溶液中  $^{210}\text{Po}$  浓度为  $(1-2) \times 10^{-12} \text{M}$  的数据。



从这一组电位数据可以看到, 在所给定的盐酸浓度范围内(1—6N),  $\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}$  的还原电位比  $\text{Po}^{4+}/\text{Po}$  的还原电位负, 而比  $\text{Bi}^{3+}/\text{Bi}$  的还原电位正, 说明氯化亚锡可以从溶液中还原钋为金属, 而不会还原铋, 因而可以有效地达到钋和铋的分离。

**2. 从不同浓度的盐酸中沉淀钋** 我们在不同浓度的盐酸溶液中用氯化亚锡还原沉淀钋, 观察盐酸浓度对钋的回收率的影响。溶液中钋量为 1 居里, 结果列于表 1。

从表 1 的数据可见, 盐酸浓度在 1—6N 范围内, 钋的回收率都在 90% 以上, 在 0.5N HCl 中, 钋的回收率低。这说明, 在相当宽的盐酸浓度范围内都可以用氯化亚锡沉淀钋。由于 1 居里  $^{210}\text{Po}$  的重量为 0.222 毫克, 沉淀量小, 加之沉淀颗粒细小, 过滤时有可能会引起损失, 可以预期, 当钋量较大时, 会有更高的钋回收率。

表 1 不同盐酸浓度下钋的回收率

HCl 浓度, N	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0
$^{210}\text{Po}$ 的回收率, %	83.0	93.1	93.2	93.2	97.0

**3. 沉淀分离钋和铋** 我们在含铋溶液用氯化亚锡还原沉淀钋, 进行钋、铋分离实验。用 50 毫升 4N HCl 溶液, 当溶液中含有 1 居里  $^{210}\text{Po}$  和 1 克 Bi 时, 钋的回收率为 95.1%。如前所述, 溶液中没有铋时, 钋的回收率为 93.2%, 由此可见, 溶液中铋的存在对钋的沉淀没有明显的影响。

考虑到玻璃砂漏斗和钋的沉淀可能会吸附一些铋, 所以把所得到的钋沉淀用 2 毫升 1.5N  $\text{HNO}_3$  溶解, 用辛可宁点滴分析检查铋, 其检出限量为每毫升 20 微克铋, 在所得到的钋溶液中未检出铋, 表明钋沉淀中(1居里)铋量小于 40 微克。

**4. 钋量对回收率的影响** 在 3—4N HCl 溶液中, 对不同量钋进行沉淀, 测定钋回收率, 结果列于表 2。

表 2 不同钋量下钋的回收率

$^{210}\text{Po}$ 量, 居里	1.0	27.2	45.0	700
回收率, %	93.2	99.8	99.6	97.2

当钋量提高时, 由于钋的沉淀量增加, 回收率显著提高, 在数十居里钋的溶液中还原是完全的, 回收率达 99% 以上。在大量钋存在时, 考虑到还原钋消耗氯化亚锡,  $\alpha$  辐

射也会破坏还原剂，因此要适当提高氯化亚锡的用量以保持溶液中有足够的二价锡浓度。

我们进行了700居里 $^{210}\text{Po}$ 的沉淀，溶液体积为200毫升，加入10%氯化亚锡70毫升，回收率虽比数十居里时有所降低，但还是处在令人满意的水平(回收率为97.2%)。回收率的降低可能是强烈的 $\alpha$ 辐射引起的。

#### 四、结 论

1. 电位数据表明，在1—6 N HCl浓度范围内，氯化亚锡可以还原钋而不会还原铋。

2. 在所试验的酸度范围内(1—6 N HCl)，氯化亚锡都可以有效地还原沉淀钋，并达到钋、铋分离。

3. 进行了1—700居里钋的沉淀，沉淀是完全的，回收率令人满意。

4. 我们把还原沉淀方法用于钋的浓集和钋、铋分离，实践证明，这方法是有效的。我们还曾把这方法用于核电池用钋-210热源的制备中钋的分离、浓集和燃料——金属钋的制备，获得了成功。

#### 参 考 文 献

- [1] K. W. Bagnall, Chemistry of the Rare Radioelements, London, Butterworths Scientific Publications, 1957.
- [2] H. V. Moyer, TID-5221 (1956).
- [3] J. J. Nurbage, *Record. Chem. Prog.*, 14, 157 (1953).
- [4] I. M. Kolthoff and P. J. Elving, *Treatise on Analytical Chemistry*, Interscience Publishers, New York-London, Part II, Vol. 8, p. 150 (1963).
- [5] *Ibid*, Part I, Vol. 4, p. 2294 (1963).
- [6] И. Е. Старик, Н. И. Амелогова, *Радиохимия* 3, 261 (1961).

(编辑部收到日期：1981年7月8日)

## 用铅离子选择性电极测定碳酸 铀酰铵中的硫酸根

周锦帆 张贵存\*

(北京铀矿选冶研究所)

**关键词** 铅离子选择性电极，碳酸铀酰铵，硫酸根。

碳酸铀酰铵是铀水冶厂的产品，又是制备四氟化铀的原料，其中硫酸根的测定是项重要的分析项目。目前厂矿采用的硫酸钡比浊法误差较大。杨淳庆<sup>[1]</sup>曾用装有3克活性氧化铝的交换柱使 $\text{SO}_4^{2-}$ 从 $\text{UO}_2^{2+}$ 中分离出来，然后以1-(2-吡啶偶氮)-2-苯酚(PAN)为指示剂在吡啶介质中用硝酸铅滴定获得较好结果。但是，该方法分析一批样品需3小时，

\* 现在北京铀矿地质研究所。