

超钷元素分析

(译文集)

《超钷元素分析》翻译组译

原子能出版社

内 容 简 介

本书选译了1970年以来的18篇国外文献。主要包括超铀元素的化学分离和测定、仪器分析、核物理仪器及其分析方法等。用这些方法可以测定Am、Cm、Bk、Cf、Fm等的相对含量、绝对含量以及 α 、 γ 射线分支比率等。

本书可供从事原子能事业方面的化学、环境保护工作者以及大专院校有关专业师生参考。

超铀元素分析

(译文集)

《超铀元素分析》翻译组译

原子能出版社出版

(北京2108信箱)

原子能出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

☆

开本787×1092 1/32·印张6·字数131千字·插页1

1983年3月第一版·1983年3月第一次印刷

印数1—1700统一书号: 15175·468

定价:0.76元

目 录

用萃取法从其它超铀元素和裂变元素中快速分离

镅.....	(1)
从稀土裂变产物和三价锕系元素中快速分离镅.....	(17)
用磷硅酸镅吸附剂分离镅.....	(22)
从其它元素中提纯镅的一种简便而有效的方法.....	(27)
萃取色层法分离三价锕系与镅系元素.....	(38)
气相色谱法分离超铀元素的氯化物.....	(46)
通过子体产物镎-239测定镅-243.....	(51)
镅和镅的络合测定.....	(62)
用分光光度法研究镅、镅和铀试剂III的反应.....	(66)
过硫酸盐氧化后用图解库仑法测定镅.....	(78)
发射光谱法测定氧化镅中的镅.....	(83)
利用空心阴极放电法测定镅中的镅.....	(90)
用 α - γ 符合法测定大量镅和裂变产物中的 ^{241}Am 和 ^{243}Am	(98)
用 γ 能谱法测定 ^{244}Cm 中的 ^{243}Am	(108)
^{251}Fm 的 α 衰变.....	(116)
堆照天然铀产生的超铀核素产额的放化测定.....	(136)
α 谱及其测量.....	(147)
用于镅和镅生产的核子仪器.....	(164)

用萃取法从其它超铀元素和裂 变元素中快速分离镅

Б.Ф.Мясоедов Н.П.Молочникова
И.А.Лебедев

当要分析超铀元素的混合物时（它们是在铀或镅受中子长期辐照后形成的），镅的测定是最困难的项目之一。在这样的混合物中大量的镅同镅在一起是造成困难的原因所在，镅同位素（ $^{242}, ^{244}\text{Cm}$ ）的 α 比放射性超过镅同位素（ $^{241}, ^{243}\text{Am}$ ）的约 10^3 倍。当短寿命的同位素 ^{242}Cm 衰变时， ^{238}Pu 很快地累积，它衰变时放出 α 粒子，其能量同 ^{241}Am 放出的一样。因此，根据 α 射线测定镅是困难的。只有将镅分离成为放化纯以后，才有可能用 α 放射性法测定它。

为了从不同成分的溶液中分离镅，并进而将镅与镅分离，至今所用的方法主要还是基于在有络合剂存在下，三价状态的这些元素的萃取或离子交换行为间的差异。

分离镅和镅比较有前途的方法是将镅（III）氧化到较高的价态，然后用 LaF_3 共沉淀法^[3, 4]、 CaF_2 柱上吸附法^[5]、噻吩甲酰三氟丙酮萃取法^[6]或二-（2乙基己基）磷酸萃取色层法^[7, 8]分离出镅（III）。

但是，这些方法并不能完全保证定量地分离镅，而且对

其它放射性元素也不一定都能达到完全分离的目的；此外，应用这些方法相当费力，因为要完全地分离镅，需重复分离操作。

不久前曾有人指出^[9, 10]，在活性给予体物质[如磷酸三丁酯 (ТБФ)、三丁基氧化膦 (ТБФО)、三辛基氧化膦 (ТОФО) 等]存在的情况下，三价态的超铀元素可用 1-苯基-3-甲基-4-苯酰基-吡啶啉酮-5 (ФМБП) 的环己烷溶液定量地从硝酸溶液中萃取出来。

为了分离镅和镔，我们建议的方法是，在 Am (III) 氧化到 Am (VI) 以后，用 ФМБП + ТОФО 的环己烷混合液从弱酸溶液中萃取 Cm (III)。在萃取过程中混合萃取剂将 Am (VI) 还原到不被萃取的 Am (V)。用这种混合萃取剂可以以很高的分配系数萃取三价超铀元素，同时保证 Am (VI) 还原到不被萃取的 Am (V)。这个方法大大地简化了，因为还没有找到在酸性介质中将镅 (III) 直接氧化到镅 (V) 的方法。此外，同每一种单独的萃取剂萃取相比较，用混合萃取剂萃取时，提高了 Am (V) - Cm (III) 的分离系数。

实 验 部 分

试剂应用了 ФМБП、ТОФО 和 ТБФО，或它们混合物的环己烷溶液。将市售的试剂 ФМБП 在正庚烷中进行重结晶纯化：20克 ФМБП 溶解于加热到 70°C 的正庚烷约 30 毫升溶液中，待不溶残渣沉淀后倾倒出热溶液。冷却后将析出的结晶过滤、干燥。环己烷需进行蒸馏纯化^[10]；市售的 ТОФО 未经纯化，直接使用。ТБФО，纯试剂 (Хемапол)，使用前用 CaCl_2 干燥。

使用了 ^{241}Am 、 ^{244}Cm 、 ^{249}Bk 、 ^{249}Cf 、 ^{233}U 、 ^{237}Np 、 ^{239}Pu 、 $^{95}\text{Zr} + ^{95}\text{Nb}$ 、 ^{106}Ru 、 $^{152-154}\text{Eu}$ 、 ^{144}Ce 和 ^{134}Cs 等同位素；这些同位素的放化纯度用 α 和 γ 能谱来检测。溶液中 ^{244}Cm 、 ^{249}Cf 、 ^{233}U 、 ^{237}Np 和 ^{239}Pu 的浓度用具有 ZnS 晶体的 α 闪烁计数器根据 α 放射性来加以测定。 ^{249}Bk 的含量用 2π 无窗气体正比计数器根据 β 放射性而加以测定，所有其它同位素的含量均根据 γ 放射性测定。

镅溶液的吸光谱在 $\text{C}\Phi-4$ 型分光光度计上用 10 毫米量程的石英比色皿测定。

萃取是在带有磨口塞的容积为了毫升的刻度试管中进行的。将所需量的 HNO_3 加入试管内，并加入镅溶液或者镅和所要研究的元素的混合物，加入氧化剂并将溶液稀释到 1 毫升。无论 AgNO_3 存在^[8] 或是不存在^[4]，均用过硫酸铵将镅 (III) 氧化到镅 (VI)。加入过硫酸铵以后，在 $85-90^\circ\text{C}$ 的水浴上将溶液加热 15 分钟。溶液冷却后加入等体积的萃取剂，摇动 2—3 分钟。分相后取部分有机相和水相于金属靶上（供测量 α 和 β 放射性用），或者置于小试管中（供测量 γ 放射性用）。根据得到的数据计算分配系数和留在水相中元素的含量。

结 果 讨 论

用常量镅 (0.37 毫克/毫升) 进行的试验表明，在最佳条件下可定量地将镅 (III) 氧化到镅 (VI)。由得到的数据 (图 1) 可见，由于氧化的结果，在 503 毫微米处镅 (III) 的峰 (曲线 1) 完全消失，在 666 和 995 毫微米处出现镅 (VI) 的特征吸收峰 (曲线 2)。

在氧化过的溶液中用 $\Phi\text{MB}\Pi$ 和 $\text{TO}\Phi\text{O}$ 的环己烷混合液萃取镅(VI)时, 镅(VI)定量地还原到镅(V)。根据分光光度法测定的数据可知, 99%以上的镅(VI)被还原。同有机相混摇3分钟后, 在镅溶液的光吸收曲线(图1, 曲线3)上, 在513和717毫微米处出现了镅(V)的特征吸收峰, 而在666和995毫微米处的镅(VI)峰却消失了。

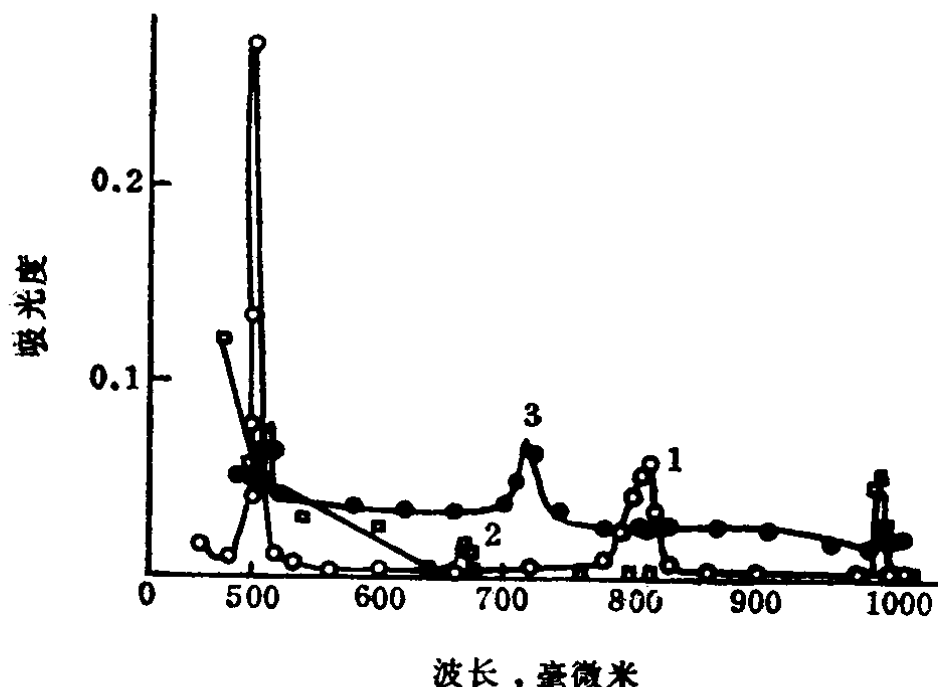


图1 镅的0.1M HNO_3 溶液(0.37毫克Am/毫升)的吸收曲线

1——Am(III); 2——Am(VI); 3——Am(V)。

为了弄清有机相中哪一种成分还原Am(VI), 将氧化后的溶液与单独的环己烷、0.05M $\Phi\text{MB}\Pi$ 的和0.025M $\text{TO}\Phi\text{O}$ 的环己烷溶液分别混摇3分钟或3分钟以上, 记录每一种条件下镅水溶液的吸收谱。可见, 氧化以后的镅溶液与环己烷混摇20分钟以后镅(VI)也没被还原, 而 $\Phi\text{MB}\Pi$ 和 $\text{TO}\Phi\text{O}$ 的环己烷溶液却将镅(VI)还原成镅(V)。

在有催化剂 AgNO_3 存在和没有 AgNO_3 存在的情况下,

我们研究了镅的萃取行为与氧化后溶液放置时间的关系。由得到的数据（表 1）可知，长时间的放置并没因为镅被还原到三价而使萃取率得到提高。

**表 1 用 $0.05M\Phi MБП + 0.025MTO\Phi O$ 的
环己烷混合液萃取时， ^{241}Am 的行为与
氧化后溶液放置时间的关系**

（在 $90^{\circ}C$ 、 $0.1MHNO_3$ 、50 毫克 $(NH_4)_2S_2O_8$ /毫升条件下氧化 15 分钟，相接触时间为 3 分钟，2 微克 Am /毫升）

时 间, 小 时	0	0.5	2	3	4	24	48	72	120
	氧化时无 Ag^+								
水相中 Am 的含量, %	97.2	97.0	96.2	—	95.0	93.0	—	—	—
	氧化时有 Ag^+								
水相中 Am 的含量, %	96.0	—	—	93.6	—	—	93.9	94.6	91.5

在另一组试验中，将镅（III）氧化到镅（VI）以后，溶液预先同等体积的 $0.05M\Phi MБП + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷混合液混摇 3 分钟，此时镅（VI）定量地还原成镅（V）。弃去有机相，将含镅（V）的水相放置一定时间后与新鲜的萃取剂混摇，得到的结果列在表 2 和表 3 中。

结果（表 2 和表 3）表明，微克量镅（V）的稳定性取决于过硫酸根的浓度，也同银离子和 $S_2O_8^{2-}$ 存在与否有关。如果在银离子存在的情况下对镅进行氧化，随着溶液放置时间的增长，可以观察到由于镅还原到镅（III），镅的萃取率很快提高。显然，当作为分解过硫酸根催化剂的银离子存在

时，并且溶液中有高浓度的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ，放置的时间又长（表 3），可形成高浓度的过（二）硫酸，接着生成能将镅（V）还原成镅（III）的过氧化氢^[11]。

**表 2 用 0.05MΦMБΠ + 0.025MTOΦO 的
环己烷混合液萃取时， ^{241}Am (V) 的行为
与氧化后溶液放置时间的关系**

（在 90℃、0.1MHNO₃、50 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ /毫升条件下氧化 15 分钟，相接触时间为 3 分钟，2 微克 Am/毫升）

时 间, 小 时	0	0.5	1	2	4	24
	氧化时无 Ag^+					
水相中 Am 的含量, %	97.0	97.1	96.5	96.2	94.6	95.3
	氧化时有 Ag^+					
水相中 Am 的含量, %	94.6	82	—	48.3	10.4	2.8

**表 3 用 0.05MΦMБΠ + 0.025MTOΦO 的
环己烷混合液萃取时， ^{241}Am (V) 的行为与
 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 浓度和氧化后溶液放置时间的关系**

（在 90℃、0.1MHNO₃ 时氧化 15 分钟，相接触时间为 3 分钟）

时 间, 天	0	2	7	11	18	23
	2.3 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ /毫升					
水相中 Am 的含量, %	94.5	95.6	92.5	92.1	—	89.9
	36 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ /毫升					
水相中 Am 的含量, %	98.1	92.7	86.8	79.3	53.8	39.8

从其他超铀元素和裂变元素中萃取分离镅的最佳条件的选择 本实验研究了水相成分、氧化加热时间以及某些其他因素对用 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷混合液萃取后水相中镅含量的影响，现将结果列于表 4。

表 4 用 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷混合液萃取时，不同因素对水相中 ^{241}Am 含量的影响
(2 毫克 Am/毫升)

HNO_3 , M	$(NH_4)_2S_2O_8$, 毫克/毫升	加热时 间, 分	水相中 ^{241}Am , %	HNO_3 , M	$(NH_4)_2S_2O_8$, 毫克/毫升	加热时 间, 分	水相中 ^{241}Am , %
0.01	50	15	97.0	0.10	50	15	97.2
0.10	50	15	97.9	0.10	100	15	95.2
0.15	50	15	94.0	0.10	200	15	92.5
0.20	50	15	95.4	0.10	50	5	96.6
0.25	50	15	94.1	0.10	50	10	96.7
0.30	50	15	48.6	0.10	50	15	97.2
0.40	50	15	35.7	0.10	50	20	99.1
0.10	5	15	73.2	0.10	50	30	95.3
0.10	10	15	95.8	0.10	50	60	95.4
0.10	20	15	97.0	0.10	50	360	41.0

由表 4 中的数据可以得出结论，我们用萃取法所选定的将 Am (III) 氧化到 Am (VI) 的最佳条件与文献[3,7]的工作是一致的。当 $(NH_4)_2S_2O_8$ 浓度为50毫克/毫升、 HNO_3 浓度为 $0.1M$ 时，在 $90^{\circ}C$ 下保持15分钟，这样得到的结果最好。在这些条件下，用等体积的 $\Phi MB\Pi + TO\Phi O$ 的环己烷混

合液进行一次萃取，大约97% Am 留在水相。

在酸浓度 $\geq 0.2M$ 的溶液中，或在 $0.1MHNO_3$ 中长时间加热（ ≥ 60 分钟）进行氧化时，则镅的萃取率有相当大的提高，这与在这些条件下过硫酸铵被破坏而形成过一硫酸，而后形成过氧化氢有关^[11]，过氧化氢阻碍了镅（III）定量地氧化为镅（VI）。专门安排的试验表明，存在0.2%过氧化氢时只有30—40%的镅被氧化，因此在高比放溶液中测定镅时，为了定量地将镅（III）氧化成镅（VI），必须将溶液煮沸，或者将溶液蒸干，以除去由于水的辐解而形成的过氧化氢。

用TOPO浓度不同的 $0.05M\Phi MB\Pi$ 的环己烷溶液，从含有50毫克 $(NH_4)_2S_2O_8$ /毫升的 $0.1MHNO_3$ 溶液中（为了将Am（III）氧化到Am（VI），溶液需加热15分钟）萃取镅和钷，以此为例研究了有机相的成分和溶剂的性质对镅与其他元素相分离的影响（图2）^①。结果表明，当TOPO的浓度达到约 $0.025M$ 时，钷的分配系数提高二个数量级以上。当有 $(NH_4)_2S_2O_8$ 存在时，则对钷的萃取（图2中曲线2）下降，但在TOPO浓度 $\geq 0.01M$ 时，钷仍然有足够高的萃取分配系数。在这些条件下，将镅预先氧化到镅（VI）以后，镅的萃取率不高，并且不超过3—5%。

由得到的数据（图2）可见，用 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025M$ 或 $0.05MTOPO$ 的环己烷混合液萃取时，镅与钷的分离最有效，此时这二个元素一次萃取的分离系数约为 1×10^4 。以同样浓度的三丁基氧化膦（TBPO）代替TOPO对镅与钷的分离系数基本上没有影响。用 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTBPO$ 混合液萃取时，分离系数为 3.2×10^3 。

① Г. А. Прибылова 参加了这一部分的工作。

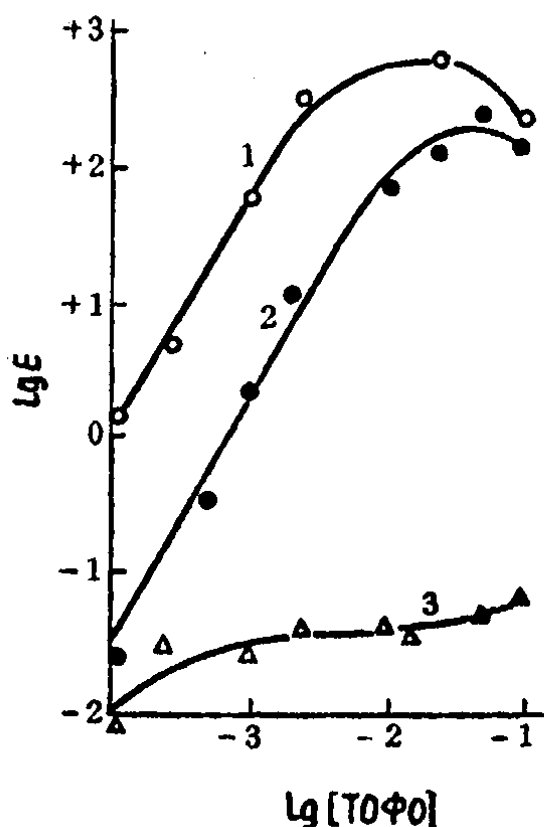


图2 用含有 TOPO 的 $0.05M\Phi MB\Pi$ 的
环己烷混合液萃取镨(V)与铈(III)

1—从 $0.1M\text{HNO}_3$ 中萃取 Cm(III) ; 2—从含有 50 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
 O_8 /毫升的 $0.1M\text{HNO}_3$ 溶液中萃取 Cm(III) ; 3—从含有 50 毫克
 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ /毫升的 $0.1M\text{HNO}_3$ 溶液中氧化后萃取 Am 。

以 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025M\text{TOPO}$ 混合液萃取时, 溶剂性质对 Am 与 Cm 分离效率影响的研究结果表明, 用环己烷作溶剂时分离系数最高(表 5)。用其他溶剂则大大地降低了对铈(III)的萃取, 因而使分离效率变差。

因为与有机相接触时铈(VI)定量地还原为铈(V), 重复萃取时就有可能使 Am(V) 进一步还原为 Am(III) 。为了弄清这个问题, 在一般条件下氧化过的铈溶液用几份萃取剂连续地萃取(1分钟)。第一次萃取后在有机相中发现 2.2% 的铈, 第二次萃取后为 2.1%, 第三次则为 0.08%。因

此，为了从镅和其它三价超铀元素和裂变元素中更完全地分离镅，几次快速的连续萃取是很必要的，这样进行的萃取不会由于镅（V）还原为镅（III）而导致镅的大量损失。由表 6 的数据可看出，与萃取剂长时间接触时，由于镅还原为 Am（III）而使镅的萃取效率提高。

表 5 用 0.05MΦMБΠ + 0.025MTOΦO 混合液萃取

²⁴¹Am 和 ²⁴⁴Cm 时萃取与惰性溶剂性质的关系

(0.1MHNO₃, 50 毫克(NH₄)₂S₂O₈/毫升, 85—90℃时加热 15 分钟, 萃取时间为 3 分钟, 2 微克Am/毫升, 10⁻³微克Cm/毫升)

溶 剂	Cm		Am		Cm与Am的 分离系数
	分配系数	水相中%	分配系数	水相中%	
环己烷	177	0.5	0.020	98.1	~8.8×10 ³
CCl ₄	12.7	7.3	0.038	96.3	3.3×10 ²
苯	3.08	24	0.011	98.4	2.8×10 ²
二甲苯	4.9	16	0.019	98.0	2.6×10 ²
甲基异丁基酮	1.4	42.2	0.263	79	5

表 6 用 0.05MΦMБΠ + 0.025MTOΦO 的环

己烷混合液萃取 ²⁴¹Am 时与相接触时间的关系

(0.1MHNO₃, 50 毫克(NH₄)₂S₂O₈/毫升, 85—90℃时加热 15 分钟, 2 微克 Am/毫升)

萃取时间, 分	1	3	5	10	15	30
分配系数	0.026	0.030	0.044	0.079	0.097	0.121
水相中Am的含量, %	97.5	97.2	96.0	92.7	91.2	90.2

用萃取法分离出镅和其它三价元素后，应从水相中提取镅，因为这水相中含有干扰放化法测定镅的大量

$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 及其分解产物。为此,研究了用 $0.05M$ $\Phi\text{MБП} + 0.025M\text{ТОФО}$ 的环己烷混合液从氧化过镅的并分离出铜的溶液中萃取镅。在此溶液中加入还原剂 (H_2O_2 , NH_2OH), 加热, 然后冷却到室温, 与等体积的萃取剂混摇。分相后, 测定留在水相中的镅含量。利用羟胺作为还原剂时, 镅的萃取最完全 (表 7)。

表 7 羟胺还原后用 $0.05M\Phi\text{MБП} + 0.025M\text{ТОФО}$ 的
环己烷混合液萃取 ^{241}Am

($0.1M\text{HNO}_3$, 50 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ /毫升, 2 微克 Am /毫升, 萃取时间为 3 分钟)

NH_2OH 浓度, M		0.025	0.05	0.1	0.2
加热后 Am 的萃取, %	5 分钟	79.9	91.1	97.4	98.7
	20 分钟	99.1	99.67	99.89	99.89

得到的结果表明, $0.1-0.2M\text{NH}_2\text{OH}$ 溶液在加热条件下, 镅 (V) 完全还原到镅 (III), 并且实际上定量地萃入有机相。将有机相与 $>2M\text{HNO}_3$ 溶液混摇, 实际上可以将 Am (III) 从有机相中完全地转入水相。 ^{241}Am 从 $0.05M\Phi\text{MБП} + 0.025M\text{ТОФО}$ 的环己烷溶液中的反萃 (混摇 2 分钟) 与水相中 HNO_3 浓度的关系可用下列数据说明:

HNO_3 , M 1.0 2.0 3.0 5.0 7.0

反萃液中 Am 含量, % 92.8 97.4 98.0 98.3 98.0

自其它元素中分离镅 在萃取分离镅的最佳条件下研究了其它超铀元素和裂变元素的行为。取一份所要研究的元素的溶液加入到含 100 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 的 2 毫升 $0.1M\text{HNO}_3$ 溶液中, 在 $85-95^\circ\text{C}$ 下加热 15 分钟, 然后冷到室温,

以等体积的 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷溶液混摇 2 分钟。分相后弃去有机相，往水相中加入一份新鲜的萃取剂，重复萃取。在第二次萃取后的水相中加入羟胺，直到浓度为 $0.1-0.2M$ ，加热 20 分钟，冷却到室温，与等体积的 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷溶液混摇 2 分钟，分相后弃去水相，有机相与等体积的 $3-4MHNO_3$ 混摇，在得到的反萃液中测定所研究元素的含量。

结果（表 8）表明，上述方法可以从所有主要的放射性元素中分离锆。

表 8 用拟定的萃取法从其它元素中分离 ^{241}Am

所用的同位素	纯化因子	所用的同位素	纯化因子	所用的同位素	纯化因子	所用的同位素	纯化因子
^{90}Sr	2.5×10^2	^{106}Ru	$\sim 10^2$	^{233}U	2×10^2	^{244}Cm	$> 3 \times 10^2$
^{134}Cs	8×10^2	^{152}Eu	$> 10^4$	^{237}Np	1.3×10^2	^{249}Bk	$> 2 \times 10^2$
$^{95}Zr-^{95}Nb$	1.3×10^2	^{144}Ce	$> 10^3$	^{239}Pu	2×10^2	^{249}Cf	$> 3 \times 10^2$

在锆氧化后的第一步萃取时， ^{152}Eu 、 ^{144}Ce 、 ^{233}U 、 ^{237}Np 、 ^{239}Pu 、 ^{249}Bk 、 ^{249}Cf 实际上和锆一起定量地转入有机相，80% 以上的 ^{95}Zr 和 ^{95}Nb 也进入有机相。在锆还原到三价后萃取锆时，便可与 ^{90}Sr 、 ^{134}Cs 、 ^{106}Ru 和剩下的 ^{95}Zr 和 ^{95}Nb 分离，此时这些元素的萃取量不超过 1—2%。

表 9 数据说明，在锆与铜不同比例时从铜中分离锆是有效的。

测定锆的放化法 得到的结果表明，将锆 (III) 预先氧化到锆 (VI) 以后，用 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环

己烷混合液进行萃取，可以用于含有大量镅和裂变产物溶液中镅的放化测定。将镅分离成放化纯后，它在所要分析的溶液中的含量就可以根据 α 或 γ 放射性来测定。可用以下方法测定镅。

表 9 用 0.05MΦMBΠ + 0.025MTOΦO 的
环己烷溶液从 ^{244}Cm 中萃取分离 ^{241}Am

原始溶液		二次萃取Cm(III)后的有机相		萃取Am(III)后的有机相		纯化因子①	
α 放射性, 计数/分	Am/Cm	α 放射性, 计数/分	Cm/Am	α 放射性, 计数/分	Am /Cm	自Cm中纯化Am	自Am中纯化Cm
9.6×10^3	1	4.8×10^3	50	4.8×10^3	3×10^3	3×10^3	50
5.4×10^6	10^{-2}	5.4×10^6	—	5.41×10^4	24	2.4×10^3	—
5.84×10^7	2×10^{-3}	5.81×10^7	—	1.2×10^5	13	6.5×10^3	—

① 纯化因子是将最后溶液（纯化操作以后）中 Am 与 Cm 浓度比除以原始溶液中它们的浓度比所得的商。

将含有镅、钷和其它放射性元素的试样置于小烧杯中，在水浴上蒸干，残渣用 2 毫升 0.1M HNO_3 溶解，溶液转入 5 毫升的试管中。在溶液中加入 100—150 毫克 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ，在 80—95℃ 水浴上加热 15 分钟，然后冷却到室温，用等体积的 0.05MΦMBΠ + 0.025MTOΦO 的环己烷混合液萃取 2 分钟。静置 2 分钟后分相，弃去有机相，以少量的环己烷洗涤水相。

如果在所分析的试样中钷同位素的 α 放射性大大超过镅的 α 放射性，那么，为了完全地分离钷，必须用新鲜的萃取剂进行第二次萃取。

将 0.2 毫升 1M $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 加入水相，溶液要很好地混合，并在水浴上加热 20 分钟，待冷却到室温后，加入 2 毫

升 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷混合液，萃取镅 (III) 2 分钟。分相后，从有机相中取一份溶液，根据 α 或 γ 放射性强度来测定镅的含量。

有机相与等体积的 $3MHNO_3$ 混摇 2 分钟可以定量地反萃镅 (III)。

本法镅的回收率为 $95 \pm 0.5\%$ (6 次测定的平均值)。所拟定的方法可用于测定含有大量 ^{244}Cm 和 ^{242}Cm , ^{238}Pu 和其它放射性元素溶液中的镅。用不同的方法测定镅的结果列在表10中。原始溶液的 α 能谱和按所拟定的方法进行分离后镅溶液的 α 能谱见图 3。

表10 用不同方法测定镅的结果

Am的测定方法	^{239}Np 子体测定法 ^[12]	α - γ 符合法	本文拟定的萃取法
^{243}Am 测得量, 微克	$(0.234 \pm 0.04) \times 10^{-3}$	$(0.197 \pm 0.002) \times 10^{-3}$	$(0.192 \pm 0.011) \times 10^{-3}$

结 论

我们拟定了从镅和其它超铀元素中萃取分离镅的方法。该方法的依据是用 $0.05M\Phi MB\Pi + 0.025MTO\Phi O$ 的环己烷混合液从 $0.1MHNO_3$ 中萃取时三价元素的分配系数很高 ($\sim 10^3$)，而氧化到六价状态的镅在这些条件下还原到镅(V)，并且定量地留在水相中。

本工作详细地研究了水相和有机相的成分、溶剂的性质、氧化和萃取的时间，以及其它因素对从其它元素中分离镅的影响。

研究了在萃取分离镅的最佳条件下， Np 、 Pu 、 Cm 、