

- 3. 一次处理 ^3He 量为 0.5 l 以上, ^3He 的一次产品回收率达 90% 左右。
- 4. 含氦 1.1×10^{-3} 的 ^3He 通过系统纯化处理后, 可将氦含量清除到 2×10^{-8} 以下。分析工作由邹靖菀、张彩娥承担, 特在此致谢。

参 考 文 献

- [1] 氦-3的性质、分离方法及用途, 11所内部调研报告 (1966).
- [2] L. T. Aldrich et al., *Phys. Rev.*, **72** (6), 510 (1947).
- [3] M. J. W. Elliott, *Rev. Sci. Instrum.*, **31**(11), 1218(1960).
- [4] E. R. Hanson et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **30** (7), 591 (1959).
- [5] K. L. Erdman et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **31** (11), 1280 (1963).
- [6] S. Akutar et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **36**(8), 1250 (1965).
- [7] S. Akutar et al., *Rev. Sci. Instrum.*, **38** (3), 432 (1967).
- [8] 袁权、章元琦, 氢和氦的吸附平衡, 中国科学院化学物理研究所研究报告集刊, 第一集, 北京科学出版社, 1964年。
- [9] Б. Г. Фастовский, *Инертные Газы, Атомиздат.*, 1964.
- [10] 邹靖菀等, 用气相色谱法测定氦中微量杂气氢、氧、氮, 原子能研究所内部报告, 1973年。

(编辑部收到日期: 1982年7月23日)

在回旋加速器上利用 $^{209}\text{Bi}(p, 2n)$ 反应制备 ^{208}Po

贾 璋 孙树正 沈洪征 杜鸿善

关键词 铋靶, 内电解, ^{208}Po , 厚靶产额。

一、引 言

半衰期为 2.93 年的 ^{208}Po , 其 α 能量为 5.116 MeV, 从 1951 年开始, 美国橡树岭国家实验室和蒙特实验室以及洛斯·阿拉莫斯实验室研究制备放射性同位素 ^{208}Po , 在不到二年的时间里, 总共生产了 9.243 Ci ^{208}Po 。

获得 ^{208}Po 的方法是利用带电粒子核反应, 常用的有 $^{209}\text{Bi}(p, 2n)$ 和 $^{209}\text{Bi}(d, 3n)$ 反应。由激发函数曲线^[1]看出, 当质子能量 ~ 19 MeV 时, 利用 $^{209}\text{Bi}(p, 2n)$ 反应制备 ^{208}Po 是适宜的, 不仅反应截面大, 而且生成的 ^{209}Po 、 ^{210}Po 等杂质同位素也少 (图 1)。事实上, 美国橡树岭国家实验室生产 ^{208}Po 就是利用 19—23 MeV 的质

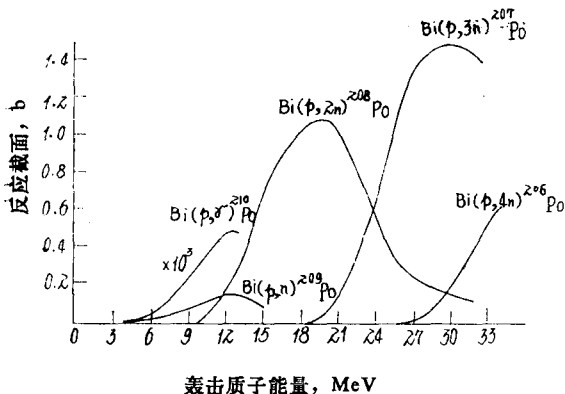


图 1 质子轰击铋的激发函数曲线

子作入射粒子的^[2]。但根据加速器运行的实际情况, 我们只能采用 14 MeV 的质子作入射粒子。

二、靶的制备

照射用铋靶，国外采用在高真空室中，将铋蒸发到铝箔上的方法^[1]，但这种方法制备的靶牢固性差，铋涂层容易脱落。我们采用电沉积法将铋镀在紫铜靶托上，镀层十分牢固。

高纯 (99.99%) 金属铋粉用 9 N HNO₃ 溶解。铋的电沉积条件为：阴极， ϕ 20 mm 紫铜片；阳极，呈圆盘状的 ϕ 0.5 mm 铂丝；两极距离 20 mm；电流密度 13 mA/cm²；用高纯氮气搅拌，流速 \sim 1 l/min。电镀装置如图 2 所示。

电镀是在铋的硝酸溶液中的。当铋的浓度为 0.30 M 时，硝酸浓度的变化对铋的电沉积速率的影响示于图 3。硝酸浓度是用 40% KI 溶液作指示剂，用标定过的 NaOH 滴定测得的。当硝酸浓度固定为 2.3 N 时，铋的浓度变化对其沉积速率的影响示于图 4。

由图 3 可看出，当 Bi³⁺ 的浓度为 0.30 M 时，HNO₃ 浓度在 0.5—4.0 N 范围内变化，对 Bi 的电沉积速率无明显影响，但当 HNO₃ 浓度低于 0.5 N 时，Bi³⁺ 就发生水解，形成白色沉淀，如其浓度高于 4 N，电沉积速率就会明显降低，这是由于 Bi 的沉积物又为 HNO₃ 溶解所致。

由图 4 可看出，当 HNO₃ 浓度为 2.3 N 时，Bi³⁺ 的浓度在 0.10—1.6 M 范围内变化，对 Bi 的电沉积速率和镀层质量无明显影响。

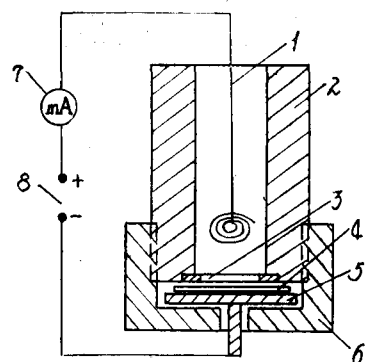


图 2 电镀装置示意图
1——阳极；2——有机玻璃电镀槽；3——聚四氟乙烯垫圈；4——阴极；5——不锈钢垫片；6——碳钢托盘；7——毫安表；8——直流电源。

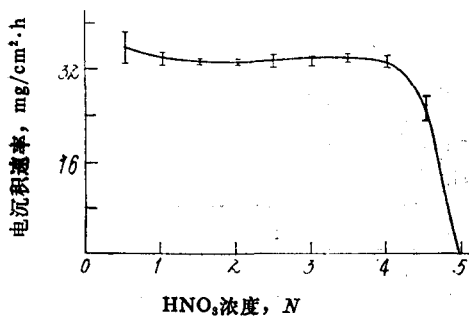


图 3 硝酸浓度变化对铋电沉积速率的影响
铋浓度为 0.30 M。

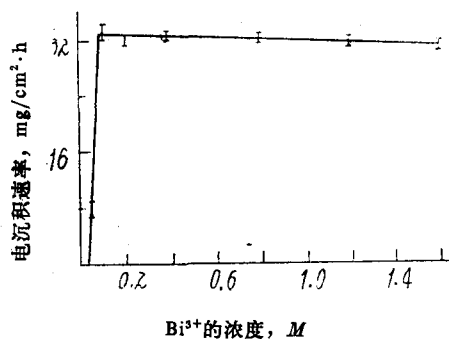


图 4 铋浓度变化对其电沉积速率的影响
硝酸浓度为 2.3 N。

表 1 加速器照射用铋靶的电镀条件和结果

编号	电流密度, mA/cm ²	电镀时间, h	Bi 镀层重, mg	电沉积速率, mg/cm ² ·h
01	13	26.8	2826.7	33.6
02	13	17.8	1891.3	33.8

我们制备的加速器照射用铋靶共两块,电镀液中 Bi^{3+} 的浓度为 0.30M , HNO_3 浓度为 0.9N , 电镀条件和结果列于表 1 中。

从上表可以计算, 在我们选定的电镀条件下, 电流效率 $\sim 100\%$ 。

三、加速器的照射

在回旋加速器上, 入射粒子为 14 MeV 的质子, 束流强度为 $3\text{--}5\ \mu\text{A}$ 。冷却采用自来水直接冷却, 01 靶累计供束 $56\ \mu\text{A}\cdot\text{h}$, 02 靶累计供束 $54.5\ \mu\text{A}\cdot\text{h}$ 。

四、化学分离

从加速器照射过的铋靶中, 提取微量的放射性同位素 ^{208}Po , 国外采用复杂的 Te-Po 共沉淀法^[3], 不仅工艺复杂, 费时费力, 引进杂质, 而且提取率低。对微居里级的 ^{208}Po , 回收率仅能达到 $\sim 70\%$ 。

我们采用内电解法^[4]自 HNO_3 介质中进行了 Bi-Po 分离, 其装置如图 5 所示。曾以 ^{210}Po 作指示剂, 研究了 HNO_3 介质浓度、 Bi^{3+} 浓度对 Po 提取率的影响, 其结果列入表 2 和表 3 中^[4]。

从表 2 可以看出, 当 HNO_3 浓度在 $0.89\text{--}2.67\text{ N}$ 范围内变化, 其 Po 提取率(90 min)

表 2 HNO_3 浓度对 Po 提取率的影响

$[\text{Bi}^{3+}] = 0.3\text{ M}$; $^{210}\text{Po} = 10\text{ mCi}$, 阴极区电解液体积 $\sim 20\text{ ml}$, 阴极面积 $2 \times 1.5\text{ cm}^2$ 。

$[\text{HNO}_3]$, N	Po 提 取 率, %		
	30 min	60 min	90 min
0.89	55	70	84
1.54	44	75	86
2.67	48	75	84
2.86	40	68	81
2.98	20	46	55
3.10	3	1	3

表 3 Bi^{3+} 浓度对 Po 提取率的影响

$[\text{HNO}_3] = 1.5\text{ N}$; $^{210}\text{Po} = 10\text{ mCi}$; 阴极区电解液体积 $\sim 20\text{ ml}$; 阴极面积 $2 \times 1.5\text{ cm}^2$ 。

$[\text{Bi}^{3+}]$, M	Po 提 取 率, %		
	30 min	60 min	90 min
0	—	75	85
0.3	44	75	86
0.43	48	74	83
0.8	41	69	82

在 $84\text{--}86\%$ 左右, HNO_3 浓度进一步增大, Po 提取率就明显降低, 当其浓度达到 3.1 N 时, Po 提取率接近于零。从表 3 可见, $[\text{Bi}^{3+}]$ 浓度在 $0\text{--}0.8\text{ M}$ 范围内变化时, Po 提取率没有发生明显的变化。

用 $3\ \mu\text{Ci}\ ^{210}\text{Po}$ 做指示剂进行析出速率的实验, HNO_3 浓度为 2 N , Bi^{3+} 浓度为 0.8 M ,

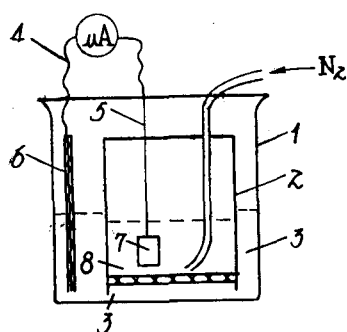


图 5 内电解装置示意图
1—烧杯；2—G4玻璃砂漏斗；3—
阳极区；4—导线；5—铂丝；6—铋
棒(阳极)；7—铂片(阴极)；8—阴
极区。

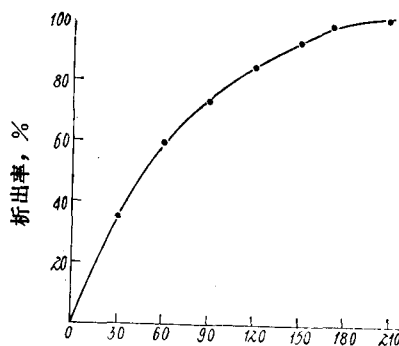


图 6 在 2 N HNO₃, 0.8 M Bi³⁺ 的溶液中
Po 析出量与时间的关系

其结果示于图 6。放射性量是用 α 电离室进行测定的。

内电解法不仅工艺简单，省时省力，而且提取率高。从图 6 看出，在 2 N HNO₃ 介质中，Bi³⁺ 浓度为 0.8 M 的条件下，2.5 h，提取率即可达 90% 以上，3 h 即达 98%。

对于加速器照射的两块铋靶，均采用内电解法进行 Bi-Po 分离。阴极区(G 4 玻璃砂漏斗)内的电解液是 2 N HNO₃，Bi³⁺ 的浓度为 0.8 M，阳极区(玻璃砂漏斗和烧杯的夹层之间)也是 2 N HNO₃，但其液面略高于阴极区液面。 ϕ 8 mm 的铋棒做阳极，2 \times 1 cm² 的铂片做阴极。

01 靶的厚靶实际产额为 0.77 μ Ci/ μ A \cdot h，02 靶的厚靶实际产额为 0.67 μ Ci/ μ A \cdot h，平均值为 0.72 μ Ci/ μ A \cdot h。这同美国橡树岭国家实验室的数值是非常相近的^[2]。

铋靶经 14 MeV 质子照射之后，用内电解法进行分离获得的²⁰⁸Po，其 α 能谱给出于图 7 中，产品中 α 放射性比为：²⁰⁸Po 97.3%，²⁰⁹Po 1.6%，²¹⁰Po 1.1%；重量比为：²⁰⁸Po 63.4%，²⁰⁹Po 36.5%，²¹⁰Po 0.1%。

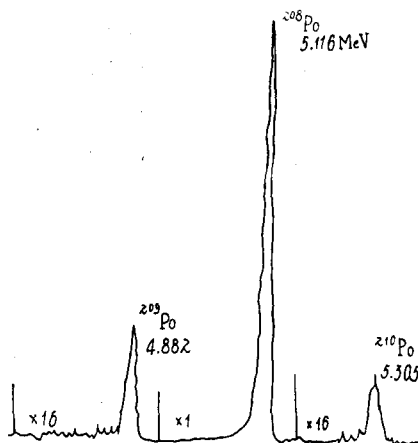


图 7 用内电解法自 14 MeV 质子
轰击的铋靶中分离出的²⁰⁸Po α 谱图

五、结 论

1. 14 MeV 的质子做为入射粒子, 利用 $^{209}\text{Bi}(p, 2n)$ 反应制备 ^{208}Po 是可行的。

2. 在 0.5—4.0 N HNO_3 介质中, Bi^{3+} 浓度为 0.1—1.6 M 时, 利用电沉积法制备加速器照射用铋靶, 当电流密度为 13 mA/cm² 时, Bi 在紫铜上的电沉积速率为 ~33 mg/cm²·h, 镀层致密, 电流效率 ~100%。

3. 在 2 N HNO_3 , 0.8 M Bi^{3+} 浓度的电解液中, 采用内电解法自加速器照射过的铋靶中分离 ^{208}Po , 不仅工艺简单, 省时省力, 而且提取率高, 3 h 即达 98%, 产品的纯度高。

产品的 α 分析由乔盛忠同志完成, 在此表示感谢。

参 考 文 献

[1] E. L. Kelly, UCRL-1044(1950).

[2] R. S. Livingston et al., ORNL-1392(1952).

[3] G. L. Fox et al., MLM-914(1953).

[4] 孙树正等, 在 HNO_3 介质中内电解法分离纯化 ^{210}Po 的研究, 内部资料, 1961.

(编辑部收到日期: 1982 年 7 月 23 日)

(乙酰- ^3H) 氯化乙酰胆碱的合成

赵夏令 刘景芝

(中国科学院上海原子核研究所)

关键词 [乙酰- ^3H]氯化乙酰胆碱, PdO-BaSO₄ 催化剂, 氚标记醋酸钠。

乙酰胆碱是人体内的重要神经传导介质。氚标记氯化乙酰胆碱可用来研究神经生理功能和大脑的思维与记忆功能。但氚标记的制备方法至今尚未见有文献报道。我们参照了碳-14 标记的氯化乙酰胆碱的制备方法^[1], 设计了合成路线和安全简便的反应装置。首先合成了氚标记醋酸钠。然后与醋酸、醋酐共热进行基团交换。再将氚标记醋酸和醋酐与氯化胆碱发生乙酰化反应。经过分离纯化, 得到高纯的氚标记氯化乙酰胆碱。放化纯度为 99%, 比度为 310mCi/mM。

合成路线如下:

