

高等学校教学用书



放射化学实验教程

А. Н. Н. 涅斯米揚諾夫
В. И. 巴拉諾夫
〔苏〕 К. Б. 查波連科
Н. П. 盧金
Ю. А. 普里澤尔科夫 合編

化学工业出版社

АН. Н. НЕСМЕЯНОВ В. И. БАРАНОВ К. В. ЗАБОРЕНКО

Н. П. РУДЕНКО Ю. А. ПРИСЕЛКОВ

ПРАКТИЧЕСКОЕ

РУКОВОДСТВО

ПО РАДИОХИМИИ

ГОСХИМИЗДАТ(МОСКВА-1956)

高等学校教学用书

放射化学实验教程

苏 峙 鑫

林 漳 基 合译

孙 懋 怡

化学工业出版社出版 北京安定門外和平北路

北京市书刊出版业营业許可証出字第092号

化学工业出版社印刷厂印刷 新华书店发行

开本: 850×1168毫米¹/₃₂

1959年11月第1版

印张: 12¹⁴/₃₂

1959年11月第1版第1次印刷

字数: 327千字

印数: 1—6600

定价: (10)1.80元

书号: 15063·0535

高等学校教学用书

放射化学实验教程

[苏] А. Н. И. 涅斯米扬诺夫
В. И. 巴拉诺夫
К. В. 查波连科 合編
Н. П. 卢金科
Ю. А. 普里泽尔科夫
苏 峙 鑫
林 潼 基 合譯
孙 懋 怡

化学工业出版社

本书系从苏联化学出版社出版的“Практическое Руководство по Радиохимии”一书译出。原文经苏联高教部批准为化工学院及大学高年级学生的教学参考书。

书中有许多实验，其中包括：放射性辐射的测量；放射性蜕变的研究；放射性同位素的制取；放射性同位素用作标记原子。且在每章的实验之前都有简短的理论叙述，这样对做试验的人就方便多了！

某些章节谈到了放射化学实验室的设备及安全技术等问题。

本书除可做教材外，还可供与放射化学有关的研究人员和使用放射性同位素的人员参考。

目 录

前言	8
緒論	10

第 一 章

放射化学实验室的设备及使用放射性物质的工作特点

1. 實驗室	13
2. 放射性同位素的保管和登記	15
3. 實驗中的工作程序	15
4. 實驗室操作規程	17
5. 實驗室的特殊設備	18
6. 使用放射性物质进行化学操作的特点	27
7. 放射化学中的超微量工作方法	35
参考文献	40

第 二 章

放射性辐射及其测量方法

1. 放射性同位素辐射的种类和性质	41
2. 測量放射性辐射的记录方法和仪器	60
记录放射性辐射的电离法	60
记录放射性辐射和核粒子的闪烁法	96
记录放射性射线的射线照相法	97
3. 辐射剂量及其降低的方法	101
辐射剂量的計算	101
降低辐射剂量的方法	103
参考文献	110
实验	111
实验 1. 以伏特数来标定驗电器的标尺	111
实验 2. 根据弦綫的移动速度来检查驗电器标尺的均匀程度	112
实验 3. 測定靜电計和驗电器的电容	113
实验 4. 电离电流绝对值的測定和根据它来計算 α - 辐射体的量	119

实验 5. α -射线的测量	123
实验 6 根据 α -射线来估计矿石中的铀含量	125
实验 7. α -粒子在空气中的射程的测定	127
实验 8. 固态物质阻止本领的测定	128
实验 9. 用计数管测量 β -射线	129
实验10 放射性元素蜕变的统计性的研究	136
实验11. 反散射对电子计数的影响	143
实验12. 根据 β -辐射在铝中的吸收来测定其最大能量	144
实验13. 软 β -辐射的测量	146
实验14. 根据 β -辐射测定放射性同位素的绝对量	151
实验15. 用计数管测定 γ -射线	152
实验16. 根据 γ -射线在铅中的吸收来测量它的能量	154
实验17. 通过 γ -射线测定镭和其他放射性同位素	157
实验18. α -计数器的校准并用它来测定 α -辐射体的量	158
实验19. 液体放射性的测量	162
实验20. 记录放射性辐射的射线照相法	164
实验21. 在使用放射性同位素时所受剂量的计算	167
实验22. 在使用放射性的辐射源时所受剂量的测量	168

第 三 章

放射性同位素的蜕变和聚积

1. 放射性变化的基本定律	175
2. 计算放射性同位素的数量的一些主要情况	177
3. 计算放射性同位素数量的实例	180
4. 蜕变常数的测定	183
参考文献	187
实验	187
实验23. 根据放射性的减弱测定放射性同位素的半衰期	187
实验24. 根据蜕变曲线分析放射性同位素的混合物	189
实验25. 测定 K^{40} 或其他长寿命放射性同位素的半衰期	191
实验26. 放射性同位素的聚积规律	192
实验27. 根据放射性同位素的聚积来测定半衰期	194
实验28. 氦和注射气蜕变产物的研究	196
实验29. 通过氦来测定镭	205

实验30. 通过短寿射气(钍射气和镭射气)测定放射性同位素的量	209
实验31. 钍射气和镭射气的蜕变常数的测定	212

第四章

放射性同位素的性质和制备

1. 制备放射性元素和同位素的原理	216
2. 放射性同位素产量的计算	225
3. 核转变时所产生的原子化学反应	227
4. 放射性同位素的分离和浓集法	237
萃取	238
共沉淀和吸附	240
电化学提取	258
同位素的蒸馏	260
浸漚	260
5. 一些最重要的放射性同位素的制备方法	261
参考文献	285
实验	285
实验32. 给定放射性的溶液的制备	285
实验33. 放射性污染	287
实验34. 结晶沉淀法分离放射性同位素	287
实验35. ThB在碘化银上的吸附	290
实验36. ThB在氯化钡晶体和溶液间的分配的研究	291
实验37. 氯化钍和氯化钡的分结晶	293
实验38. 用同位素载带法来制取放射化学纯的同位素 La^{140} 和 Ba^{140}	295
实验39. 用同位素载带法来制取放射化学纯的 Ce^{141}	296
实验40. 铈的放射性同位素 (ThC) 和铅的放射性同位素 (ThB) 的分离	297
实验41. 核反应截面相对值的测定	298
实验42. 磷的放射性同位素 P^{32} 的制备和分离	299
实验43. 快、慢中子的作用的差异	301
实验44. 根据放射性同位素的产率来测定反应的截面	302
实验45. 原子形成瞬间的化学作用	303
实验46. 氯的放射性同位素 Cl^{38} 的制备及其鉴定	304
实验47. 溴的同位素 Br^{80} 和 Br^{82} 的制备、分离及其半衰期的测定	305

实验48. Br^{80} 的核的同质异能素的分离	306
实验49. 溴和磷的放射性同位素的提取法	308
实验50. 利用反冲法进行碘的放射性同位素的分离	310
实验51. Mn^{56} 的提取与溶液PH值的关系	310
实验52. 用中子照射铍并分离所获得的放射性同位素	312
实验53. 用浸取法从照射过的镁中提取 Na^{24}	313
实验54. 用吸附法从母体 Zr^{95} 中分离 Nb^{95}	314
实验55. 用吸附沉淀法分离钨和钼的放射性同位素	315
实验56. UX_1 的分离及其半衰期的测定	316
实验57. 从含 P^{32} 的磷酸阴离子中用色层法纯化放射性铁的三价 阳离子	318
实验58. 铈和铁的放射性同位素的色层分离	320
实验59. 钴和铁的放射性同位素的色层分离	321
实验60. 色层法纯化 La^{140} 和 Ba^{140}	322
实验61. 从铀中以色层分离法提取钍的同位素 UX_1	322
实验62. 镭的同位素(UZ)的提取	323
实验63. 分离氢的长寿沉淀质和制备无载体的放射化学纯的 RaD , RaE 和 RaF	324
实验64. 电化学提取 RaE 和 RaF	326
实验65. 镭的电解提取	328
实验66. 测定铀矿中镭铀量的比	330
实验67. 从矿中提取 MsTh_1	333
实验68. 镭的提取和测量	334
实验69. 用超微量法测定钍溶液的浓度	335

第五章

作为标记原子的放射性同位素的应用

实验	340
实验70. 放射性同位素的放射化学纯度测定及其中放射性杂质的清除	340
实验71. Br_2 与 NaBr 之间溴的同位素交换	343
实验72. 溶液中固体氯化银与卤素离子间的同位素交换	345
实验73. 溶液中金属与它的离子间的同位素交换	347
实验74. 溴烷与溴离子之间的溴的同位素交换	348
实验75. 两种有机溴化物之间溴的同位素交换	349

实验76. 含有 Br^{82} 的 SbBr_2 的合成	350
实验77. 测定物质在两种不相混合的液体间的分配系数	351
实验78. 用标记原子法检验铟镉分离的纯度	353
实验79. 同位素稀释法测定溶液中的镉量	354
实验80. 用同位素稀释法定量测定共同存在的碘和溴	357
实验81. 纸上层分离法分离化学性质相近的元素	358
实验82. 活化分析	359
实验83. 根据中子的吸收来测定硼的含量	362
实验84. 用放射性指示剂方法测定难溶的盐的溶解度	363
实验85. 借助于标记原子用泻流法测定饱和蒸气压	366
实验86. 硫代硫酸盐结构的研究	369
实验87. 迁移数的测定	371
实验88. 用放射性指示剂法测定结晶沉淀物的表面大小	372
实验89. 铀射气的发射系数测定	374

附 录

I. 实验工作中所需的试剂	376
II. 每个学员所需的全套器皿	381
III. 公用的器皿	382
IV. 一般实验用的和专用的设备	383
V. 工作服	384
VI. 放射性同位素的蜕变与聚积	385
VII. $e^{-\lambda t}$ 函数表	386
VIII. 氦的聚积	387
IX. 氦引入电离室后电离电流的增长	388
X. β -射线在铝中的吸收系数	389
XI. 热中子俘获截面	391
XII. 16进位表	394
XIII. 64进位表	396

前 言

本放射化学实验教程是为化学系高年级学生和开始用放射性同位素进行科学工作的科学工作者编写的。

全部实验的编写依据是学员们在实验中只使用十分之几毫居里以下的有 α -、 β -和 γ -辐射的放射性同位素，以及为量不大的中子源（每秒 10^6 中子），例如镭-铍中子源。其中大部份实验所使用的放射性同位素（指示剂量）的量还要更少。

本书分为五章。第一章讨论放射化学实验室的装置和设备，阐述在这种实验室中的工作特点和使用放射性物质的注意事项，以及安全技术。第二章和第三章是叙述放射测量用的一些仪器，阐明放射性辐射的性质和放射性蜕变的一些规律。在这几章里面的大部份实验几乎不需要化学操作，也无需制备放射性制剂。第四、第五两章是放射性同位素的化学性质研究、制备和应用方面的一些实验。

第一章只包括叙述性的材料和理论方面的材料。第二、第三和第四章则系理论上的论述，其中尽量简短地讨论了放射性辐射的测量方法和在实验中要用的放射性同位素的制备方法；并叙述了应用放射性同位素的技术；引证了一些放射性蜕变的定律。

要获得有关放射化学问题的更完整的知识，学员们可以参阅各章节后面所指定的文献。

在附录中有一些表列出了做实验时必需的一些放射性物质和溶液、试剂、器皿、仪器和设备，还有一些经常要用的表。在个别实验中所用的只是一些最重要的试剂用的放射性物质和溶液、特殊的仪器及设备。

书中包括有大量的实验。可是，为了培养各种专门人材，可以根据培养目标和时间从中选择一些实验。

要培养知识广泛的放射化学家，做完书中大部份实验是适宜的，只有实验7、8、31、33和69是可以随意取舍。第四章中的一系列实验，就其性质而言，有些相仿，且其中有一些实验并不是头等重要的。实验39、41、43、44、46、49、50、52、56、59、60、61就属于这

一类。第五章中的实验，可由教员和学员选择来做。选择的标准取决于学员的兴趣和他们的时间，也取决于设备和放射性同位素的有无。实验70是一定要做的。

在专业化的情况下，对于把放射性元素只作为标记原子来应用的那些学员，可以只做下列的这些实验：第二章的实验9、10、11、12、13、15、19、20、21、22；第三章的实验23、24、26、27；第四章的实验32、34、35、36、38、42、45、47、48、51、54、55、57、58；第五章的实验70、72、73、74、76、77、79、82、84。

若教学时间紧迫，建议要做完实验9、10、12、13、15、19、20、22、23、32、48、70、77、79、84，并希望做完实验32以后再做实验13和20。

有关化学操作的全部实验，都应遵守安全操作规程来做。这些安全操作规程在第一章中有所叙述，且在实验23中有详细的讨论。在做其后的实验时，也一定要执行这些规程。

本书作者向B. B. 傅敏和M. C. 梅尔库洛娃以及参加拟定和修正本书许多实验的莫斯科大学化学系无机化学教研室的工作人员和同学们致以衷心的感谢。

緒 論

放射化学 這是一門研究放射性元素的化学和原子核轉变的化学；同时它也研究放射性同位素的分离和浓聚的方法，及其在化学中应用的方法。

在人造放射性发现以后，放射性元素这一个術語的意义起了很大的改变。在最近的文献中，放射性元素变成这样的術語，它指的是某种化学元素的放射性同位素，或含有放射性同位素的元素。所以为了进一步的叙述，給放射性元素和放射性同位素提出一个概念是必要的。

放射性元素 我們指的是核荷相同，但質量数不同的放射性原子，即指某一元素（如镭、钋、钷）的各个放射性同位素的总和。

放射性同位素 我們指的是核荷相同而且質量数也相同的放射性原子（如 Ra^{226} 、 P^{32} 、 Pu^{239} ）。

在很多情况下，要制备和应用可称重的放射性元素和同位素是不可能的。放射性同位素的浓聚是由非常稀的体系开始，所以放射化学是一門超微量化学。因此放射化学有它自己的方法和操作技术，这些都是必需知道的。

在放射化学的研究工作中，测量方法与通常方法不同之点是：利用放射性元素的輻射来进行测量。所以必需知道放射性蜕变定律，放射性輻射的性质及其测量方法，要懂得各种测量仪器——各种基本粒子計數器和靜电計等等的结构和用法。

为了正确地使用放射性同位素，放射化学家必需知道放射性元素的性质（尤其是在非常稀的时候）、放射性同位素和元素的制备方法。

在剂量大时，放射性輻射作用在有机体上是有害的，因此在使用放射性同位素时需要小心。实验人員应当知道使用放射性同位素的規則，以及輻射的防护方法。

輻射的危害作用可能由体外照射引起，也可能由体内照射所造

成。其原因是由于放射性物质* 由空气中被吸入肺中；经过口腔而进入食道；或经过受伤的表皮而侵入血液中。所以在放射化学实验室中应当创造条件以保证工作的安全。

因为这个缘故，对放射化学实验室的装备要有特殊的要求，在实验室中要有专门的设备（专门的通风橱、桌、操作室等），远距离操作工具，防护设备（防护屏）等等。

为了保证工作的安全，在研究工作中必须使用最少量的放射性物质，并且要用超微量化学方法。

在放射化学里面，要碰到一些专门的概念和数值。所以在讲述本课程以前，应当给某些基本概念和数值下一个定义。熟悉这些，对进一步的讲解是很需要的。

伴随着放射性蜕变有 α -、 β -、 γ -和伦琴射线发射出来，或者几种辐射同时发射出来。对于不同的目的可以用不同方法来表示放射性物质所发射出来的辐射量。如果用放射性辐射来照射某一对象，那辐射量用剂量或剂量率来表示。

物理剂量 (D) 是指在全部照射时间内，被照射的对象每单位体积 V 所吸收的能量 E 。

$$D = \frac{E}{V} \text{ 尔格/立方厘米} \quad (1)$$

剂量率是指单位时间内，被照射的对象每单位体积受到的剂量。

伦是物理剂量的单位。与此相应，每秒伦便是剂量率的单位。

伦是伦琴射线或 γ -射线的这样的一个量，即在此量的作用下，与之联系的微粒辐射使得 0.001293 克空气（即 0°，760 毫米水银柱时 1 立方厘米的空气）离解成为每种符号（正或负）带一个静电单位电量的离子。这样的伦琴射线的量能产生 2.08×10^9 对离子。在空气中产生一对离子平均要消耗 33 电子伏。因此，1 伦就与 $2.08 \times 10^9 \times 33 = 6.86 \times 10^{10}$ 电子伏/立方厘米 = 0.11 尔格/立方厘米的能量相当。

为了表示体素吸收能量的特性，常用质量伦或克伦。

* 放射性物质是指这样的物质，即它的全部原子或一部份原子是有放射性的。

1 克物質所吸收的能量是与它的原子組成有关系的。在体素和空气的組成中，各元素的平均有效原子序数大致相同，且等于7.5，所以1 克空气吸收的能量等于1 克体素吸收的能量。

如果輻射剂量在空气中测量为1 倫，那应1 克体素所吸收的能量就叫做质量倫。因为人体体素的密度約比空气密度大770 倍，所以在剂量相当于一个倫时，体素所吸收的能量就等于 5.35×10^{13} 电子伏/立方厘米，或85尔格/立方厘米。

由于 α -和 β -粒子的作用主要表现为电离作用，因此与照射对象所吸收的能量联系起来时，在这方面就可以把它的作用看成跟倫琴射綫和 r -射綫的作用相当。所以 α -和 β -射綫的量，就可用在数量上等于当量的倫琴輻射的倫数来表示。我們將这个数值叫做物理当量倫 (фap)。

在某些场合下，如果将放射性蜕变速率，也就是将放射性輻射的强度，当作放射性同位素量的度量单位，那么就以居里，几分之一居里或卢瑟福为单位来表示。

居里 (K) 是放射性同位素的量，一居里的放射性同位素每秒蜕变 3.7×10^{10} 次。这个数值与一克 Ra^{226} (在 Ra^{226} 的半衰期等于1590 年的条件下) 相当，或者等于鈾-鐳系中与 Ra^{226} 成平衡的其他同位素的平衡量。对氦來說，这个数值是以 6.46×10^{-6} 克或0.66立方毫米来表示。

居里单位可分成一千分(毫居里， $mK = 3.7 \times 10^7$ 蜕变/秒)或一百万分(微居里， $\mu K = 3.7 \times 10^4$ 蜕变/秒)。

因为，放射性物质(制剂)的放射性是用每秒蜕变的次数来表示的，所以可用居里数来表示它；因此居里就是放射性物质的放射性单位。

卢瑟福是放射性同位素的量，它每秒产生 10^6 次蜕变。

在测量溶液或空气中放射性同位素的量时，是以单位体积中的放射性同位素的量(例如每升居里)来表示。应当指出，在单位時間內蜕变的原子数(即放射性同位素蜕变速率)与存在的放射性同位素的原子数成正比例。比例系数 λ 是放射性同位素的基本特征，常将它叫做蜕变常数(见第三章首)。

第一章

放射化学实验室的设备及使用 放射性物质的工作特点

1. 实验室

实验室的装备 供操作不超过几毫居里放射性同位素*用的实验室，应尽可能地由三个相互隔离的部份来组成。在第一部份中进行的工作是使用中子源的操作以及对强放射性物质的初步处理；在第二部份中进行的工作是使用指示剂量放射性元素的化学操作；在第三部份中布置测量设备和辅助设备。

同时，化学实验室与测量室紧密相邻。在这样的实验室布置下，放射性物质的辐射不影响测量仪器的工作，同时这样的布置也使得能尽快地进行放射性制剂的测量。

除此之外，附属于实验室的还必需有淋浴间，用以洗除人体上沾染的放射性物质；放置工作服的地方；以及存衣室。

地板、墙壁、棚子以及工作台和抽风橱的表面是由无缝的非多孔性材料制成，以便易于用水或脱吸物质的溶液来进行洗涤。所有的表面必须尽可能地使其上面不积累尘埃。因此在实验室的墙壁上须刷天然干性油涂料，硝化瓷漆或者铺上以密致涂料填缝的瓷砖。

如可能，地板上应铺漆布、塑料或光滑的瓷砖。不允许用木料的地板。为了避免灰尘的堆积，房间内的所有转角都必须都是圆的。不允许有建筑装饰。房间必须装备有机抽风。抽风是采用通风橱及局部通风系统。为了使通风系统能保证规定的卫生条件，正敞开着的工作着的通风橱门，其空气流动速度应有1—1.5米/秒。供使用放射性物质用的房间的通风系统，必须和其他房间的通风系统隔离开来；同时要避免空气从这一房间流到另一房间。放射化学实验室

* 在学生实验室中经常碰到这种数量的放射性物质。

的通风道的出口，必須高出附近樓房的屋頂。通风系統的空气进口，必須远离實驗室气体出口的地方。

下水道系統必須易于进行清洗和更換，这是为了避免由于放射性物質吸附而积累起来。最好安装一些用脚踏来放水的自来水閥門。自来水冲洗盆是用瓷做，形状是圓的。

电路必須用暗綫装設。

實驗室的家具和設備，必須做得使其表面被放射性物質污染的可能性减少。家具必須做成有腿的，并且式樣要简单；它是用容易洗滌的材料做成的，并涂上油漆或硝化瓷漆。在實驗室中不允許放多余的家具。門上的把手、閥門等等都是由金属、塑料、珐琅、玻璃或上有搪瓷的材料做成的。

室內的整洁 在放射性工作中，地板、牆壁、工作台的表面以及各种仪器被放射性物質污染是很可能的。放射性物質从这些地方将沾到人手和衣服上，而从手再到人体各部份及口中。随着實驗室的灰尘，放射性物質很容易滲入肺部及消化道內。因此，当實驗室被放射性物質污染时，将造成人体受到不可控制的外部照射或內部照射。由此人体将遭受伤害。

因此，为了避免實驗室被放射性物質所污染，實驗室必須保持极度清洁。實驗室里不許有灰尘。通风系統应不間断地开动。實驗室每天都要进行湿扫；每月用热水或脫吸物質溶液冲洗地板、牆壁和家具一次。

實驗室秩序的維持 在實驗室中工作必須遵守这样的預防措施，那就是杜絕放射性物質污染實驗室的可能性。工作应当很有条理，以减少发生事故的可能性。

盛有放射性物質的仪器和器皿，必須放在托盘上，这是为了在发生事故时放射性物質能落于托盘上。桌子、通风櫥、地板及牆壁的表面，必須經常用剂量仪来检查放射性污染之处。在发现污染时，用热水和易溶工作中所用的化合物的液体或能排除放射性同位素的液体来洗除。

在使用放射性物質时，所用的仪器和器皿，不應該和一般工作中所用的相混淆。洗滌这些器皿必須特別小心，最好是用酸洗。不

允許把污染的儀器從放射化學實驗室拿到其他的實驗室或修理廠，特別不許拿到玻璃工廠去。只有在劑量儀探明沒有放射性污染時，才允許修理儀器。

2. 放射性同位素的保管和登記

正確地保管和登記放射性制劑就能使安全操作規程的遵守和監督得到保證。

放射性物質的保管 放射性物質要保存在特殊的罐子中，這罐子是放在密閉的鐵櫃里。為了對放射性輻射有足夠的防護，必須將它們屏蔽起來。每種物質應該放在固定的位置上，並附上標籤注明放射性元素的名称、數量、化學狀態和收到日期。

放射性物質耗存的登記 現存放射性物質由專門保管它們的人按照一定的格式在專門的記錄本上進行登記。記錄的格式必須能說明放射性物質的存量和變動情況。

使用放射性物質的工作人員，在個人的記錄本上記入使用這些物質所進行的化學操作、放射性物質耗用量和虧損量(參看表1)。每月進行一次放射性物質消耗量結算。

放射性同位素消耗的示范登記格式

表 1

日期	同位素 符 号	化 合 物 种 类	比放 射性	化 合 物 的 量 (体积)	总放 射性	消 耗 量 及 其 用 途	剩 余 (數量及 其处理)	廢 物 (數量及 其处理)
5.9.56	Co ⁶⁰	Co(NO ₃) ₂ (溶液)	0.01毫 居里 /毫升	5 毫升	0.05毫 居里	0.04毫居 里用来研究 絡合物中鈷 的交換	0.01毫居 — 1 毫升溶 液交給負責 保管放射性 制劑的人	在各種化合物 溶液中的0.03毫 居里交去銷毀， 在極稀溶液及洗 滌水中的0.01毫 居(10 ⁻⁵ 毫居里/ 升)倒入下水道

3. 實驗中的工作程序

衣服 在未開始使用放射性同位素之前，必須穿上與該實驗室的放射性水平相當的防護衣。在少量(毫居里)放射性的工作中，穿