

高等学校交流讲义

放射化学实验指导

FANGSHE HUAXUE SHIYAN ZHIDAO

群 力 編

人民教育出版社



放射化学实验指导

FANGSHE HUAXUE SHIYAN ZHIDAO

群 力 編

人民教育出版社

本讲义主要参考莫斯科大学涅斯米扬诺夫等著“放射化学实验指导”和中国科学院原子能研究所编“放射性同位素应用知识”编写而成。内容包括三章：第一章为放射化学实验室的设备及使用放射性物质的工作特点；第二章是放射性辐射及其测量方法；其中包括放射性同位素辐射的测量和性质，测量放射性的方法和仪器，放射性测定及数据处理等；第三章是放射化学基本实验。本书可以作为高等学校的教材，也可供有关研究人员参考。本讲义选编有39个实验，使用时可根据各专业的教学要求与各校实验设备情况选择采用，也可以有所增减。

放射化学实验指导

群 力 编

人民教育出版社出版 高等学校教学用书编辑组
北京宣武门内大街27号

(北京市书刊出版业营业登记证出字第2号)

京 华 印 书 局 印 刷

新华书店科技发行所发行

各 地 新 华 书 店 经 售

统一书号 13010·1922 开本 850×1168 $1/32$ 印张 11 $3/16$ 插页 2

字数 268,000 印数 2,071—6,000 定价 (6) 1.10

1961年7月第1版 1961年8月北京第2次印刷

目 录

緒論	1
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	5
§ 1-1 实验室	5
§ 1-2 放射性同位素的保管和登記	7
§ 1-3 实验室中的工作程序	8
§ 1-4 实验室操作规程	10
§ 1-5 实验室的特殊设备	11
§ 1-6 使用放射性物质进行化学操作的特点	2
§ 1-7 放射化学中的超微量工作方法	31
第二章 放射性辐射及其测量方法	38
§ 2-1 放射性同位素辐射的种类和性质	38
§ 2-2 测量放射性的方法和仪器	57
§ 2-3 放射性的测量	143
§ 2-4 数据的处理	156
第三章 放射化学基本实验	172
实验 1. 基本的放射性计数测量装置	172
实验 2. G-M 计数管的工作原理——坪曲线的测定	178
实验 3. 计数管的“死时间”的校正	183
实验 4. 几何条件对测量结果的影响	190
实验 5. 核蜕变的统计规律及测量结果的处理	194
实验 6. 物质对 β 粒子的吸收和能量的测定	202
实验 7. β 射线在样品本身的自吸收	212
实验 8. 用计数管测量 γ 射线	217
实验 9. 电离电流绝对值的测定和根据它来计算 α 辐射体的量	220
实验 10. 液体放射性的测量	225
实验 11. 在使用放射性同位素时所受剂量的计算	228
实验 12. 在使用放射性的辐射源时所受剂量的测量	231
实验 13. 给定放射性的溶液的制备及放射性浓度的测定	237
实验 14. 记录放射性辐射的射线照相法	240

实验 15. 闪烁计数器	242
实验 16. γ 闪烁能谱仪	245
实验 17. 符合测量	250
实验 18. 根据蜕变曲线分析放射性同位素的混合物	257
实验 19. 测定 K^{40} 或其他长寿命放射性同位素的半衰期	259
实验 20. 氧和钍射气蜕变产物的研究	261
实验 21. 通过氧来测定镭	271
实验 22. 用反冲沉积法制备 ThB 和它在 AgI 上的吸附	276
实验 23. ThB 在氯化钡晶体和溶液间分配的研究	278
实验 24. 用同位素携带法来制取放射化学纯的同位素 La^{140} 和 Ba^{140}	281
实验 25. 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	282
实验 26. 用吸附法从母体 Zr^{95} 中分离 Nb^{95}	285
实验 27. 从铀中以色层分离法提取钍的同位素 UX_1	287
实验 28. 钍的电解提取	288
实验 29. 核反应截面相对值的测定	290
实验 30. Br^{80} 的核的同质异能素的分离	292
实验 31. Mn^{56} 的提取与溶液 pH 值的关系	294
实验 32. 测定物质在两种不相混合的液体间的分配系数	296
实验 33. 同位素稀释法测定溶液中的总量	297
实验 34. 用放射性指示剂方法测定难溶的盐的溶解度	300
实验 35. 放射性滴定法	303
实验 36. 标记化合物的合成及其应用	308
实验 37. 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	313
实验 38. 溶液中固体氯化钡与卤素离子间的同位素交换	317
实验 39. 纸上电泳法分离 Sr^{90} - Y^{90}	319
附 录	323
I. 实验室工作中所需的试剂	323
II. 每个学员所需的全套器皿	327
III. 公用的器皿	328
IV. 一般实验用的和专用的设备	328
V. 工作服	330
VI. 放射性同位素的蜕变与积累	330
VII. e^{-x} 函数表	332
VIII. 氧的积累	333
IX. 氧引入电离室后电离电流的增长	334
X. β 射线在铝中的吸收系数	335
XI. 热中子俘获截面	337

XII. 16 进位表	340
XIII. 64 进位表	343
XIV. 三个天然放射系	346
XV. 常用放射性同位素表	349
XVI. 门捷列夫元素周期系	353

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濃聚的方法,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(如鐳、錒、釷)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。放射性同位素的濃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,測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測量。所以必需知道放射性蜕变定律,放射性輻射的性質及其測量方法,要懂得各种測量仪器——各种基本粒子計数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質(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,放射性辐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。实验人员应当知道使用放射性同位素的规则,以及辐射的防护方法。

辐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^①由空气吸入肺中;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 。

$$D = \frac{E}{V} \text{ 尔格/厘米}^3$$

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。

① 放射性物质是指这样的物质,即它的全部原子或一部分原子是有放射性的。

倫是物理剂量的单位。与此相应，每秒倫便是剂量率的单位。

倫是倫琴射綫或 γ -射綫的这样的一个量，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 厘米³ 的空气)离解成为每种符号(正或負)带一个静电单位电量的离子。这样的倫琴射綫的量能产生 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 倫就与 $2.08 \times 10^9 \times 33 = 6.86 \times 10^{10}$ 电子伏/厘米³ = 0.11 尔格/厘米³ 的能量相当。

为了表示体素吸收能量的特性，常用質量倫或克倫。

1 克物质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。

如果辐射剂量在空气中测量为 1 倫，那么 1 克体素所吸收的能量就叫做質量倫。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/厘米³，或 85 尔格/厘米³。

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 γ -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辐射的倫数来表示。我們將这个数值叫做物理当量倫(dop)。

在某些場合下，如果将放射性蜕变速率，也就是将放射性辐射的强度，当作放射性同位素量的度量单位，那么就以居里，分之几居里或卢瑟福为单位来表示。

居里(K 或 c)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。对氡來說，这个数值是以 6.46×10^{-8} 克或 0.66 毫米³ 来表示。

居里单位可分成一千分(毫居里, mK 或 $mc = 3.7 \times 10^7$ 蜕变/秒)或一百万分(微居里, μK 或 $\mu c = 3.7 \times 10^4$ 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，在单位时间内蜕变的原子数(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。

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

§ 1-1. 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^①用的实验室，应尽可能地由三个相互隔离的部分来组成。在第一部分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；在第二部分中进行的工作是使用指示剂量放射性元素的化学操作；在第三部分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、橱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。房间必须装备有机械抽风。抽风是采用通风

① 在学生实验室中经常碰到这种数量的放射性物质。

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。放射化学实验室的通风道的出口，必须高出附近楼房的屋顶。通风系统的空气进口，必须远离实验室气体出口的地方。

下水道系统必须易于进行清洗和更换，这是为了避免由于放射性物质吸附而积累起来。最好安装一些用脚踏来放水的自来水阀门。自来水冲洗盆是用瓷做，形状是圆的。

电路必须用暗线装设。

实验室的家具和设备，必须做得使其表面被放射性物质污染的可能性减少。家具必须做成有腿的，并且式样要简单；它是用容易洗涤的材料做成的，并涂上油漆或硝化瓷漆。在实验室中不允许放多余的家具。门上的把手、阀门等等都是由金属、塑料、珐琅、玻璃或上有搪瓷的材料做成的。

室内的整洁 在放射性工作中，地板、墙壁、工作台的表面以及各种仪器被放射性物质污染是很可能的。放射性物质从这些地方将沾到人手和衣服上，而从手再到人体各部分及口中。随着实验室的灰尘，放射性物质很容易渗入肺部及消化道内。因此，当实验室被放射性物质污染时，将造成人体受到不可控制的外部照射或内部照射。由此人体将遭受伤害。

因此，为了避免实验室被放射性物质所污染，实验室必须保持极度清洁。实验室里不允许有灰尘。通风系统应不间断地开动。实验室每天都要进行湿扫；每月用热水或脱吸物质溶液冲洗地板、墙壁和家具一次。

实验室秩序的维持 在实验室中工作必须遵守这样的预防措施，那就是杜绝放射性物质污染实验室的可能性。工作应当很有

条理,以减少发生事故的可能性。

盛有放射性物质的仪器和器皿,必须放在托盘上,这是为了在发生事故时放射性物质能落于托盘上。桌子、通风橱、地板及墙壁的表面,必须经常用剂量仪来检查放射性污染之处。在发现污染时,用热水和易于将工作中所用化合物溶解的液体或能将放射性同位素除去的液体来洗除。

在使用放射性物质时,所用的仪器和器皿,不应该和一般工作中所用的相混淆。洗涤这些器皿必须特别小心,最好是用酸洗。不允许把污染的仪器从放射化学实验室拿到其他的实验室或修理厂,特别不许拿到玻璃工厂去。只有在剂量仪探明没有放射性污染时,才允许修理仪器。

§ 1-2. 放射性同位素的保管和登記

正确地保管和登記放射性制剂就能使安全操作规程的遵守和监督得到保证。

放射性物质的保管 放射性物质要保存在特殊的罐子中,而罐子则放在密闭的铁柜里。为了对放射性辐射有足够的防护,必须将它们屏蔽起来。每种物质应该放在固定的位置上,并附上标签注明放射性元素的名称、数量、化学状态和收到日期。

放射性物质耗存的登記 现存放射性物质由专门保管它们的人按照一定的格式在专门的记录本上进行登記。记录的格式必须能说明放射性物质的存量和变动情况。

使用放射性物质的工作人员,在个人的记录本上記入使用这些物质所进行的化学操作、放射性物质耗用量和亏损量(参看表1-1)。每月进行一次放射性物质消耗量結算。

表 1-1. 放射性同位素消耗的示范登记格式

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 (数 量及其处 理)	废物 (数量 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 络合物 中钴的 交换	0.01毫居 -1 毫升 溶液交给 负责保管 放射性制 剂的人	在各种化合物溶 液中的0.03毫居 里交去销毁, 在 极稀溶液及洗涤 水中的0.01毫居 (10 ⁻⁵ 毫居里/ 升)倒入下水道

§1-3. 实验室中的工作程序

衣服 在未开始使用放射性同位素之前, 必须穿上与该实验室的放射性水平相当的防护衣。在少量(毫居里)放射性的工作中, 穿上工作服戴上帽子就行了, 同时还希望穿上专用的鞋子, 例如橡胶鞋。工作服必须是由光滑的材料做的, 并且在背后扣纽扣。

在有大量放射性的情况下, 适当地穿上聚氯乙烯做的联衣裤或者在工作服外面罩上围裙, 带上袖套。在操作中遇有敞开的放射性制剂时, 必需戴上手套。不允许穿着工作服到测量室去。必须定期检查衣服被放射性物质污染的程度。工作服和帽子必须和其他的衣服分开, 并在特别指定的地方洗涤。

工作 一切有放射性的化学操作都应当事先慎重地考虑。一定要做“冷”实验(没有放射性的实验, 它的全部细节应和“热”实验——有放射性的实验——完全一样)。

不论从了解仪器是否适于做实验或者探明仪器中确不存在能影响实验结果的放射性沾污来看, 实验仪器都必须细心检查。

必要时, 应把装有放射性物质的仪器用防护屏围蔽起来, 以使

实验者受到的辐射剂量减少到安全的程度。这事先要经过计算，随后再用剂量仪来测量检定。

一切有放射性物质的操作，都要按照下述的操作规程进行。个别的操作方法见 § 1-6。

在从事放射性物质工作时，以及准备放射性样品时，应该注意到手和眼睛可能受照射；同时要记住制剂有可能被手套上的其他放射性所污染。因此，制剂必须用镊子来拿，而在全部放射性工作期间，必须经常用剂量仪来检查手的清洁程度。

工作结束之后，将所有放射性物质送到适当的地方去，整理工作地点，洗涤仪器和器皿，用剂量仪检查桌面、地板及墙壁是否污染。当有污染时，应立刻用洗涤或脱吸的方法除去它。

先戴着手套洗手，检查手套的清洁程度，脱掉手套和防护衣。在检查手和衣服没有污染后，才离开实验室。

对使用放射性物质工作的监督 对使用放射性物质的监督内容包括：1) 检查操作规程是否得到遵守；2) 检查实验室内工作人员的身上及衣服上确无污染；3) 确定房间里，以及装有放射性物质的仪器周围的辐射水平；4) 检查放射化学实验室中的每个工作人员在全部工作时间内所受到的辐射剂量；5) 对工作人员进行系统的医疗监督。

可以用小电离室型的辐射剂量计或照相底片对个人进行监督。每天进行工作人员所受辐射量的检查。

除了个人监督外，为了确定在某些具体情况下工作有无危险性，可以采用附有电离室或气体计数管并能指示出辐射水平的剂量计。实验室中“本底”的平均数值，可以通过放在室内中央的一般实验室剂量计来监督。工作人员的手、衣服和鞋子上是否有放射性物质，均由专门的仪器来检查。

用携带式计数器来检查地面及工作过的表面有无放射性污

染。有时候,可以用一张纸来擦要检查的表面,然后用普通的计数器来测量这张纸的放射性,从而达到检查目的。

§ 1-4. 实验室操作规程

全体工作人员必须遵守和执行放射化学实验室工作规程。

1. 在用放射性物质工作时,必须用防护屏来遮蔽装有放射性物质的仪器,为的是使在防护屏后面工作的人员,在整个工作日中所受的剂量不会超过安全照射剂量(0.05 伦),同时剂量率必须不超过 2 微伦/秒 = 7.2 毫伦/时。一星期中,手部受照射的允许剂量是等于或微高于 1.5 伦。

2. 空气中最高的放射性不能高于 10^{-11} 居里/升。

3. 在不完全遮蔽的放射性制剂周围停留的时间应当尽量缩短。

4. 在实验室中只能放置当时所用的放射性制剂。

5. 进行放射性物质工作时,必须穿着有袖套的工作服,戴上帽子和橡皮手套。

6. 工作服必须在特定的隔离的地方洗涤。

7. 为了防止头部受 β -射线照射,最好在工作人员与放射源之间放一面玻璃镜或者放一块 5 毫米以上厚度的塑料玻璃。

8. 一切使用敞开放射性物质的工作,且在这工作中放射性物质可能进入空气中(如蒸发、煮沸、灼烧、烘干等)时,必须在通风橱中进行。

9. 有关放射性物质雾化的工作应在干室中进行。

10. 在使用放射性同位素的工作中,必须使用远距离工具——钳子、小刀、镊子等等;它们的长度决定于辐射的特性和制剂的放射性。

11. 禁止用嘴在移液管上吸溶液；应当用注射器或橡皮球。洗涤时亦用橡皮球。

12. 为了预防溶液倒出来，使用放射性物质的工作必须在托盘上进行。

13. 实验室里禁止吸烟、吃东西或存放食物。

14. 在工作时间内必须注意工作台表面、通风橱、仪器、工作服、手被污染。有污染时应该立刻进行清除。

15. 当手或脸上有伤口时，禁止在实验室里工作。在受伤时，应该用水充分冲洗伤口。

16. 放射性同位素保存在能防护 γ -辐射的密闭铁柜中的罐子里。

17. 取来的同位素应该在工作记录本上登记，并且将所有的操作按同位素的变化和耗用量依规定格式（参看表 1-1）填写。

18. 放射性废物必须收集于专门的容器里。

19. 短寿命的同位素废物如果它的放射性不超过 10^{-7} 居里/升时，允许倒入出水槽中。长寿命的放射性废物，则需转化成不溶性状态，保存在特别隔离的地方。

20. 文献和工作记录本，为避免污染起见不要放在工作台上。在专门的房间或测量室里进行记录。

21. 所有使用放射性物质的工作人员，必须进行系统的医疗监督。

§ 1-5. 实验室的特殊设备

远距离操作放射性物质的夹具 从事于放射性物质的工作者应与所处理的放射性物质保持尽可能大的距离。保持必要的距离，在很多情况下可以避免使用那些常常会使工作人员感到不方