

高等学校试用教材

放射化学实验

(第二版)

叶明吕 主编

张庆熹 主审

原子能出版社

PDG

高等学校教材

放射化学实验

(第二版)

叶明吕 主编 张庆熹 主审

唐静娟

俞誉福 编著 王祥云 审校

郑成法

原子能出版社

内 容 简 介

本书分为原理、实验和附录三部分。简明地阐述了放射化学实验的基本原理、特点、实验技术、安全防护、核分析技术以及放射性示踪技术的应用。书中编写了三十五个放射化学实验。实验内容主要包括：溶剂萃取、离子交换色层、共沉淀、纸上电泳和电化学自沉积等分离实验；用分子电镀法、蒸发法等制备测量源；同位素稀释法、中子活化分析等放射化学分析法的应用，以及某些低水平放射性样品的分析；某些核素和标记化合物的制备。

本书可用作高等学校放射化学专业及有关专业的放射化学实验教材，也可供放射化工、放射医学、放射地质、环境保护等专业的师生以及从事核能、放射性核素的生产和应用的科技人员参考。

高等学校教材

放 射 化 学 实 验

(第二版)

叶明吕 主编 张庆熹 主审

唐静娟

俞誉福 编著 王祥云 审校

郑成法

原子能出版社出版

(北京2108信箱)

北京市通县电子外文印刷厂印刷

新华书店总店科技发行所发行·新华书店经售

☆

开本787×1092 1/32·印张12.625·字数27.5千字

1991年9月北京第二版·1991年9月北京第二次印刷

印数 3301—13000

ISBN7-5022-0371-0

TQ·5(课) 定价：3.30元

前 言

(第一版)

本书是根据1978年7月在青岛召开的放射化学编写出版规划会上所审定的《放射化学实验》编写大纲编写的,可用作放射化学专业实验试用教材。书中总结了我们多年来放射化学实验教学的经验,并吸取了某些新的科研成果。

本书阐述了放射化学实验的基本特点、基础知识和安全防护,侧重于从实验要求的角度,阐述了放化分离、放化分析以及其他实验的基本原理、基本操作和技术。书中共编入了三十五个放射化学实验,各学校可根据实际情况,具体条件和要求酌加选用。

对每个实验均介绍了实验目的、基本原理、主要试剂与仪器、实验步骤、实验结果与数据处理、思考题,使学生在阅读每个实验内容之后,能在教师的指导下完成实验。

本书由复旦大学物理二系放射化学教研室叶明吕(主编),唐静娟,俞誉福,郑成法编写,由北京大学技术物理系放射化学教研室张庆熹,王祥云审校。1981年7月在北京召开了审稿会,对本书初稿进行了审查,与会代表对书稿提出了宝贵的意见和建议。根据审稿会的意见,编者作了进一步修改。

在编写本书时,我们得到了北京大学、四川大学等院校和中国科学院原子能研究所、上海原子核研究所、中国科学院高能物理研究所等科研单位的大力支持,他们并为本书编

写提供了不少有益的实验资料。此外，复旦大学的领导和有关同志在本书编写过程中给予多方面的关心与支持。庞亚芳、何阿弟、王爱玲等同志参加了部分实验的验证工作。杨君平、唐志华同志为本书描绘插图，易昭阳同志为本书拍摄了几张图片。在此我们一并表示衷心的感谢。

由于编者的水平有限，本书中不妥之处在所难免，恳请广大师生及读者批评指正。

编者 1982年3月

前 言

(第二版)

《放射化学实验》(第一版)自1983年出版以来,经复旦大学、北京大学、四川大学、兰州大学等院校放射化学专业学生和其他有关人员使用后反映较好,取得了较好的教学效果,近年来本书第一版本已供不应求。为了进一步适应教学的需要,根据原核工业部制订的《一九八四至一九九〇年高等学校原子能教材编审出版规划》,《放射化学实验》需修订再版。1988年12月召开了本书的修订再版编写提纲审定会,与会代表对编写提纲提出了宝贵的意见。

本书(第二版)基本上保持了第一版本的结构,分为原理、实验及附录三部分。在原理部分增加或扩大了一些反映新进展、新技术的内容,例如离子交换膜分离法、高效液相色谱技术和核分析技术等。实验部分,在保持大多数原实验内容不变的基础上,删去了七个原有实验,增加了同样数目的反映放化某些方面技术进展的实验。本书附录二、三、四、是按照我国1984年12月发布的《放射卫生防护基本标准》(GB 4792-84)的规定编写的。

本书阐述了放射化学实验的基本原理、特点、实验技术和安全防护。从实验要求的角度,简要地阐述了放化分离、核分析技术和放射性示踪技术的应用。书中共编入了三十五个放射化学实验,介绍了实验的基本原理和操作,各学校可根据实际情况、具体条件和要求酌加选用。

本书由复旦大学物理二系应用化学教研室叶明吕（主编）、唐静娟、俞誉福、郑成法编著，由北京大学技术物理系应用化学教研室张庆熹（主审）、王祥云审校，由原子能出版社金一一编辑。

在本书编写过程中，我们得到了北京大学等院校和有关单位的大力支持，它们为本书编写提供了有益的实验资料。同时，复旦大学及其物理二系的领导以及有关同志在本书编写过程中给予了多方面的关心和支持。在此我们一并表示衷心的感谢。

由于作者的水平有限，书中不妥之处在所难免，恳请广大师生和读者批评指正。

作者 1989年6月

目 录

前 言 (第一版)

前 言 (第二版)

第一部分 原 理

第一章 放射化学实验的基本特点	3
第一节 放射化学实验的基本特点	3
一、放射性	3
二、不恒定性	5
三、微量和低浓	6
第二节 低浓放射性溶液在实验中出现的某些特殊问题	7
一、放射性胶体的形成及其防止	7
二、放射化学实验中载体的使用	10
三、放射性物质的吸附及其防止	12
第二章 放射化学实验的安全防护和基本操作	14
第一节 放射化学实验的基础知识	14
一、放射化学实验室的基本要求	14
二、放射化学实验室安全防护规则	16
三、放射性污染的去除与废物处理	18
第二节 放射化学实验中的安全防护	23
一、剂量及其单位	23
二、放射性防护	28
第三节 放射化学实验的基本操作	34
一、放射性物质的存放和转移	34
二、放射性溶液的移取	35
三、放射性溶液的加热、蒸发、浓缩和烘干	36
四、放射性物质的固液相分离	37
五、放射性粉末操作及气溶胶防护	38

六、放射性测量源的制备	39
第三章 放射化学分离法的基本原理和实验技术	43
第一节 离子交换分离法与高效液相色谱技术	43
一、离子交换树脂的基本性能	44
二、无机离子交换剂	51
三、离子交换色层分离的一些参数	53
四、离子交换色层分离实验技术	59
五、离子交换膜分离法	66
六、高效液相色谱技术	77
第二节 溶剂萃取分离法	88
一、溶剂萃取的一些参数	88
二、放化实验中常用的几类萃取剂	90
三、溶剂萃取实验技术	97
第三节 萃取色层分离法	102
一、萃取色层的一些特点	102
二、萃取色层分离的基本原理	103
三、萃取色层实验技术	105
第四节 共沉淀分离法	110
一、基本原理	110
二、共沉淀分离的实验技术	113
第四章 放射性示踪技术	119
第一节 放射性示踪技术的类型及其优缺点	119
一、放射性示踪技术的类型	119
二、放射性示踪技术的优缺点	121
第二节 放射性示踪实验设计中的一些主要问题	122
一、放射性示踪剂的选择	122
二、放射性示踪实验设计和注意事项	123
三、合成标记化合物时需注意的几个问题	124
第三节 同位素稀释分析	125
一、直接同位素稀释法	126

二、平行稀释法	127
三、亚化学计量同位素稀释法	127
第四节 放射性示踪技术应用实例	128
一、络合物稳定常数的测定	129
二、交换电流的测定	130
三、重排反应机构的研究	131
四、 ^{85}Kr 示踪法检漏	132
五、农药残留量的测定	133
六、稻谷在不同生育时期对磷的吸收分配规律的研究	134
七、放射免疫分析法	136
第五章 核分析技术	138
第一节 中子活化分析	138
一、中子活化分析的基本原理	139
二、中子活化分析的实验装置	141
三、中子活化分析的应用和特点	143
第二节 带电粒子活化分析	145
第三节 核反应分析	147
一、核反应分析	147
二、Rutherford 背散射分析 (RBS)	148
第四节 质子X射线荧光分析	149
一、基本原理和特点	149
二、实验装置与分析技术	151
三、质子X荧光分析的应用	154
第五节 同位素X射线荧光分析	155
一、放射源的选择	155
二、同位素XRF与PIXE方法的比较	157

第二部分 实 验

实验一 放射源的分装	163
实验二 点源的制备及放射性溶液浓度的测定	167

实验三	共沉淀法分离 ^{208}Tl (ThC'')及其半衰期的测定	170
实验四	吸附载带法测定废水中总 α 放射性	178
实验五	β 射线在样品本身的自吸收	184
实验六	玻璃吸附法研究放射性铈在溶液中的状态	191
实验七	酸度对PMBP萃取钍的影响	197
实验八	^{231}Th 示踪法研究N-235萃取 $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ 的机制	202
实验九	$\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{TBP}$ 萃合物组成的测定	206
实验十	萃取分离法研究 ^{141}Ce - ^{141}Pr 的长期平衡	212
实验十一	用二(2-乙基己基)磷酸萃取铈的研究	219
实验十二	^{137}Cs (I)、 ^{60}Co (II)、 ^{141}Ce (III)在阳离子交换树脂上分配系数 K_d 的测定	225
实验十三	阳离子交换法分离 ^{141}Ce 与 ^{147}Pm	231
实验十四	阴离子交换法分离 ^{59}Fe - ^{60}Co	237
实验十五	HDEHP萃淋树脂分离 ^{141}Ce 与 $^{152+154}\text{Eu}$	242
实验十六	纸上萃取色层分离 ^{141}Ce 、 $^{152+154}\text{Eu}$ 和 ^{91}Y	247
实验十七	电化学自沉积法分离测定 ^{210}Po	258
实验十八	ThB - ThC 的电化学分离及其生长衰变曲线的测定	263
实验十九	纸上电泳法分离 ^{90}Sr 和 ^{90}Y	270
实验二十	放射火箭电泳自显影测定甲胎蛋白的含量	275
实验二十一	分子电镀法制备测量源	280
实验二十二	大体积水样中 ^{137}Cs 的测定	286
实验二十三	甲基异丁基酮萃取-电沉积法测定生物样品中 ^{59}Fe	292
实验二十四	铀矿石中含铀量的测定	297
实验二十五	平行同位素稀释法测定微量铯	304
实验二十六	亚化学计量同位素稀释法测定 ^{65}Zn 示踪液中稳定锌的含量	308

实验二十七	用热中子活化法测定天然水中的砷·····	313
实验二十八	用14MeV快中子活化分析测定岩石样品中 的硅·····	319
实验二十九	同位素源激发X射线荧光分析·····	322
实验三十	环境水质样品的质子X荧光分析·····	330
实验三十一	齐拉-却尔曼斯效应的研究·····	337
实验三十二	^{56}Mn 的提取与溶液pH值的关系·····	343
实验三十三	医用核素发生器(母牛)的应用·····	348
实验三十四	^{125}I -甲胎蛋白标记化合物的制备·····	355
实验三十五	尿嘧啶-5- ^3H 标记化合物的制备·····	362

附 录

附录一	常用放射性核素表·····	373
附录二	放射性核素的毒性分组·····	386
附录三	放射性物质污染表面的导出限值·····	389
附录四	放射工作场所的划分·····	390
附录五	元素周期表·····	392

第一部分 原 理

原书空白页

第一章 放射化学实验的基本特点

第一节 放射化学实验的基本特点

我们知道，化学是研究原子中核外电子的转移或相互作用所引起的化学效应，并不涉及原子核的变化。而放射化学所研究的问题则与原子核的变化密切相关。放射化学主要是研究放射性核素和核转变产物的化学性质和行为，研究它们的制备、分离、纯化及鉴定方法，研究放射性标记化合物的合成和性质，研究放射性核素及其标记化合物在化学、生物、医学和其他科学技术领域，以及在工农业生产中的应用。因此，放射化学实验研究的对象主要是放射性核素，它除了具有与一般化学实验共同点之外，还具有下述三个主要特点。

一、放 射 性

在参与化学反应过程中，放射性核素按固定的速率进行衰变而放出带电粒子或 γ 射线。这是放射化学最重要的特点。因此，在放射化学中，对放射性核素在化学变化中的行为，它们的含量，纯度的鉴定等常常是通过测量它们所放出的射线来研究的。这形成了放射化学所特有的实验方法。

由于近代核辐射测量技术的高度发展，放射化学分析方法的灵敏度远远超过一般化学分析。例如：灵敏度较高的光谱分析，其检出极限为 $10^{-9} \sim 10^{-8} \text{g}$ ，最灵敏的荧光法的检

出极限也仅为 $10^{-10} \sim 10^{-9} \text{g}$ ；而在放射化学的研究中，测量和鉴定浓度低至 10^{-20}mol/L 的核素则是经常的。例如，利用放射性测量技术，曾成功地鉴定了由离子交换色层分离所得的数千个原子的98号元素锝，以及仅有17个原子的101号元素钷。在个别情况下，采用特别灵敏的探测技术（如核乳胶技术）还可以探测到几个原子的存在。此外，利用放射性核素发射的射线还可以对被研究的物质进行“跟踪”，这样就有可能观察整个化学反应历程中的每个过程，而这在一般化学实验中是难以做到的。

但是，射线的存在亦带来不利的一面。在处理强放射性物质时，必须考虑到由此所引起的特殊的化学变化，这就是辐射化学效应。例如，在强放射性物质的水溶液中，由于水的辐射分解，产生许多还原性产物（ $e_{\text{水化}}$ 、 H 和 H_2 ）和氧化性产物（ OH 、 HO_2 和 H_2O_2 ），它们在溶液中能与溶质发生不同的化学反应，从而引起放射性核素的状态和行为的变化。在化学分离中，萃取剂或离子交换树脂在强辐射的作用下，也会产生辐射分解，这对化学分离是不利的。另外，放射性核素放出的射线对人体有一定的危害作用。因此，在进行放射化学实验之前，必须了解所用放射性核素的核性质，毒性以及应采取的防护措施；在实验工作中必须严格遵守放射性安全防护规定；在操作强放射性核素前，为了防止发生意外事故，应先用非放射性物质进行模拟试验（即冷试验）；同时每步操作必须谨慎小心，尽可能减少容器和设备的放射性沾污；放射性废物不可随意丢弃，必须妥善存放或回收处理。这些都是放射性给实验工作带来的很多特殊要求。

二、不恒定性

在一般的化学研究中，所研究的元素或化合物，只要使其存在的外界条件不发生变化，它是恒定的。而在放射化学的研究中，放射性核素是主要的研究对象，即使在外界条件不发生任何变化的情况下，它也按其固有的规律和速度发生衰变，母体不断减少，子体逐渐增加，这就使体系的组成不恒定和复杂化。因此，在研究过程中，我们既要考虑母体，又要注意到由母体衰变来的一系列子体造成的影响。

由于体系的组成是不断地改变的，在放射化学研究中若采用一般化学中所用的纯度概念和标准，已不足以说明问题，因而在放射化学的研究中，表示放射性物质纯度，通常采用“放射性纯”和“放射化学纯”这一纯度概念和标准。“放射性纯度”是指在放射性指示剂中所需的某种放射性核素占总放射性的百分比。如果某放射源纯度很高，就是说其中除了所需的某种放射性核素及其子体外，并无其它可被辐射测量出来的放射性物质存在。“放射性纯”的标准是从是否存在放射性杂质，而不是从化学成分这一角度来衡量的，因此若有少量非放射性杂质引入，并不影响“放射性纯度”的变化。例如：在 ^{144}Ce 放射性核素中带有少量的 ^{141}Ce 放射性核素，则此体系就不是“放射性纯”的。相反，在 ^{144}Ce 中带进少量的稳定铈或其它稳定元素，则此体系仍然是“放射性纯”的。在放射化学的研究中，经常严格要求的是“放射性纯”，对“化学纯”的要求可视具体情况而定。

“放射化学纯”，它是指在一种放射性制剂中，以某种特定的化合物或化学形态存在的放射性占该核素总放射性的百分数，例如：在医用碘-131的 NaI 注射液，除了需要的 I^- 化