

# 中华人民共和国国家标准

## 水中锶-90 放射化学分析方法 二-(2-乙基己基) 磷酸 萃取色层法

UDC 628.54  
:543.06  
GB 6766-86

Radiochemical analysis of strontium-90 in water  
Extraction chromatography by  
di-(2-ethylhexyl) phosphoric acid

### 1 适用范围和应用领域

本标准适用于饮用水、地面水和核工业排放废水中锶-90 的分析。测定范围： $10^{-2} \sim 10$  Bq/L ( $10^{-12} \sim 10^{-9}$  Ci/L)。干扰测定：钇-91 存在时会干扰锶-90 的快速测定；铈-144 和钷-147 等核素的含量大于锶-90 含量的 100 倍时，会使快速法测定锶-90 的结果偏高。

### 2 原理

涂有二-(2-乙基己基)磷酸(简称 HDEHP)的聚三氟氯乙烯(简称 kel-F)色层柱从 pH=1.0 的样品溶液中定量吸附钇，使钇与锶、铯等低价离子分离。再以 1.5 mol/L 硝酸淋洗色层柱，清除钇以外的其他被吸附的铈、钷等稀土离子，并以 6 mol/L 硝酸解吸钇，实现钇-90 的快速测定。或者将 pH=1.0 的通过色层柱后的流出液放置 14 d 后再次通过色层柱，分离和测定钇-90。水样中锶-90 的浓度根据其子体钇-90 的  $\beta$  活度来确定。

### 3 试剂

所有试剂，除特别申明者外，均为分析纯，水为蒸馏水。试剂中的放射性必须保证空白样品测得的计数率低于探测仪器本底的统计误差。

3.1 二-(2-乙基己基)磷酸，化学纯。

3.2 正庚烷。

3.3 聚三氟氯乙烯粉，60~100 目。

3.4 锶载体溶液(约 50 mgSr/ml)：

3.4.1 配制：称取 153 g 氯化锶 ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 溶解于 0.1 mol/L 的硝酸溶液中并稀释至 1 L。

3.4.2 标定：取四份 2.00 ml 锶载体溶液(3.4.1)于烧杯中，加入 20 ml 蒸馏水，用氨水调节溶液 pH 至 8，加入 5 ml 饱和碳酸铵溶液，加热至接近沸腾，使沉淀凝聚，冷却，用已称重的 G 4 玻璃砂芯漏斗抽吸过滤，用水和无水乙醇各 10 ml 洗涤沉淀，在 105°C 烘干，冷却，称至恒重。

3.5 钇载体溶液(约 20 mgY/ml)：

3.5.1 配制：称取 86.2 g 硝酸钇<sub>1</sub> [ $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ] 加热溶解于 100 ml 6.0 mol/L 硝酸中，转入 1 L 容量瓶内，用水稀释至标度。

3.5.2 标定：取四份 2.00 ml 钇载体溶液(3.5.1)分别置于烧杯中，加入 30 ml 水和 5 ml 饱和草酸溶液，用氨水和 2 mol/L 硝酸调节溶液 pH 至 1.5，在水浴中加热使沉淀凝聚，冷却至室温。沉淀过滤在置

有定量滤纸的三角漏斗中，依次用水、无水乙醇各 10 ml 洗涤，取下滤纸置于瓷坩埚中，在电炉上烘干并炭化后置于 900°C 马福炉中灼烧 30 min，在干燥器中冷却称至恒重。

注：标定方法亦可按 GB 6764—86《水中铯-90 放射化学分析方法 发烟硝酸沉淀法》的 3.3.2 进行。

3.6 氨水：浓度 25.0~28.0% (m/m)。

3.7 碳酸铵。

3.8 饱和草酸溶液：称取 110 g 草酸溶于 1 L 水中，稍许加热，不断搅拌，冷却后置于试剂瓶中。

3.9 浓硝酸：浓度 65.0~68.0% (m/m)。

3.10 铯-90-钇-90 标准溶液：铯-90 的浓度约 500 dpm/ml。

3.11 精密试剂：pH0.5~5.0。

#### 4 仪器

4.1 低本底  $\beta$  射线测量仪。

4.2 分析天平，感量 0.1 mg。

4.3 原子吸收分光光度计。

4.4 HDEHP-kel-F 色层柱：柱内径 8~10 mm，下部用玻璃棉填充。取 3.0 g 60~100 目的 kel-F 粉 (3.3) 放入烧杯中，加入 5.0 ml 20% HDEHP-正庚烷溶液，反复搅拌，放置 10 h 以上。在 80°C 下烘至呈松散状。用 0.1 mol/L 硝酸溶液湿法装柱。每次使用前用 20 ml pH=1.0 的硝酸溶液通过色层柱，使用后用 50 ml 6 mol/L 硝酸淋洗柱子，用水洗至流出液 pH=1.0，备用。

4.5 可拆卸式漏斗。

4.6 烘箱。

4.7 马福炉。

#### 5 仪器的刻度

5.1 见 GB 6764—86 的 5.1 和 5.2。

5.2 钇-90 探测效率的测定亦可按如下方法进行：向四只烧杯中分别加入 30 ml 水、1.00 ml 钇载体溶液 (3.5)、1.00 ml 铯载体溶液 (3.4) 和 2.00 ml 铯-90-钇-90 标准溶液 (3.10)。调节溶液 pH=1.0，以 2 ml/min 流速通过 HDEHP-kel-F 色层柱 (4.4)，记下开始过柱至过柱完毕的中间时刻作为铯、钇分离时刻。以下按 6.5~6.9 所述方法进行钇-90 的分离。在和样品源相同的条件下测得的计数率与经过化学回收率校正后的钇-90 衰变率之比值即为钇-90 的探测效率。

#### 6 操作步骤

6.1 取水样 1~40 L，用硝酸调节 pH=1.0，加入 2.00 ml 铯载体溶液 (3.4) 和 1.00 ml 钇载体溶液 (3.5)。加热至 50°C 左右，用氨水调节 pH 至 8~9，搅拌下每升水样加入 8g 碳酸铵。继续加热至将近沸腾，使沉淀凝聚，取下冷却，静置 10 h 以上。

6.2 用虹吸法吸去上层清液，将余下部分离心，或者在布氏漏斗中通过中速滤纸过滤，用 1% (m/m) 碳酸铵溶液洗涤沉淀。弃去清液。沉淀转入烧杯中，逐滴加入 6 mol/L 硝酸至沉淀完全溶解，加热，滤去不溶物。滤液用氨水调节 pH 至 1.0。

6.3 溶液以 2 ml/min 流速通过 HDEHP-kel-F 色层柱 (4.4)。记下从开始过柱至过柱完毕的中间时刻，作为铯、钇分离时刻。

6.4 流出液收集于 100 ml 容量瓶中，再用 30 ml 0.1 mol/L 硝酸洗涤色层柱，流出液收集于同一容量瓶中，用 0.1 mol/L 硝酸稀释至标线，摇匀。取出 1.00 ml 溶液，在原子吸收分光光度计上测定铯含量，计算铯的化学回收率。向容量瓶中加入 1.00 ml 钇载体溶液 (3.5)，放置 14 d，供放置法测定铯-90 用。

6.5 用 40 ml 1.5 mol/L 硝酸以 2 ml/min 流速洗涤色层柱，弃去流出液。再用 30 ml 6 mol/L 硝酸以 1

ml/min 流速解吸钇，解吸液收集于烧杯中。

6.6 向解吸液加入 5 ml 饱和草酸溶液 (3.8)，用氨水调节溶液 pH 至 1.5~2.0，加热至将近沸腾，再冷却至室温。

6.7 沉淀在可拆卸式漏斗上抽吸过滤。依次用 0.5% (m/m) 草酸溶液、水、无水乙醇各 10 ml 洗涤沉淀。将沉淀连同滤纸固定在测量盘上，在低本底  $\beta$  测量仪上进行  $\beta$  计数。记下测量的时刻。

6.8 沉淀在 45~50°C 下干燥，称至恒重。按附录 A 中的 A.1 提供的草酸钇的分子式计算钇的化学回收率。按 7.1 计算水中铯-90 的浓度。

6.9 将 6.4 得到的放置 14 d 后的溶液以 2 ml/min 流速通过色层柱，记下铯、钇分离的时刻。以下按 6.5~6.8 操作，但按 7.2 计算水中铯-90 的浓度。

## 7 计算

7.1 快速测定铯-90 时按下式计算水中铯-90 的浓度：

$$A_v = \frac{N \cdot J_0}{K \cdot E_t \cdot V \cdot Y_v \cdot e^{-\lambda(t_3 - t_2)} \cdot J}$$

式中各符号及代号的含义见 GB 6764—86 第 7 章。

7.2 放置法测定铯-90 时按 GB 6764—86 第 7 章的公式计算水中铯-90 的浓度。

## 8 分析误差

本方法分析铯-90 浓度为 1 Bq/L ( $3 \times 10^{-11}$  Ci/L) 的水样，最大误差小于 10%，同一实验室变异系数小于 10%。

## 附录 A

## 正确使用标准的说明

(参考件)

A.1 以草酸钇重量法测定钇的化学回收率时,草酸钇中的结晶水数会随烘烤的温度而改变。在 45~50°C 烘干时,草酸钇的沉淀组成为  $Y_2(C_2O_4)_3 \cdot 9H_2O$ 。

A.2 用二-(2-乙基己基)磷酸萃取色层法快速(即不经放置)测定铯-90 时,水样中的铯-90 和钇-90 必须处于平衡状态。当钇-91 存在时应当用放置法或衰变扣除法对结果进行校正。

A.3 水样中的铯含量超过 1 mg 时,必须进行样品自身铯含量的测定,并在计算铯的化学回收率时将其扣除。

A.4 按下式决定样品的计数时间  $t_c(\text{min})$ :

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \cdot N_b}}{N^2 \cdot E^2}$$

式中:  $N_c$ ——样品源加本底的计数率, cpm;

$N_b$ ——本底计数率, cpm;

$N$ ——样品源净计数率, cpm;

$E$ ——预定的相对标准误差。

## 附加说明:

本标准由中华人民共和国核工业部提出。

本标准由核工业部辐射防护研究所负责起草。

本标准主要起草人沙连茂、郭琨、王治惠、赵敏。