



# 中华人民共和国国家标准

GB 11222.2—89

GB 11222.2—89

## 生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法 离子交换法

Radiochemical analysis of strontium-90 in ash of  
biological samples—Ion exchange method

中华人民共和国  
国家标准  
生物样品灰中锶-90 的放射化学分析方法  
离子交换法  
GB 11222.2—89

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.bzchs.com](http://www.bzchs.com)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
1990年10月第一版 2005年8月第二次印刷

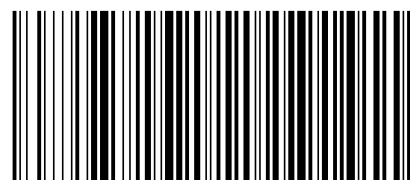
\*

书号: 155066·1-25128 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 11222.2—1989

1989-03-16 发布

1990-01-01 实施

国家环境保护局 发布

5.16.3 计算空白试样的平均计数率和标准误差,并检验其与仪器的本底计数率在95%的置信水平下是否有显著性的差异。

## 6 结果表示

6.1 按照 GB 11222.1的6.1和6.3条计算样品灰中锶-90的含量。

### 6.2 精密度

见 GB 11222.1的第7章。

## 中华人民共和国国家标准

# 生物样品灰中锶-90的放射化学分析方法 离子交换法

GB 11222.2—89

Radiochemical analysis of strontium-90 in ash of  
biological samples—Ion exchange method

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用离子交换法分析生物样品灰中锶-90的方法和步骤,适用于动、植物灰样中锶-90的分析。测定范围:  $10^{-1} \sim 10\text{Bq}$ 。

## 2 方法提要

样品灰的盐酸浸取液用乙二胺四乙酸二钠(简称 EDTA 二钠)和柠檬酸两种络合剂将试样中钙、镁等络合,调节溶液 pH 至 4.0~5.0,使绝大部分钙通过阳离子交换柱,而锶和部分钙为树脂吸附。再用不同浓度和不同 pH 的 EDTA-乙酸铵溶液先后淋洗钙和锶。向含锶的流出液中加入铜盐,将锶从 EDTA 和柠檬酸的络合物中置换出来,进行碳酸盐沉淀。放置 14d 后分离并测定钇-90的  $\beta$  活度,从而确定锶-90的活度。

## 3 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。试剂本底不超过仪器本底计数的统计误差。

- 3.1 硝酸:浓度 65.0%~68.0% (m/m)。
- 3.2 过氧化氢:浓度不低于 30% (m/m)。
- 3.3 氢氧化铵(或氨水):浓度 25.0%~28.0% (m/m)。新开瓶或无二氧化碳。
- 3.4 结晶碳酸铵  $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 。
- 3.5 无水乙醇:含量不少于 99.5% (m/m)。
- 3.6 广范 pH 试纸。
- 3.7 732 苯乙烯型强酸性阳离子交换树脂(强酸 1×2); 50~100 目。
- 3.8 锶载体溶液(约 50 mg Sr/mL);按 GB 11222.1的 3.21 条进行配制和标定。
- 3.9 钇载体溶液(约 20 mg Y/mL);按 GB 11222.1的 3.23 条进行配制和标定。
- 3.10 锶-90 标准溶液(以钇-90 计,约 500 dpm/mL); 0.1 mol/L 的硝酸介质。
- 3.11 氢氧化铵: 6 mol/L。
- 3.12 盐酸: (1+1)。
- 3.13 盐酸: (1+5)。
- 3.14 盐酸: 0.1 mol/L。
- 3.15 乙酸: 2 mol/L。
- 3.16 硝酸: 2 mol/L。

国家环境保护局 1989-03-16 批准

1990-01-01 实施

- 3.17 乙酸铵溶液:2 mol/L。
- 3.18 饱和乙酸铵溶液。
- 3.19 饱和草酸溶液。
- 3.20 草酸溶液:浓度0.5%(m/m)。
- 3.21 钡载体溶液(约20 mg Ba/mL):0.1 mol/L 盐酸介质。
- 3.22 三氯化铁溶液(约10 mg Fe/mL):0.1 mol/L 盐酸介质。
- 3.23 柠檬酸溶液:浓度5%(m/m)。
- 3.24 氯化钠溶液:浓度20%(m/m)。
- 3.25 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:浓度10%(m/m)。
- 3.26 氨缓冲溶液:称取20 g 氯化铵(NH<sub>4</sub>Cl)溶于50 mL 蒸馏水中,加入100 mL 氢氧化铵(3.3),用蒸馏水稀释到1.0L。
- 3.27 络黑 T 溶液:称取100 mg 络黑 T 溶于10 mL 氨缓冲溶液(3.26)中,用无水乙醇(3.5)稀释到20 mL。有效期30 d。
- 3.28 钙淋洗剂:称取38 g EDTA(C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)和25 g 乙酸铵(NH<sub>4</sub>CH<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)溶于1.0L 水中,用氢氧化钠溶液(6 mol/L)和盐酸(3.12)调节溶液 pH 至4.4(用 pH 计测量)。
- 3.29 锶解吸剂:称取38 g EDTA 和25 g 乙酸铵溶于1L 水中,用氢氧化钠(6 mol/L)和盐酸(3.12)调节溶液 pH 至5.5~6.0(用 pH 计测量)。
- 3.30 钡淋洗剂:称取38 g EDTA 溶于1.0 L 水中,用盐酸(3.12)和氢氧化钠溶液(6 mol/L)调节溶液的 pH 至9.0。
- 3.31 草酸-草酸铵溶液:于饱和草酸铵溶液中滴加饱和草酸溶液,调节 pH 至4.0~4.5。

#### 4 仪器

- 4.1 低本底 β 射线测量仪。
- 4.2 分析天平,感量0.1 mg。
- 4.3 马福炉。
- 4.4 离心机:最大转速4 000 r/min,容量15mL×4。
- 4.5 电热板。
- 4.6 pH 计。
- 4.7 烘箱。
- 4.8 阳离子交换柱(内径18 mm,高300 mm)。
- 4.8.1 树脂的处理:用蒸馏浸泡10 h 以上,再用盐酸(3.12)浸泡两次,每次4 h。用水洗至中性。
- 4.8.2 装柱:量取50 mL 湿树脂(4.8.1)用水装入交换柱中。树脂床高180 mm。柱的上下部均用玻璃棉填充。用20 mL 氯化钠溶液(3.24)以3 mL/min 的流速通过交换柱,将柱中的树脂由氢(H<sup>+</sup>)型转成钠(Na<sup>+</sup>)型。用200 mL 水淋洗。备用。
- 4.8.3 再生:依次用100 mL 水、200 mL 盐酸(3.12)、200 mL 水、200 mL 氯化钠溶液(3.24)和200 mL 水以3 mL/min 的流速淋洗交换柱。

#### 5 分析步骤

- 5.1 称取5~20 g 试样,准确到0.01 g,置于100 mL 坩埚中,加入2.00 mL 锶载体溶液(3.8)和2.00 mL 钡载体溶液(3.21)。用少许水润湿后,加5~10 mL 硝酸(3.1)和3 mL 过氧化氢(3.2)。置于电热板上蒸干。移入600℃马福炉中灼烧至试样无炭黑为止。
- 5.2 取出试样,冷却至室温。先后用30 mL 盐酸(3.13)加热浸取两次,再用20 mL 盐酸(3.14)洗涤。浸取液与洗涤液经离心或过滤收集于1L 烧杯中,用水稀释至1L 左右,使溶液中钙的浓度小于1.5 g/L。加

入 EDTA 溶液(3.25)和等体积的柠檬酸溶液(3.23),直至试样中的钙、镁络合完全为止。

注:钙、镁是否络合完全的检查方法:取约1 mL 试样溶液加入等体积的氨缓冲溶液(3.26)及1滴络黑 T 溶液(3.27),若呈现蓝色而不出现紫红色,表示钙、镁已络合完全。同时用无离子水做对照。

- 5.3 向溶液中加入20 mL 乙酸(3.15)和20 mL 乙酸铵溶液(3.17),用盐酸(3.12)及氢氧化铵(3.11)调节溶液 pH 至4.5~5.0。
- 5.4 溶液以20 mL/min 的流速通过交换柱。
- 5.5 用钙淋洗剂(3.28)以8 mL/min 的流速通过交换柱,流出液经草酸-草酸铵溶液(3.31)检查,直至无钙后继续通过150 mL 钙淋洗剂(3.28)。

注:检查流出液中钙的方法:取1 mL 流出液与等体积的草酸-草酸铵溶液(3.31)混合,摇动1 min,与无离子水对照,若无浑浊现象则表示无钙。

- 5.6 用200 mL 锶解吸剂(3.29)以4~5 mL/min 流速解吸锶,解吸液收集于烧杯中。
- 5.7 用200 mL 钡淋洗剂(3.30)以5 mL/min 流速淋洗钡。
- 5.8 在含锶的解吸液中加入4~8 g 氯化铜(CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O),搅拌使其溶解,用氨水(3.3)调节溶液至碱性(用广范 pH 试纸检查)。再加5 mL 氨水(3.3)和2 g 结晶碳酸铵(3.4),加热至近沸,冷却至室温。过滤,弃去滤液,用20 mL 水洗涤沉淀。用10 mL 硝酸(3.16)溶解沉淀,并用水稀释至30 mL。加入1 mL 三氯化铁溶液(3.22)和几滴过氧化氢(3.2),煮沸2 min,用氨水(3.3)调节溶液至碱性(用广范 pH 试纸检查)。趁热过滤,用10 mL 水洗涤一次,弃去沉淀。记下日期和时间,作为钇-90开始生长的时刻。
- 5.9 将滤液收集于烧杯中,加入5 mL 饱和碳酸铵溶液(3.18),加热至近沸,冷却至室温,过滤于可拆卸式漏斗内的已称重滤纸上,用水和无水乙醇各10 mL 洗涤沉淀。沉淀在105℃烘干15 min,在干燥器内冷却20 min,称重,计算锶的化学回收率。

- 5.10 将称重后的碳酸锶用约10 mL 硝酸(3.16)溶解于烧杯中,加入10 mL 水和1.00 mL 钇载体溶液(3.9),放置14d 以上。
- 5.11 将溶液转入离心管中,在水浴中煮沸几分钟,赶走二氧化碳,用氨水(3.3)调节溶液 pH 至8,继续加热约10 min,使沉淀凝聚。冷却到室温,离心,记下锶钇分离时刻。弃去上层清液。
- 5.12 在搅拌下向离心管中加入硝酸(3.16)至沉淀溶解,用20 mL 水稀释,用氨水(3.3)调节溶液至碱性(用广范 pH 试纸检查)。离心,弃去上层清液。
- 5.13 在搅拌下向离心管中加入硝酸(3.16)至沉淀溶解。加入5 mL 饱和草酸溶液,用氨水(3.3)调节溶液 pH 至1.5~2.0。加热使沉淀凝聚,冷却到室温。沉淀在铺有已称重滤纸的可拆卸式漏斗上抽吸过滤,先后用草酸溶液(3.20)、水和无水乙醇(3.5)各10 mL 洗涤沉淀。抽吸至干。将沉淀连同滤纸固定在测量盘上,在低本底 β 测量仪上计数。记下测量进行到一半的时刻。
- 5.14 沉淀在45~50℃下干燥。称量,干燥至恒重。按草酸钇(Y<sub>2</sub>(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O)的分子式计算钇的化学回收率。

#### 5.15 校准

用于测量钇-90活度的计数器必须进行校准,即确定测量装置对已知活度的钇-90源的响应,它可用探测效率来表示。其方法是:

- 5.15.1 向四只烧杯中分别加入30 mL 水、1 mL 硝酸(3.16)、1.00 mL 钇载体溶液(3.9)、1.00mL 锶载体溶液(3.8)和1.00mL 锶-90标准溶液(3.10)。
- 5.15.2 按5.11~5.14条规定的方法操作。在和试样相同的条件下测量钇-90的计数率。
- 5.15.3 按 GB 11222.1中5.8.2的式(3)计算钇-90的探测效率。

#### 5.16 空白试验

每当更换试剂时必须进行空白试验,试样数不得少于4个。其方法是:

- 5.16.1 向1L 水中加入1.00 mL 锶载体溶液(3.8)、2.00 mL 钡载体溶液(3.21)和30 mL 盐酸(3.13)。
- 5.16.2 按5.3~5.13条规定的方法操作,在和样品相同的条件下测量空白试样的计数率。