

中华人民共和国国家标准

GB/T 13272—91

GB/T 13272—91

水中碘-131的分析方法

Analytical method for ¹³¹I in water

中华人民共和国
国家标准
水中碘-131的分析方法
GB/T 13272—91

*

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.bzcb.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 0.75 字数 15 千字

1992年5月第一版 2005年9月第二次印刷

*

书号: 155066·1-25295 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

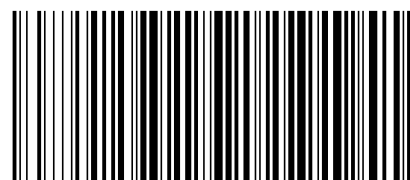
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

1991-10-24 发布

1992-08-01 实施

国家环境保护局 发布
国家技术监督局



GB/T 13272—1991

4.9%。由此引起探测效率(包括空气层自吸收、反散射等)偏差在实验误差范围之内,因此用铯-137 薄源刻度 β 探测效率是可行的。

附加说明:

本标准由国家环境保护局和中国核工业总公司提出。

本标准由中国原子能科学研究院负责起草。

本标准主要起草人胡征兰、杜秀领。

本标准由国家环境保护局负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 13272—91

水中碘-131的分析方法

Analytical method for ^{131}I in water

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水中碘-131含量的分析方法。

本标准适用于有关核设施、同位素生产和应用单位在正常运行和事故情况下环境水中碘-131的分析。

本方法对 β 放射性的探测下限为 $3 \times 10^{-3} \text{Bq/L}$ 和对 γ 放射性的探测下限为 $4 \times 10^{-3} \text{Bq/L}$ 。对 ^{106}Ru - ^{106}Rh 核素和总裂片的去污系数在 1.2×10^5 以上。

2 方法提要

水样品中,碘-131用强碱性阴离子交换树脂浓集、次氯酸钠解吸、四氯化碳萃取、亚硫酸氢钠还原。水反萃,制成碘化银沉淀源。用低本底 β 测量装置或低本底 γ 谱仪测量。

3 试剂和材料

所用试剂,除特别注明者外,均使用符合国家标准分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 碘载体溶液:

3.1.1 配制:

溶解13.070 g 碘化钾于蒸馏水中,转入1 L 容量瓶。加少许无水碳酸钠,稀释至刻度。碘的浓度为10 mg/mL。

3.1.2 标定:

在6个100 mL 烧杯中,分别用移液管吸取5 mL 碘载体溶液(3.1.1),加50 mL 蒸馏水,搅拌下滴加浓硝酸(3.10),溶液呈金黄色,加10 mL 硝酸银溶液(3.6)。加热至微沸,冷却后用G4玻璃砂坩埚抽滤。依次用5 mL 水和5 mL 无水乙醇各洗三次。在烘箱内110℃下烘干,冷却后称重。计算碘的浓度。

3.2 ^{131}I 参考溶液:核纯;

3.3 次氯酸钠溶液(NaClO):活性氯含量为2.6%;

3.4 四氯化碳(CCl_4):99.5%;

3.5 盐酸羟胺溶液: $c(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}) = 3 \text{ mol/L}$;

3.6 硝酸银溶液(AgNO_3):1% (m/m);

3.7 亚硫酸氢钠溶液(NaHSO_3):5% (m/m);

3.8 氢氧化钠溶液(NaOH):5% (m/m);

3.9 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$;

3.10 硝酸(HNO_3): $\rho = 1.40 \text{ g/mL}$;

3.11 盐酸: $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

3.12 离子交换树脂:

国家环境保护局1991-10-24 批准

1992-08-01 实施

3.12.1 树脂型号:

3.12.1.1 201×7Cl⁻型阴离子交换树脂,40~60目;3.12.1.2 251×8Cl⁻型阴离子交换树脂,40~60目。

3.12.2 树脂处理:

将新树脂于蒸馏水中浸泡2h,洗涤并除去漂浮在水面的树脂。用5%NaOH(3.8)浸泡16h,弃NaOH溶液。蒸馏水洗涤树脂至中性。再用HCl(3.11)浸泡2h后,弃HCl溶液,树脂转为Cl⁻型。用蒸馏水洗至中性。

3.12.3 树脂装柱:

将树脂(3.12.1)装入玻璃交换柱中(4.3),柱床高10.4cm,柱的上下端用少量聚四氟乙烯细丝堵塞。再用20mL蒸馏水洗柱。

3.12.4 树脂再生:

用50mL蒸馏水将树脂洗至中性。再用50mL 1mol/L HCl以1mL/min的流率通过树脂柱,树脂转为Cl⁻型。最后用蒸馏水洗至中性。

4 仪器和设备

4.1 低本底β测量装置:对铯-137平面源测量100min,置信度为95%时,最小探测限0.05Bq;

4.2 低本底γ谱仪或γ测量装置:对单一的铯-137薄源测量1000min,置信度为95%时,最小探测限0.1Bq;

4.3 玻璃交换柱:见附录A(补充件)中图A1;

4.4 分析天平:感量0.1mg;

4.5 高频热合机;

4.6 玻璃可拆式漏斗:见附录A(补充件)中图A2;

4.7 不锈钢压源模具:见附录A(补充件)中图A3;

4.8 封源铜圈:见附录A(补充件)中图A4。

5 采样与样品制备

5.1 取样:按国家有关水质取样规定执行。

5.2 试样制备:将10L环境水样品于20L聚乙烯塑料桶中,调pH为6.5~7.0,经澄清后,取上清液。

6 分析步骤

6.1 吸附

在试样中(5.2)加入20mg碘载体。以100~120mL/min流速通过离子交换柱(3.2.3),用蒸馏水洗柱。

6.2 解吸

用60mL NaClO(3.3)解吸液,流速为0.5mL/min解吸,解吸液转入250mL分液漏斗中。

6.3 萃取

向分液漏斗中加入20mL四氯化碳(3.4),6mL盐酸羟胺(3.5)和5mL硝酸(3.10),振荡2min(注意放气),四氯化碳呈紫色。静置分相,有机相转移到100mL分液漏斗中。用15mL和5mL四氯化碳分别进行第二次、第三次萃取。各振荡2min,静置后合并有机相。

6.4 水洗

用等体积蒸馏水洗涤有机相,振荡2min,静置分相,有机相转入另一个分液漏斗中,弃水相。

6.5 反萃

在有机相中加等体积的蒸馏水,加亚硫酸氢钠溶液(3.7)8滴。振荡2min(注意放气)。紫色消退,静

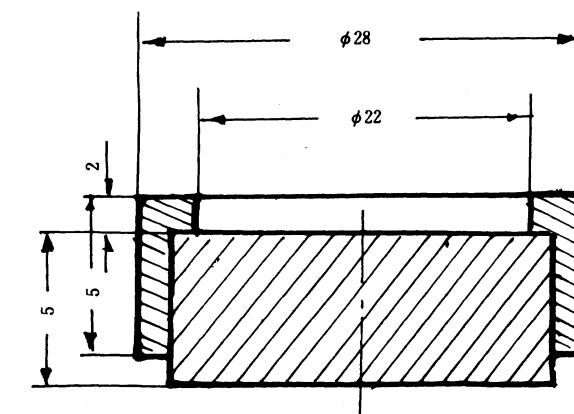


图 A3 不锈钢压源模具

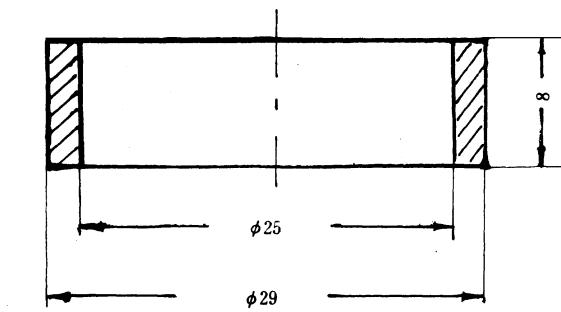


图 A4 封源铜圈

附录 B

正确使用标准的说明

(参考件)

B1 本标准所用次氯酸钠化学试剂必须在低温下保存。

B2 本标准分析流程中用次氯酸钠溶液解吸,解吸与温度有关,适宜温度在10~32℃。次氯酸钠在35℃将分解失效。

B3 按公式(B1)决定样品测量的时间 t_c (min):

$$t_c = \frac{N_c + \sqrt{N_c \cdot N_b}}{N^2 \cdot S^2} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: t_c ——样品计数时间,min; N_c ——样品源加本底的计数率,计数/min; N_b ——本底计数率,计数/min; N ——样品源净计数率,计数/min; S ——预定的相对标准偏差。B4 碘化银源必须用塑料薄膜封源。膜的质量厚度为3mg/cm²。膜的本底在仪器涨落范围内。

B5 如果没有高频热合机条件,可将沉淀源夹在塑料膜内,盖一层黄蜡绸,用5W电烙铁沿沉淀源周围画一圈封合,剪齐外缘,待测。

B6 关于用铯-137薄源代替碘-131源测定β探测效率的问题。按铯-137β衰变的分支比,加权以后的β粒子平均最大能量值为0.547MeV,碘-131β粒子平均最大能量值为0.576MeV,二者相对偏差为