

水中锶-90放射化学分析方法  
发烟硝酸沉淀法

UDC 628.54  
:543.06

GB 6764-86

Radiochemical analysis of  
strontium-90 in water  
Precipitation by fuming nitric acid

1 适用范围和应用领域

本标准适用于核工业排放废水中锶-90的分析。测定范围： $10^{-1} \sim 10$  Bq/L ( $10^{-11} \sim 10^{-9}$  Ci/L)。干扰测定：水样中钙含量大于4.0g时对锶的化学回收率的测定有影响。

2 原理

用发烟硝酸沉淀法除去钙和大部分其他干扰离子，用铬酸钡沉淀除去镭、铅和钡，用氢氧化铁沉淀除去其他裂变产物。放置14d后分离测量钷-90的 $\beta$ 计数，从而确定锶-90的放射性浓度。

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 络黑T指示剂：称取0.5g络黑T和25g氯化钾于玛瑙研钵中磨细，装瓶置于干燥器中备用。

3.2 锶滴定液：称取15.8290g乙二胺四乙酸二钠（简称EDTA二钠），用pH10的氨水溶解，移入1L容量瓶中。再称取0.2017g镁粉（含量99.9%以上）于烧杯中，滴加1mol/L盐酸使其完全溶解。将此溶液移入上述容量瓶中，用pH10的氨水溶液稀释到标线。此溶液1.00ml相当于3.00mg锶。

3.3 锶载体溶液（约50mg Sr/ml）：

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

3.3.2 标定：吸取四份2.00ml锶载体溶液（3.3.1）分别置于锥形瓶中，加入50ml水、5ml 1:3三乙醇胺溶液、10ml pH10缓冲溶液（3.13）和少许络黑T指示剂（3.1），用锶滴定液（3.2）滴定至溶液由红色转变为蓝色。

3.4 EDTA二钠溶液：称取8.3746g EDTA二钠，用氨水溶解，移入1L容量瓶中，用水稀释至标线。此溶液1.00ml相当于2.00mg钷。

3.5 钷滴定液：称取1.4746g钷片（含量99.9%以上）溶于1:1盐酸中，移入1L容量瓶，用1%（m/m）盐酸溶液稀释至标线。此溶液1.00ml相当于2.00mg钷。

3.6 钷载体溶液（约20mg Y/ml）：

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

3.6.2 标定：吸取四份1.00ml钷载体溶液（3.6.1）分别置于锥形瓶中，依次加入1.500ml EDTA二钠溶液（3.4）和5ml 1:3三乙醇胺溶液，用氨水调节溶液至pH 8~9。加入50ml水和少许络黑T指示剂（3.1）。用钷滴定液（3.5）滴定至溶液由蓝色转变为红色。

3.7 氯化钡溶液：称取35.57g氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于0.1mol/L盐酸中并稀释至1L。此

溶液1.00ml含20.0mg钡。

- 3.8 氨水：无二氧化碳。  
 3.9 三氯化铁溶液：10mgFe/ml，2 mol/L 盐酸介质。  
 3.10 乙酸-乙酸铵洗涤液：吸取1 ml 6 mol/L 乙酸和2 ml 6 mol/L 乙酸铵溶液于60mL 水中。  
 3.11 浓硝酸：含量65~68%。  
 3.12 发烟硝酸：含量90%以上。  
 3.13 pH 10缓冲溶液：称取67.5g 氯化铵溶于200ml 水中，加入氨水570ml，用水稀释到1000ml。  
 3.14 铯-90-钇-90标准溶液：铯-90浓度约500dpm/ml。

#### 4 仪器

- 4.1 低本底β射线测量仪。  
 4.2 分析天平，感量0.1mg。  
 4.3 离心机。  
 4.4 可拆卸式漏斗。

#### 5 仪器的刻度

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

5.1.1 向四个离心管中加入铯载体溶液(3.3)和钇载体溶液(3.6)各1.00ml，再加入已知活度的铯-90-钇-90标准溶液(3.14)和30ml水。将离心管置于沸水浴中加热，用氨水(3.8)调节溶液的pH至8，继续加热使沉淀凝聚。取出离心管置于冷水浴中，冷却到室温。离心，弃去上层清液。记下铯、钇分离的时刻。

5.1.2 用2 mol/L 硝酸溶解离心管中沉淀，加入0.5ml 铯载体溶液(3.3)和30ml水。按5.1.1的方法，用氨水(3.8)重复沉淀氢氧化钇一次。

5.1.3 向离心管中加入2 mol/L 硝酸至沉淀溶解，加入20ml水，调节溶液pH至1.5~2.0，将离心管置于沸水浴中2 min，搅拌下滴加5 ml 饱和草酸，继续加热至草酸钇沉淀凝聚。将离心管置于冷水浴中，冷却至室温。

5.1.4 沉淀在可拆卸式漏斗上抽滤，依次用0.5% (m/m) 草酸溶液和无水乙醇各10ml洗涤沉淀。将沉淀连同滤纸固定在测量盘上，在低本底β测量仪上测量钇-90的计数，记下测量时间。

5.1.5 将测量后的样品放入烧杯中，按3.6.2所述的标定钇载体溶液的方法测定钇的含量。计算钇的化学回收率。

5.1.6 按式(1)计算测量仪器对钇-90的探测效率：

$$E_f = \frac{N}{D \cdot Y_Y e^{-\lambda(t_3 - t_2)}} \dots\dots\dots (1)$$

式中： $E_f$ ——钇-90的探测效率；

$N$ ——样品源的净计数率，cpm；

$D$ ——铯-90-钇-90标准溶液的活度，dpm；

$Y_Y$ ——钇的化学回收率；

$e^{-\lambda(t_3 - t_2)}$ ——钇-90的衰变因子。 $t_2$ 为铯、钇分离的时刻，h； $t_3$ 为钇-90测量进行到一半的时刻，h； $\lambda = 0.693/T$ ， $T$ 为钇-90的半衰期，64.2h。

5.2 在标定测量仪器的探测效率时，同时测量铯-90-钇-90参考源的计数率，以便在常规分析中用铯-90-钇-90参考源来检验测量仪器的探测效率是否正常。