



中华人民共和国国家标准

GB 11222.1—89

生物样品灰中锶-90 的 放射化学分析方法 二-(2-乙基己基)磷酸酯萃取色层法

Radiochemical analysis of strontium-90
in ash of biological samples—Extraction
chromatography by di-(2-ethylhexyl) phosphate

1989-03-16 发布

1990-01-01 实施

国家环境保护局 发布

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 二-(2-乙基己基)磷酸酯萃取色层法

GB 11222.1—89

Radiochemical analysis of strontium-90
in ash of biological samples—Extraction
chromatography by di-(2-ethylhexyl)phosphate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用二-(2-乙基己基)磷酸酯萃取色层法分析生物样品灰中锶-90的方法和步骤。

本标准适用于动、植物灰中锶-90的分析。测定范围： $10^{-1} \sim 10\text{Bq}$ 。

2 方法提要

2.1 试样中锶-90的含量根据与其处于放射性平衡的子体核素钇-90的 β 活度来确定。

2.2 快速法：锶和钇从试样的盐酸浸取液中以草酸盐形式沉淀，经灼烧后用硝酸溶解，调节酸度为 1.5 mol/L ，通过涂有二-(2-乙基己基)磷酸酯(简称HDEHP)的聚三氟氯乙烯(简称kel-F)色层柱吸附钇，再以 1.5 mol/L 的硝酸淋洗色层柱，洗脱锶、铯、铊和钷等离子，使钇进一步纯化。用 6.0 mol/L 的硝酸溶液解吸钇，以草酸钇沉淀的形式进行 β 计数和称重。

2.3 放置法：试样的前处理方法与快速法同。在通过色层柱前，调节溶液pH至1.0，通过HDEHP-kel-F色层柱，除去钇、铁和稀土等元素。将流出液放置14d以上，使钇-90与锶-90达到放射性平衡，再次通过色层柱，分离和测定钇-90。

3 试剂和材料

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 二-(2-乙基己基)磷酸酯($\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{O}_4\text{P}$)：化学纯，含量不少于95%，密度范围 $0.969 \sim 0.975\text{g/cm}^3$ 。

3.2 正庚烷(C_7H_{16})：密度范围 $0.681 \sim 0.687\text{g/cm}^3$ 。

3.3 聚三氟氯乙烯粉：60~100目。

3.4 硝酸：浓度65.0%~68.0%(m/m)。

3.5 过氧化氢：浓度不低于30%(m/m)。

3.6 草酸。

3.7 无水乙醇：含量不少于95%(m/m)。

3.8 盐酸：浓度36.0%~38.0%(m/m)。

3.9 精密试纸：pH0.5~5.0。

3.10 氢氧化铵(或氨水)：浓度25.0%~28.0%(m/m)。

3.11 硝酸：(1+1.5)。

- 3.12 硝酸:(1+9)。
- 3.13 硝酸:0.1 mol/L。
- 3.14 饱和碳酸铵溶液。
- 3.15 饱和草酸溶液。
- 3.16 草酸溶液:0.5%(m/m)。
- 3.17 王水:将3份盐酸(3.8)与1份硝酸(3.4)混合。
- 3.18 HDEHP-正庚烷溶液:将1份 HDEHP(3.1)与4份正庚烷(3.2)混合。
- 3.19 盐酸:(1+5)。
- 3.20 盐酸:0.1mol/L。
- 3.21 锶载体溶液:约50 mg Sr/mL
- 3.21.1 配制:称取153 g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于硝酸(3.13)中,转入1L容量瓶内,并用硝酸(3.13)稀释至刻度。
- 3.21.2 标定:取4份2.00 mL 锶载体溶液(3.21.1)分别置于烧杯中,加入20 mL 水,用氢氧化铵(3.10)调节溶液 pH 至8.0,加入5 mL 饱和碳酸铵溶液(3.14),加热至将近沸腾,使沉淀凝聚、冷却。用已称重的G4玻璃砂芯漏斗抽吸过滤,用水和无水乙醇(3.7)各10 mL 洗涤沉淀。在105℃烘干。冷却,称重,直至恒重。
- 3.22 锶标准溶液(约100 μg Sr/mL):准确移取1.00 mL 锶载体溶液(3.21)至500 mL 容量瓶中,用硝酸(3.13)稀释至刻度。
- 3.23 钇载体溶液(20 mg Y/mL)
- 3.23.1 配制:称取86.2 g 硝酸钇[$\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]加热溶解于100 mL 硝酸(3.11)中,转入1L容量瓶内,用水稀释至刻度。
- 3.23.2 标定:取4份2.00 mL 钇载体溶液(3.23.1)分别置于烧杯中,加入30 mL 水和5 mL 饱和草酸溶液(3.15),用氢氧化铵(3.10)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(3.7)各10 mL 洗涤。取下滤纸置于瓷坩埚中,在电炉上烘干,炭化后,置于900℃马福炉中灼烧30 min。在干燥器中冷却。称重,直至恒重。
- 3.24 锶-90标准溶液(以钇-90计,约500 dpm/mL):在0.1 mol/L 的硝酸介质中。
- 3.25 镧溶液,5%(m/m):将15.5 g 硝酸镧[$\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]溶于水中,加入几滴硝酸(3.4),转入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。

4 仪器、设备

- 4.1 低本底 β 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 烘箱。
- 4.5 马福炉。
- 4.6 可拆卸式过滤漏斗。
- 4.7 离心机,最大转速4 000 r/min,容量100 mL \times 4。
- 4.8 HDEHP-kel-F 色层柱(内径8~10mm,高约150 mm):
- 4.8.1 色层粉的制备:称取3.0 g kel-F 粉(3.3)放入50 mL 烧杯中,加入5.0 mL HDEHP-正庚烷溶液(3.18)反复搅拌,放置10 h 以上。在80℃下烘至呈松散状。
- 4.8.2 装柱:色层柱的下部用玻璃棉填充,关紧活塞。将制备好的色层粉(4.8.1)用硝酸(3.13)移入柱内。打开活塞,让色层粉自然下沉。柱内保持一定的液面高度。备用。
- 4.8.3 每次使用后用50 mL 硝酸(3.11)洗涤柱子,流速1 mL/min。用水洗涤至流出液的 pH 为1.0。