

UDC 628.54 : 543.06
Z 33



中华人民共和国国家标准

GB 6764—86

水中锶-90 放射化学分析方法 发烟硝酸沉淀法

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

1986-09-04 发布

1987-03-01 实施

国家环境保护局 批准

中华人民共和国国家标准

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： $10^{-1} \sim 10\text{Bq/L}$ ($10^{-11} \sim 10^{-9}\text{Ci/L}$)。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 β 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 钷载体溶液（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钷载体溶液（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