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}～10Bq。

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 β 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〔$(NH_4)_2CO_3 \cdot H_2O$〕。

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_4Cl）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（$C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$）和25 g乙酸铵（$NH_4CH_3O_2$）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^+）型转成钠（Na^+）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